Étude et installation d'un contrôle optique large-bande dans une machine de dépôt sous vide de grandes dimensions

David Hofman

▶ **To cite this version:**

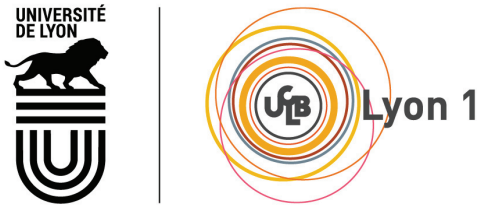
David Hofman. Étude et installation d'un contrôle optique large-bande dans une machine de dépôt sous vide de grandes dimensions. Optique [physics.optics]. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSE1277 . tel-01474893

HAL Id: tel-01474893
https://theses.hal.science/tel-01474893

Submitted on 23 Feb 2017

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.



N° d'ordre NNT : 2016LYSE1277

THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON
opérée au sein de
l'Université Claude Bernard Lyon 1

École Doctorale ED52
Ecole doctorale de physique et d'astrophysique de Lyon (PHAST)

Spécialité de doctorat : Physique
Discipline : Optique et lasers

Soutenue publiquement le 12/12/2016, par :
David Hofman

Étude et installation d'un contrôle optique large-bande dans une machine de dépôt sous vide de grandes dimensions

---

Devant le jury composé de :

MAN Catherine, Directrice de recherche, Equipe ARTEMIS	Présidente
MCLEOD Angus, Professeur émérite, Université d'Arizona (USA)	Rapporteur
LEQUIME Michel, Professeur émérite, Ecole Centrale Marseille	Rapporteur
GREZES-BESSET Catherine, Directrice Technique, CILAS	Examinatrice
SASSOLAS Benoît, Ingénieur de recherche, Laboratoire des Matériaux Avancés	Examinateur
CAGNOLI Gianpietro, Professeur, Laboratoire des Matériaux Avancés	Directeur de thèse
DUJARDIN Christophe, Professeur, Institut Lumière Matière	Co-directeur de thèse et invité

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université	**M. le Professeur Frédéric FLEURY**
Président du Conseil Académique	M. le Professeur Hamda BEN HADID
Vice-président du Conseil d'Administration	M. le Professeur Didier REVEL
Vice-président du Conseil Formation et Vie Universitaire	M. le Professeur Philippe CHEVALIER
Vice-président de la Commission Recherche	M. Fabrice VALLÉE
Directeur Général des Services	M. Alain HELLEU

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon Est – Claude Bernard	Directeur : M. le Professeur J. ETIENNE
Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon Sud – Charles Mérieux	Directeur : Mme la Professeure C. BURILLON
Faculté d'Odontologie	Directeur : M. le Professeur D. BOURGEOIS
Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques	Directeur : Mme la Professeure C. VINCIGUERRA
Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation	Directeur : M. X. PERROT
Département de formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine	Directeur : Mme la Professeure A-M. SCHOTT

COMPOSANTES ET DEPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Faculté des Sciences et Technologies	Directeur : M. F. DE MARCHI
Département Biologie	Directeur : M. le Professeur F. THEVENARD
Département Chimie Biochimie	Directeur : Mme C. FELIX
Département GEP	Directeur : M. Hassan HAMMOURI
Département Informatique	Directeur : M. le Professeur S. AKKOUCHE
Département Mathématiques	Directeur : M. le Professeur G. TOMANOV
Département Mécanique	Directeur : M. le Professeur H. BEN HADID
Département Physique	Directeur : M. le Professeur J-C PLENET
UFR Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives	Directeur : M. Y.VANPOULLE
Observatoire des Sciences de l'Univers de Lyon	Directeur : M. B. GUIDERDONI
Polytech Lyon	Directeur : M. le Professeur E.PERRIN
Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique	Directeur : M. G. PIGNAULT
Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1	Directeur : M. le Professeur C. VITON
Ecole Supérieure du Professorat et de l'Education	Directeur : M. le Professeur A. MOUGNIOTTE
Institut de Science Financière et d'Assurances	Directeur : M. N. LEBOISNE

Résumé de la thèse :
Les optiques utilisées pour les expérimentations utilisant la lumière blanche ou des lasers, sont généralement traitées afin de fonctionnaliser optiquement la surface pour, par exemple accroître leur faculté à réfléchir la lumière ou au contraire à la transmettre. Ceci est fait au moyen de machines de dépôt sous vide dans lesquelles différentes techniques de dépôt peuvent être utilisées. Dans tous les cas, de la matière est envoyée sur la surface de l'optique à traiter : des couches minces de différents matériaux sont alternativement déposées à leur surface. Cette amélioration des fonctions optiques exploite l'interférence des rayons lumineux qui sont réfléchis ou transmis par ces couches minces. Mais pour que le traitement soit efficace, il est nécessaire que les épaisseurs de chaque couche déposées respectent un schéma défini à l'avance : le design optique, il s'agit du plan de l'empilement des couches à déposer et de leurs épaisseurs théoriques.
Différentes techniques de contrôle in situ de l'épaisseur des couches minces existent. L'une d'elles, le contrôle quartz, est une technique de contrôle largement répandue pour sa simplicité de mise en œuvre mais possède une précision limitée à seulement quelques pourcents. Le sujet de cette thèse porte sur le développement et l'installation dans une machine de dépôt, prévue pour de grandes optiques, d'un système de contrôle basé sur l'analyse spectrale d'une lumière réfléchie par l'optique en cours de dépôt. Il s'agit d'un contrôle optique large-bande, technique mise en place dans la grande machine de dépôt du laboratoire afin de remplacer le contrôle quartz.
Nous commencerons cette thèse par un aperçu des différentes techniques de dépôts utilisées au laboratoire puis des techniques de contrôle d'épaisseur les plus répandues dans le domaine des couches minces. Ensuite, nous continuerons sur le design et l'installation du système optique qui permet d'effectuer la mesure des couches en cours de dépôt. Enfin, nous monterons que les spécifications fixées sur les empilements de couches minces ont été atteintes avec précision et répétabilité.

Mots-clés : couches minces optiques, contrôle optique large-bande, contrôle d'épaisseur

---

Thesis abstract :
The optics that are generally used for the experiments using white light or lasers, have their surfaces usually treated in order to enhance their optical characteristics. This is done inside vacuum coating machines with different possible techniques. With all these techniques, some matter is deposited on the optical surface : several thin films of different materials are deposited in a stack. These improvements use the light interference properties of the beams that are reflected or transmitted by the thin films. But in order to make this effect the most efficient, it is necessary that the layer thicknesses respect an optical design : the layer stack and their theoretical thicknesses.
Different in-situ thickness monitoring techniques exist. One of them, the quartz crystal microbalance technique, is widely used for its simplicity but it only allows an accuracy of a few percent. The thesis topic was the development and the installation of a thickness monitoring, in a large coating chamber used for large optics coating, in order to replace th quartz microbalance monitoring. . This is a broadband optical system performing a spectral analysis of the reflected beam from the optic during the coating.
We will start this manuscript with a quick overviewof the deposition techniques available at the laboratory. Then, we will review the most widely used thickness monitoring methods in the domain of thin films. We will continue with the design and the installation of the optical system inside the coating chamber. Finally, we will show that the success criteria of the deposition tests were met with accuracy and repeatability.

Key words : thin film, broadband optical monitoring, thickness monitoring

Remerciements

C'est drôle comme la vie peut vous réserver des surprises : je n'aurai jamais imaginé arriver si loin dans mes études et faire ce que je fais actuellement. C'est comme vivre constamment dans un rêve et savoir que l'on ne va pas se réveiller...
Mais en dehors du travail que j'ai apporté à ces travaux qui seront expliqués plus loin, c'est toute une chaîne de personnes qui ont permis à ce que ce rêve devienne réalité.
Je tiens à remercier Renée Pignard, responsable administrative du laboratoire et directrice par intérim au moment où j'ai commencé ma thèse, qui a poussé pour que je puisse intégrer le laboratoire au plus tôt possible après mon stage de Master.
Je remercie aussi sincèrement Gianpietro Cagnoli, actuel directeur du laboratoire pour m'avoir accordé sa confiance et accepté d'être mon directeur de thèse. Je le remercie également de sa gentillesse et du fait que malgré qu'il n'ait que très peu de temps libre, qu'il ait toujours eu du temps à m'accorder pour mes interrogations et mes doutes.
Je remercie aussi le directeur de l'Ecole doctorale ED52 PHAST de Lyon, Christophe Dujardin (dont je ne suis plus très sur qui soit encore directeur au moment où j'écris ces lignes), pour m'avoir accordé sa confiance au tout début de ma thèse et qui accepté, le temps que Gianpietro devienne directeur, d'être mon directeur de thèse par intérim.
Je remercie mon mentor et j'oserais dire mon directeur de thèse officieux, la personne qui m'a suivi à la trace tout en me laissant toute liberté pour avancer, hésiter, réfléchir, trébucher, me relever et continuer. Cette personne, c'est Benoît Sassolas, Ingénieur de Recherche au laboratoire. J'ai perdu le compte du temps que nous avons passé à discuter (et du temps que tu as passé à relire mon manuscrit !) mais malgré la charge de travail qui pesait sur toi, tu as toujours été là pour mes doutes, mes questions, pour parler de mon travail, en débattre et m'aider à trouver le bon compromis. En plus de l'exercice que représente la thèse pour apprendre le métier de chercheur, par ta rigueur et ta méthode, tu m'as montré ce que signifiait réellement allier la recherche à la pratique. Au début de ma thèse, tu as accepté d'être mon encadrant et, je pense, que n'avais pas spécialement conscience de la dépense de temps que cela impliquerait. Je pense réellement que tu mérites de passer le HDR afin que d'autres étudiants aient la chance d'être guidés par toi. Tu es une des personnes les plus importantes qui m'ont permis d'aller jusqu'au bout du chemin et pour cela je te remercie profondément.
Je remercie Christophe Michel, Ingénieur de Recherche, chef du service process, qui s'occupe du Grand Coater, la plus grande machine de dépôt du laboratoire. Je remercie également son compère, Julien Teillon, technicien multi-tâches du laboratoire. Vous m'avez permis d'avoir du temps machine pour installer et régler mon système optique. Vous avez aussi toujours fait de votre mieux pour allier les impératifs de dépôts et mon besoin d'utiliser la machine pour faire avancer mes travaux. Et pour vos efforts, je vous remercie encore.
Je remercie ces messieurs du service informatique et électronique, Bernard Lagrange et Bertrand David, avec qui j'ai pas mal discuté pour créer et interfacer le programme de contrôle du système optique aux contrôles PC du Grand Coater. Je me rappellerai aussi de mes discussions informatique plus générales avec Bertrand, grand défenseur du logiciel libre !
Je remercie évidemment Laurent Balzarini, mécanicien, qui a sué abondamment pour réaliser les pièces mécaniques impossibles (*Comment ?! De l'Inox ? ? T'es sûr ?! Tu veux pas plutôt un bon vieux Dural ?*) du système optomécanique à l'intérieur du bâti de dépôt. A l'heure où j'écris ces quelques lignes, ce collègue ne se sent pas très bien. J'espère sincèrement que tu te remettra vite et que tu rejoindra tout le monde dans la bonne humeur du laboratoire.
Je remercie Eleonore Barthélémy-Mazot, Ingénieur de Recherche, avec qui je n'aurai pas beaucoup travaillé sur sa machine de dépôt (puisque tout les efforts ont été re-routés sur le Grand Coater) mais avec qui j'aurai ri énormément (*Mais c'est Léonard ?!*). Je

te remercie de ta bonne humeur permanente et de ton sens de l'humour merveilleux. Ta présence m'a permis de décompresser durant certains temps difficiles et pour cela je t'en remercie beaucoup.
Je remercie Nathalie Gibelin, nouvelle responsable administrative du laboratoire, qui par sa bonne humeur et sa gentillesse a su reprendre merveilleusement la succession de Madame Pignard et qui s'est battue comme une lionne contre Elis pour que j'ai droit, moi aussi, à des combinaisons de salle blanche convenables ! Et il y a aussi tous ceux que je n'ai pas cité au laboratoire, mais qui ont permis a ce que je réalise mes travaux de thèse dans les meilleures conditions possibles que ce soit par leur être ou par leurs actions. Je remercie donc, Laurent, Jérôme, Danièle, Massimo, Alex, Richard et Vincent.
Je vous souhaite à tous une très bonne continuation et ... restez comme vous êtes !
Mes pensées vont vers ma famille qui m'a supporté dans tous les sens du terme, quoique je fasse et qui a su me relever alors que j'étais tombé.
Mes derniers remerciements vont vers la personne la plus importante sur cette Terre : ma mère, qui s'est sacrifiée pour faire de moi l'homme que je suis aujourd'hui... merci.

Il est d'usage aussi avant de commencer à exposer son travail, de commencer par une sémantique latine, alors voilà la mienne qui je pense résume bien mes dernières années passées :

Caelum ac terras miscere ...

Table des matières

Introduction **9**
0.1 Introduction 9

1 Le contrôle du dépôt de couches minces optiques **13**
1.1 Les différents types de procédés de dépôt sous vide utilisés au laboratoire . 14
1.1.1 Le dépôt par évaporation assistée : IAD (Ion Assisted Deposition) . 14
1.1.2 Le dépôt par pulvérisation par faisceau d'ions : IBS (Ion Beam Sputtering) 18
1.2 Contrôle par microbalance à cristal de quartz 21
1.3 Le contrôle optique 28
1.3.1 Le contrôle visuel 28
1.3.2 Rappels concernant l'optique interférentielle dans les couches minces 29
1.3.3 Le contrôle monochromatique 31
1.3.4 Le contrôle large-bande 34
1.4 Les erreurs de dépôt avec le contrôle optique 39
1.5 Réoptimisation 42
1.5.1 Réoptimisation par fonction de mérite 43
1.5.2 Réoptimisation par contrôle de l'admittance optique de l'empilement 44

2 Installation optique et traitement du signal **53**
2.1 La machine de dépôt : le "Grand Coater" 54
2.2 Le montage optomécanique 58
2.2.1 Introduction aux contraintes d'espace 58
2.2.2 La rotation simple 60
2.2.3 La rotation planétaire 64
2.3 Le système optique 66
2.3.1 La fibre optique 66
2.3.2 Le montage optique 70
2.3.3 Des problèmes mécaniques 74
2.3.4 L'optimisation du système optique 82
2.4 La calibration 94
2.4.1 Le problème 94
2.4.2 La correspondance air/vide 98
2.4.3 La recherche de α' 101
2.4.4 La recherche de α'' 102
2.4.5 La dérive du flux lumineux au cours du temps 104
2.4.6 Domaines de validité de la calibration 111
2.5 Le capteur 114
2.5.1 Le signal sur bruit (S/B) 116
2.5.2 Le bruit de mesure 121
2.5.3 L'effet du bruit aléatoire sur le contrôle des dépôts 124
2.6 Le traitement du signal 128

2.6.1 L'algorithme de contrôle des dépôts 128
2.6.2 La mesure de l'indice de réfraction ex-situ 129
2.6.3 Le traitement des acquisitions 132
2.6.4 Le traitement du signal revu et corrigé 140
2.7 Conclusion du Chapitre 2 152

3 Résultats **155**
3.1 Dépôts tests : anti-reflets 156

Introduction

Sur les optiques de la vie de tous les jours aussi bien que celles utilisées dans le cadre d'expériences scientifiques, un traitement est généralement réalisé. Il s'agit de fonctionnaliser l'optique en lui donnant des propriétés spectrales en réflexion et/ou en transmission. Par exemple, pour les verres de lunettes, on réalisera un traitement anti-reflets qui diminue la lumière réfléchie afin de ne pas gêner la vue. Un autre traitement de surface consistera à rendre plus résistant le verre aux rayures. Dans un autre registre, comme en astronomie, il est parfois nécessaire d'observer certaines sources lumineuses dans certaines bandes de longueurs d'onde. Pour cela on traite les optiques de manière à ce qu'elles sélectionnent certaines longueurs d'onde et bloquent les autres : il s'agit là de filtres. De multiples autres fonctions optiques existent et leurs applications sont très nombreuses dans tous les domaines.
Ces traitements consistent en un dépôt d'un ou de plusieurs matériaux à la surface de la pièce à traiter. Ceux-ci sont déposés en couches minces de quelques nanomètres à quelques centaines de micromètres d'épaisseur. Ces empilements peuvent aller de la simple couche déposée (résistance à l'environnement, tribologie [1]) à des empilements de nombreuses couches non quart-d'onde [2], [3] donnant accès à des propriétés optiques complexes (ce sont les fonctions optiques qui nous intéressent ici). Ces traitements peuvent être réalisés de multiples manières en faisant appel à diverses technologies de dépôt. Certaines sont des dépôts dits physiques qui projettent de la matière sous forme d'un nuage atomique qui vient s'agglomérer et former une couche mince sur la surface à traiter. D'autres sont des procédés chimiques, qui utilisent la réaction entre divers éléments afin de faire croitre la couche de matière désirée à la surface de l'optique.

Ces différentes fonctions optiques sont créées en exploitant l'effet d'interférence entre les rayons lumineux réfléchis ou transmis par chaque couche constituant l'empilement. Ainsi, en obtenant par exemple des rayons réfléchis en phase, il est possible de maximiser la réflectivité (par exemple, le miroir de Bragg). Les propriétés optiques sont alors directement liées à l'empilement des matériaux et à l'épaisseur de chaque couche : le design de l'empilement. Le dépôt doit être alors contrôlé pour déterminer l'instant précis où arrêter la croissance d'une couche à l'épaisseur prédite dans le design. Pour ce faire, diverses techniques de contrôle in-situ de l'épaisseur des couches existent. La plus couramment utilisée et la plus simple à mettre en œuvre est certainement le contrôle par microbalance à lame

de quartz. Il s'agit d'une lame de quartz mise en oscillation et placée à l'intérieur du bâti de dépôt. Lorsque la matière se dépose sur la lame, la fréquence d'oscillation de celle-ci se modifie permettant par un calcul de savoir quelle quantité de matière s'est déposée et donc quelle est l'épaisseur de la couche. Il s'agit de la méthode que le Laboratoire des Matériaux Avancés (LMA) a choisie et utilisée de nombreuses années, la majorité du temps avec succès mais certaines fois, cette technique de contrôle a été mise en échec.
La machine de dépôt [4] qui a servi dans le cadre de cette thèse a été conçue pour la première génération de l'interféromètre gravitationnel Virgo en Italie [5], [6]. Cette machine a aussi servi pour les générations suivantes de Virgo et récemment pour les interféromètres Advanced LIGO aux Etats-Unis [7], [8] en réalisant la plupart des optiques principales des cavités Fabry-Perot mais aussi des optiques de recyclage. Les optiques habituellement traitées ont des dimensions et des caractéristiques uniques : un verre extrêmement homogène, très pur, des surfaces polies au nanomètre près, faisant plus de 30 cm de diamètre pour une épaisseur moyenne de 20 cm. Ces optiques étant très précieuses il a fallu s'assurer que le dépôt se passe bien et que l'empilement adéquat est déposé. Connaissant les erreurs inhérentes à l'utilisation d'un contrôle quartz, il a fallu adapter le design de l'empilement à déposer afin que celui-ci soit robuste aux erreurs de dépôt.
On admet communément que le contrôle par quartz a une précision de l'ordre de quelques pourcents sur le contrôle de la valeur d'épaisseur d'une couche. Au laboratoire, une technique de calibration des quartz a été mise en place qui garantit une précision de l'ordre du pourcent sur l'épaisseur de couches déposées. Ce n'est pas tant la valeur de la précision du contrôle quartz qui est en cause mais surtout la nature des erreurs commises par celui-ci. En effet, les erreurs faites sur les épaisseurs des couches déposées sont de nature aléatoire. Comme on le verra dans ce manuscrit, cet aspect aléatoire des erreurs est un des facteurs déterminants dans la réussite ou non des dépôts d'empilements de couches minces. Malgré le soin apporté à l'étude des designs d'empilement à réaliser (haute réflectivité ou anti-reflets) sur les optiques de Virgo et de LIGO, nombre d'entre eux n'ont pas donné les résultats escomptés et il a fallu réaliser une correction des dépôts afin d'arriver aux spécifications demandées. Cette correction [9] consistait à ajouter une ou deux couches supplémentaires sur l'empilement existant afin d'en modifier les propriétés optiques de manière à arriver à la valeur de la réflexion ou de la transmission attendue au début (par exemple pour les anti-reflets, une réflexion inférieure à 100 ppm à 1064 nm était attendue). Bien que cette technique de correction fût couronnée de succès, il reste préférable d'atteindre l'objectif fixé lors du dépôt initial de l'empilement. Pour cela, deux voies d'amélioration sont possibles : la première consiste à trouver un design d'empilement plus robuste aux erreurs intrinsèques du contrôle quartz mais cela peut prendre du temps et il n'est même pas sûr, suivant les spécifications demandées, d'arriver à une solution viable. La deuxième voie consiste à améliorer le contrôle des dépôts.
Compte tenu des limitations imposées par le contrôle quartz, le laboratoire a décidé d'étudier et d'installer un nouveau type de contrôle d'épaisseur dans la grande machine de

dépôt par pulvérisation par faisceau d'ions afin d'améliorer sa capacité à pouvoir traiter une optique (de grandes dimensions dans ce cas) avec précision et de manière répétable. Il s'agit du contrôle optique large-bande [10], [11], [12], [13]. Ce type de contrôle utilise les caractéristiques spectrales de l'empilement (avec son substrat) en cours de dépôt afin de déterminer précisément le moment où arrêter le dépôt des couches. Il a l'avantage d'être direct car on peut sans dommages envoyer de la lumière sur l'optique à traiter et la récupérer afin d'en tirer des informations intéressantes sur la couche en croissance : épaisseur, indice, etc... Mais aussi, cette technique de contrôle "voit" l'ensemble de ce qui s'est déposé au cours d'un dépôt et grâce à l'historique des couches précédemment réalisées, les erreurs de dépôt sur l'épaisseur de la couche à venir peuvent être compensées en temps réel. Comme on le verra, cette technique de contrôle présente de nombreux avantages par rapport au quartz et permet de déposer des empilements performants et de manière répétable.
La taille de cette machine permet de traiter deux de ces optiques de grandes dimensions à la fois. Ceci est un grand avantage pour les cavités des interféromètres car cela permet d'avoir des optiques aux caractéristiques jumelles en terme de transmission, de réflexion et d'uniformité de dépôt. Par ailleurs, l'amélioration des performances des interféromètres va nécessiter des optiques de plus en plus grandes, qui ne pourront plus être traitées deux par deux. Le contrôle optique, par sa répétabilité, pourra de nouveau appairer les optiques traitées dans deux "runs" distincts en déposant le même empilement sur les deux optiques.

Ce manuscrit débutera dans le premier chapitre par une rapide présentation des différentes techniques de dépôt utilisées au laboratoire et une introduction aux différentes techniques de contrôle d'épaisseur qui existent. Le deuxième chapitre se focalisera sur le design et l'installation du système optique dans la machine de dépôt ainsi que sur l'algorithme de contrôle utilisé dans la partie informatique du montage. Y sera présenté aussi, du fait des contraintes mécaniques, une nouvelle procédure de calibration peu commune des mesures spectrales pour les calculs de l'algorithme d'arrêt. Enfin, dans le troisième chapitre, nous conclurons sur les résultats obtenus avec ce contrôle optique montrant par là son efficacité.

Chapitre 1

Le contrôle du dépôt de couches minces optiques

1.1 Les différents types de procédés de dépôt sous vide utilisés au laboratoire

Dans le cadre des activités de recherche sur les couches minces optiques réalisées au Laboratoire des Matériaux Avancés (LMA), différentes technologies de dépôt sous vide sont utilisées afin de produire les traitements de surface désirés. Ces différentes techniques de dépôt se distinguent par la manière dont on envoie la matière sur le substrat à déposer, les énergies des matériaux évaporés ou pulvérisés, les performances moyennes finales des empilements de couches minces optiques obtenues à la fin d'un dépôt, le coût de fonctionnement de la machine associée et donc in-fine le coût d'un empilement réalisé dans cette machine. Sont aussi importants, les facteurs de stabilité et de reproductibilité d'un dépôt : les dépôts peuvent être très longs (plusieurs dizaines d'heures), les processus de dépôt et de contrôle se doivent d'être stables dans la durée. Enfin, les dépôts réalisés dans les machines sous vide au laboratoire ont fait l'objet d'une étude minutieuse et sont entourés d'une procédure de calibration préalable au dépôt afin de garantir une justesse des mesures.

Dans cette partie seront présentés succinctement les différents types de dépôt disponibles au laboratoire et une comparaison en sera faite afin de donner une idée des avantages et des inconvénients à l'utilisation de chaque technique.

1.1.1 Le dépôt par évaporation assistée : IAD (Ion Assisted Deposition)

Cette technique de dépôt de couches minces optiques est aujourd'hui la plus utilisée et la plus standardisée lorsque l'on veut déposer des empilements optiques à la surface de substrats. Cette technologie, depuis longtemps éprouvée, peut utiliser une très grande variété de matériaux afin de couvrir tous les besoins optiques dans différents domaines : aussi bien des matériaux métalliques comme l'argent, l'or, l'aluminium, etc... que des matériaux diélectriques tels que les oxydes métalliques ou d'autres composés afin de créer des éléments aux réponses optiques très variées (des miroirs, des filtres de couleur, des anti reflets, etc.).

Le principe de cette technique de dépôt est le suivant : dans une enceinte mise sous vide (typiquement, une mise sous vide jusqu'à 10^{-6} mbar et une pression de travail se situant aux alentours de 10^{-4} mbar) on chauffe le matériau que l'on souhaite évaporer et déposer à la surface d'une pièce optique à traiter. Plusieurs manières d'évaporer existent et parmi elles, deux sont utilisées dans le bâti présent au laboratoire, toutes deux sont du type "évaporation thermique" : le chauffage par canon à électrons ou par effet Joule.
Le chauffage par canon à électrons consiste à créer un faisceau d'électrons mono-énergétiques que l'on focalise sur la surface du matériau à évaporer (Figure 1.1). Ces électrons énergétiques viennent chauffer le matériau qui s'évapore en un nuage qui va se condenser à

la surface du substrat placé en face du creuset et former une couche mince au cours du temps. La deuxième technique, l'effet Joule, est certainement la plus simple à mettre en œuvre : un filament mis sous tension ou un courant électrique traversant le creuset élève la température de ce dernier. La matière contenue dans le creuset fusionne alors et s'évapore. Le creuset est généralement installé à la base de l'enceinte de la machine, face au substrat que l'on souhaite traiter.

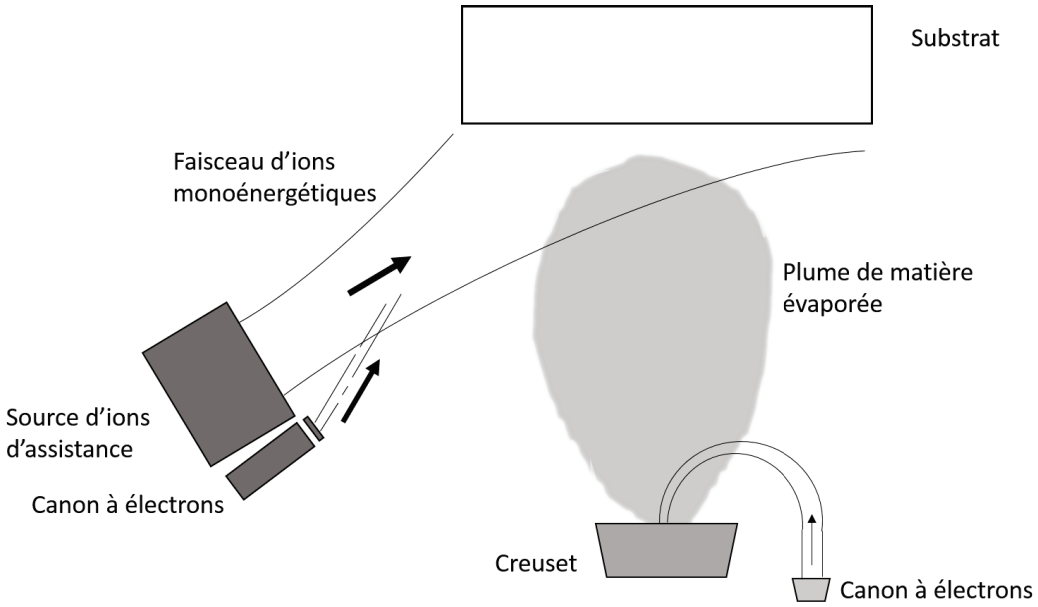


FIGURE 1.1 – Schéma simplifié de l'intérieur d'un bâti d'évaporation avec source d'assistance.

La forme du nuage et l'énergie cinétique des constituants du gaz dépendent des paramètres de la source électronique (énergie des électrons appliqués et formes du faisceau électronique, c'est-à-dire taille et forme de la zone d'interaction des électrons à la surface du matériau à évaporer) ou de la puissance de chauffage du creuset. Suivant les paramètres appliqués à la source électronique ou à la puissance du chauffage du creuset, on peut avoir une évaporation plus ou moins rapide du matériau dans le creuset ainsi qu'un cône de matière évaporée plus ou moins évasé dans l'espace séparant le creuset de la surface du substrat à traiter. Ceci conditionne donc deux grandeurs importantes lors du dépôt : la première est la vitesse d'évaporation du matériau et *in-fine* la vitesse de dépôt à chaque point de la surface du substrat (la vitesse à laquelle le matériau se condense à la surface du substrat). La deuxième grandeur est l'uniformité en épaisseur du dépôt réalisé soit la quantité de matière déposée en chaque point du plan de dépôt (surface du substrat).
Suivant la vitesse d'évaporation du matériau, la forme du nuage du matériau évaporé se modifie, dans le cas de fortes vitesses d'évaporation, suivant cette fonction [14] (on suppose la surface du substrat parallèle à la source d'évaporation) :

$$g(\theta) = \frac{n+1}{2\pi} cos^n(\theta) \tag{1.1}$$

Où g est la fonction de distribution spatiale de la matière dans l'enceinte à partir du point d'évaporation de la matière du creuset, n est un nombre dépendant de la vitesse d'évaporation du matériau du creuset (plus la vitesse d'évaporation est grande, plus n est grand) et θ est l'angle par rapport à la normale de la surface du matériau à évaporer (Figure 1.2). Plus la vitesse d'évaporation est rapide, plus il se produit une pseudo-focalisation du nuage de matière centré sur la normale au creuset au point d'impact du faisceau d'électrons.

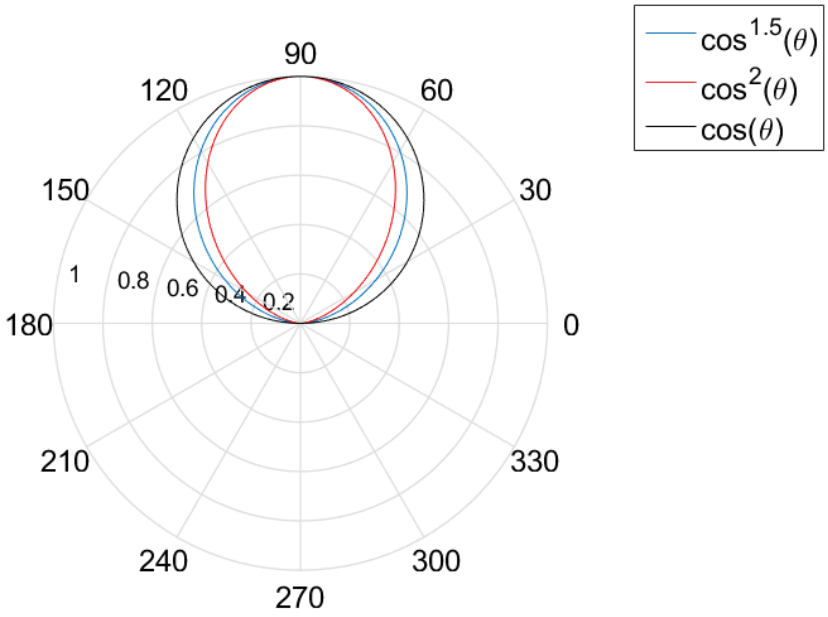


FIGURE 1.2 – Distribution polaire normalisée dont le point d'évaporation de la matière dans le creuset se situe au point (0,0). Les puissances de cosinus plus élevées indiquent une vitesse d'évaporation plus rapide. La courbe en puissance de 1 montre le cas d'une vitesse de dépôt faible, il s'agit de la répartition spatiale de la Loi de Knudsen ([14], page 29).

Le substrat est généralement mis en rotation dans l'enceinte à vide (une rotation simple, c'est-à-dire autour d'un axe principal ou une rotation planétaire avec un axe principal autour duquel orbite le substrat tournant sur lui-même sur un axe secondaire) afin d'améliorer l'uniformité de l'épaisseur de matière déposée à sa surface.
Une autre difficulté de cette technique de dépôt, vient du fait que de manière naturelle la structure de la couche mince qui se crée lors du dépôt a une structure microscopique en forme de colonnes. Ce type de structure crée des espaces entre les colonnes de matière formant ainsi une couche intrinsèquement poreuse qui une fois remise à l'air après la fin du dépôt, va se remplir d'eau (humidité ambiante) et contaminants (type hydrocarbures

présents dans l'atmosphère) et ainsi changer les propriétés optiques du dépôt réalisé. La mise en rotation du substrat permet également d'atténuer la formation de cette structure du matériau qui dégraderait de manière évidente ses propriétés optiques.

Afin d'éviter ce type de structures microscopiques, on va utiliser lors du dépôt une source d'ions appelée "source d'assistance" dirigée vers la surface du substrat et dont le rôle sera de densifier les couches de matière. Le principe est le suivant : la source d'assistance va créer un faisceau d'ions mono-énergétiques en direction du substrat. L'énergie de ces ions est de l'ordre de la centaine d'électron-volts, suffisamment énergétiques afin de densifier [1] la matière à la surface du substrat mais sans la re-pulvériser. Le type de gaz (et donc sa masse atomique) et la tension appliquée pour l'accélération des ions, sont soigneusement choisis en fonction du type de dépôt à réaliser. Car le rapport entre la masse atomique des constituants du faisceau d'ions et celle du matériau déposé à la surface du substrat, ainsi que l'énergie incidente des ions à la surface de la couche en cours de dépôt vont déterminer l'efficacité de la densification des couches minces déposées.

Il est également possible de jouer sur la nature des ions constituant le faisceau d'assistance car si l'on choisit des gaz réactifs tels que l'oxygène ou si l'on ionise de l'azote, il est possible en même temps que de densifier les couches minces, d'améliorer la réaction d'oxydation (ou de nitruration) de la matière évaporée. Grâce à l'état ionisé du nuage envoyé depuis la source d'assistance, celui-ci réagit bien mieux avec la matière évaporée qu'un simple gaz d'atomes neutres ne le ferait.

La matière ainsi rendue plus dense, aura un indice de réfraction plus important et permettra d'obtenir des empilements de couches minces optiques de meilleure qualité, avec une quantité de matière moins importante que si l'indice de réfraction était plus faible (c'est le cas pour les empilements de couches quart-d'onde). La stabilité de leurs performances optiques dans le temps est aussi améliorée. En effet, si l'empilement est constitué de couches denses qui n'absorbent pas (ou que peu) de polluants au cours de leur vie, celles-ci ne verront pas leur densité changer au cours du temps et donc leur indice et leur absorption varier. L'empilement ne verra donc pas ses caractéristiques spectrales se dégrader avec le temps ou alors très lentement.

Cette technique de dépôt est facilement sujette aux problèmes d'inhomogénéité des couches dans leur épaisseur, un état de surface qui peut considérablement varier suivant les paramètres du dépôt [15] (perte de lumière par diffusion, etc...) Qui plus est, sur des substrats de grande taille (ayant typiquement un diamètre supérieur à 5 ou 10 cm), ces problèmes d'uniformité d'épaisseur et d'indice en chaque point de la surface du substrat apparaissent inéluctablement. Néanmoins, l'uniformité de dépôt peut être travaillée en utilisant des masques situés entre la source de matière et le plan de dépôt qui viendront égaliser la quantité de matière qui se dépose en chaque point du substrat. Il est donc nécessaire de réaliser des études approfondies sur le fonctionnement de l'évaporation dans la configuration du bâti de dépôt choisie avant de réaliser l'empilement de couches minces.

1. On "casse" la structure de la couche en cours de croissance pour la réorganiser de sorte à obtenir une couche plus dense.

1.1.2 Le dépôt par pulvérisation par faisceau d'ions : IBS (Ion Beam Sputtering)

Tout comme la technique d'évaporation sous vide, la pulvérisation par faisceau d'ions permet de déposer un large éventail de matériaux à la surface d'un substrat. Des matériaux métalliques aussi bien que diélectriques peuvent être pulvérisés afin de former des couches minces optiques à la surface d'un substrat en rotation ou non dans une chambre sous vide. Typiquement le vide créé dans une chambre IBS, est un vide un peu plus poussé que celui utilisé lors d'une évaporation, car généralement on souhaite utiliser la technique IBS afin de réaliser des couches minces aux meilleures qualités optiques que celles déposées par évaporation (meilleure absorption, diffusion, homogénéité, etc.). Les niveaux de vide mis en jeu lors d'un dépôt IBS sont typiquement de l'ordre du vide secondaire (10^{-7} / 10^{-8} mbar) proches de l'ultra vide et ce afin de garantir un niveau de défaut à la surface du substrat (poussières, polluants) minimal. Ces défauts pourraient venir détériorer les performances finales de l'empilement de couches minces. La pression de travail quant à elle, s'effectue aux alentours de quelques 10^{-4} mbar.

Le principe de la technique de dépôt IBS est le suivant : une source d'ions (chambre dans laquelle on vient créer un plasma d'un gaz par excitation de ses constituants afin de créer des ions qui seront accélérés au travers de grilles soumises à différents potentiels électriques en un faisceau mono énergétique) envoie un faisceau d'ions (généralement de l'argon, mais cela peut être différent suivant le matériau que l'on veut pulvériser) qui va venir percuter la cible faite du matériau que l'on souhaite déposer à la surface du substrat (la "cible" désigne une plaque faite du matériau que l'on souhaite pulvériser) (Figure 1.3). Ces ions ont une énergie cinétique assez importante, de l'ordre du keV [2], énergie suffisante pour venir "mécaniquement" expulser la matière de la cible par une cascade de collisions à l'intérieur de la matière de la cible (Figure 1.4).
La matière expulsée forme un nuage au-dessus de la cible suivant un angle préférentiel par rapport à l'angle d'incidence des ions à la surface de cette cible. La plume de matière pulvérisée s'étend alors dans la chambre sous vide en direction du substrat en rotation et fait croître une couche à sa surface. Suivant les paramètres de source (angle d'incidence des ions à la surface de la cible, énergie cinétique des ions, fluence) la vitesse de pulvérisation, c'est-à-dire la quantité de matière pulvérisée de la cible par unité de temps, et donc son corollaire, la vitesse de dépôt peut être plus ou moins rapide.

2. Leur énergie est qualifiée d'"assez importante" pour les standards des énergies mises en œuvre dans les dépôts de type PVD. Il est évident que ces énergies ne sont en rien comparable à celles, par exemple, mises en œuvre dans un accélérateur de particules où celles-ci ont des énergies cinétiques de l'ordre du MeV (accélérateurs linéaires) au TeV (type LHC : Large Hadron Collider), le but étant ici de simplement pulvériser la matière en un régime continu et stable.

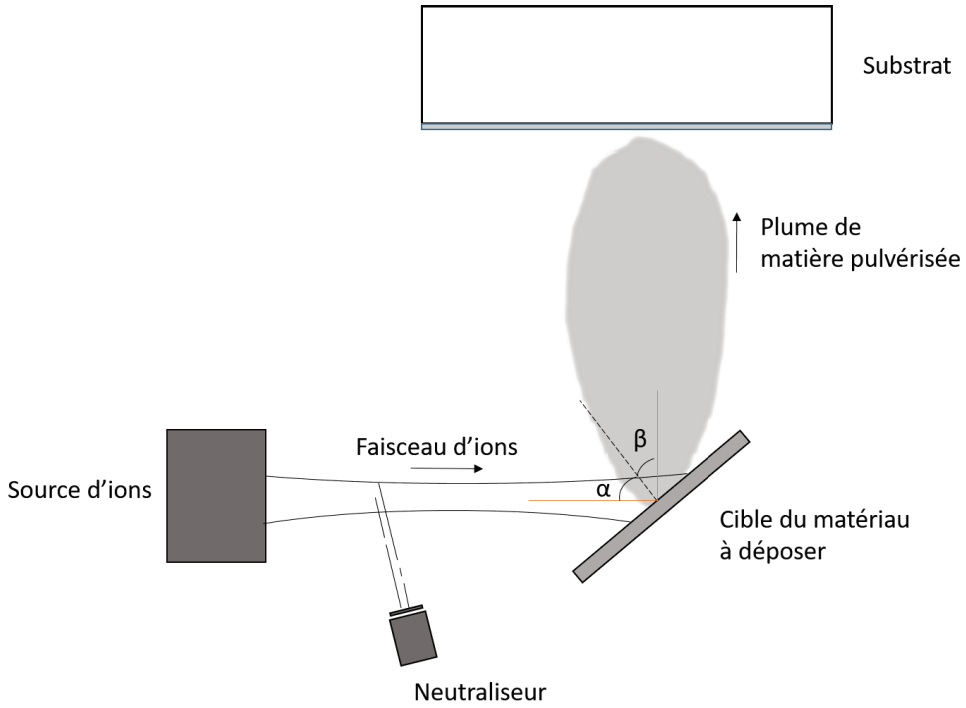


FIGURE 1.3 – Schéma simplifié du fonctionnement d'un dépôt par pulvérisation par faisceau d'ions (IBS). Le neutraliseur est un petit canon à électrons qui sert à globalement neutraliser la charge électrique du faisceau d'ions afin d'éviter une accumulation de charges à la surface de la cible du matériau à pulvériser. Il sert aussi à prévenir la divergence du faisceau d'ions. Le petit trait pointillé à la surface de la cible est la normale à la surface de la cible. Les angles α et β, représentent respectivement : l'angle d'incidence à la normale de la cible du faisceau d'ions, et l'angle de pulvérisation de la plume par rapport à la normale de la cible.

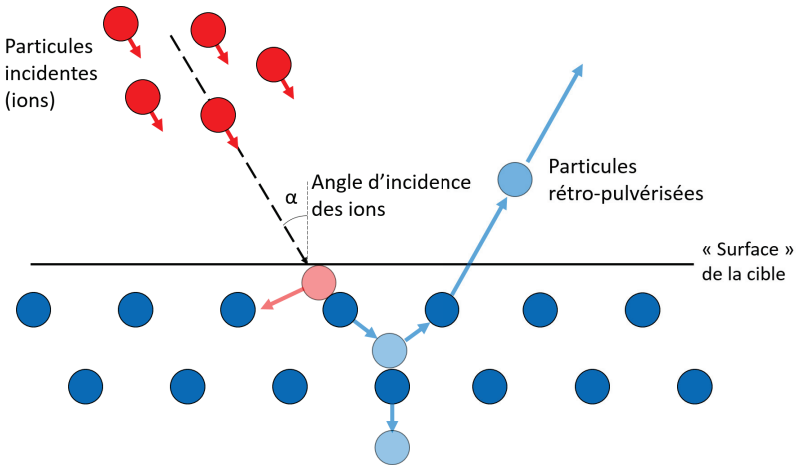


FIGURE 1.4 – Schéma simplifié du phénomène de collisions en cascade dans le matériau de la cible dû à l'incidence de particules énergétiques provenant de la source d'ions. Les flèches indiquent les trajectoires des différentes particules. Les particules à la couleur pâle montrent la nouvelle position d'une particule après collision.

Typiquement la vitesse de dépôt lors d'un procédé de dépôt IBS s'échelonne de quelques

angströms (voir quelques fractions d'angströms) au nanomètre par seconde, tandis que lors d'un dépôt par évaporation on peut atteindre des vitesses de plusieurs nanomètres par seconde. Ces vitesses de dépôt influencent énormément la structure de la couche mince déposée à la surface du substrat. Dans le cas de l'IBS, les couches formées sont très denses dû à la faible vitesse de dépôt de matière et de l'énergie importante des particules de matière pulvérisée (de l'ordre de quelques dizaines d'électron-volts). Ceci est associé à un chauffage du substrat lors du dépôt qui permet une réorganisation efficace de la matière à sa surface. Les couches minces obtenues sont aussi très homogènes dans leur épaisseur, et gardent un indice de réfraction constant au cours du dépôt.
L'un des inconvénients de cette technique est la contrainte présente dans les empilements. Les atomes énergétiques [3] arrivant à la surface du substrat créent une couche dense mais soumise à un stress [16] en partie dû à cette densité. La couche dense déposée cherche à se relaxer en essayant d'adopter un volume d'espace plus grand que celui dans lequel elle est. Elle imprime alors une déformation au substrat qui se situe en-dessous mais qui n'a pas la même plasticité : celui-ci ne se déforme pas suffisamment. Ce différentiel de force tend à créer une tension qui peut se relâcher en délamination du traitement effectué.
Il y aurait certainement beaucoup plus à dire sur ces techniques de dépôt de couches minces optiques étant donné que le développement et l'amélioration de ces techniques (existantes et nouvelles) est toujours aujourd'hui un sujet majeur dans la communauté des couches minces. Mais la partie précédemment exposée n'était simplement qu'une petite introduction aux possibilités de dépôt de couches minces disponibles au laboratoire. Là aussi, il y aurait certainement beaucoup de choses à dire étant donné que les machines de dépôt sous vide du laboratoire ont subi de nombreuses modifications afin de suivre les innovations constantes créées par la recherche de performances optiques de plus en plus pointues.
Il est un autre critère, très important lui aussi, qui contribue nettement à l'amélioration des performances des dépôts de couches minces. Il s'agit du contrôle d'épaisseur en cours de dépôt. D'un côté, il est très important que les caractéristiques physiques des matériaux utilisés pour la fabrication des couches minces soient soigneusement étudiées dans le cadre d'un procédé de dépôt. De l'autre, il est tout aussi important que les couches minces que l'on a choisi de déposer aient des épaisseurs qui soient le plus parfaitement contrôlées.

Pour continuer dans ce chapitre, différentes techniques de contrôle de dépôt des couches minces seront présentées. Les avantages et les inconvénients des divers types de contrôle seront esquissés et poseront les bases de la compréhension du contrôle optique qui a été développé durant ces travaux de thèse.

3. Typiquement de l'ordre de la dizaine d'eV lors des dépôts réalisés au laboratoire à comparer à des particules à l'énergie thermique dont la valeur se situe à quelques fractions d'eV.

1.2 Contrôle par microbalance à cristal de quartz

Le cristal de quartz est un matériau piézoélectrique, c'est-à-dire qu'il se polarise électriquement lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique (et inversement se déforme si il est soumis à un champ électrique). Cette propriété intrinsèque permet, entre autres utilisations possibles, d'utiliser le quartz comme une balance de précision.

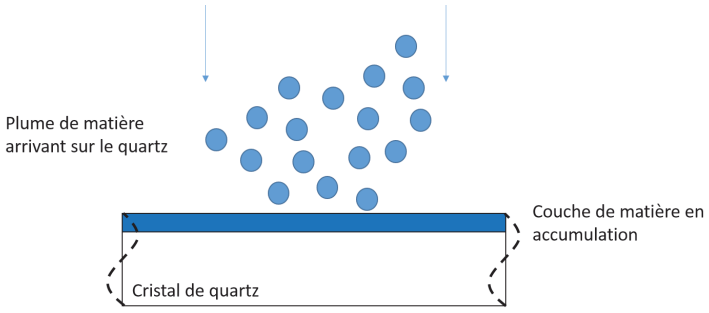


FIGURE 1.5 – Lame de quartz oscillante (mode transverse) sur laquelle se dépose de la matière constituant les couches minces optiques.

La microbalance consiste en un cristal de quartz ayant été découpé en une fine lamelle suivant un angle très précis dans sa masse en respectant son arrangement cristallographique, de manière à ce que, lors de son excitation par un courant électrique, seuls les modes de vibration transverses soient excités (Figure 1.5). Généralement le cristal de quartz est excité dans une fréquence non loin de celle de sa résonance.
Le cristal de quartz est placé près de la surface du substrat qui doit être traité. Lors du dépôt, la matière qui se dépose sur le quartz fait diminuer sa fréquence d'oscillation. Le quartz étant relié à une électronique de lecture de cette fréquence, il est possible à tout moment, en utilisant l'équation de Sauerbrey [17] (article en Allemand, voir sinon [18]) de faire le lien entre le changement de fréquence lu et la masse de la matière qui s'est déposée à la surface du quartz :

$$\frac{M_f}{M_q} = \frac{\Delta F}{F_q} \tag{1.2}$$

Où :

- M_f est la masse de matériau déposé à la surface du quartz.
- M_q est la masse du quartz sans dépôt à sa surface.
- ΔF est la variation de la fréquence de résonance du quartz avec $\Delta F = F_q - F_c$ où F_q est la fréquence de résonance du quartz sans dépôt et F_c la fréquence de résonance du quartz avec dépôt.

Cette formule décrit de manière simple la relation entre la quantité de matière déposée et la fréquence d'oscillation lue par l'électronique d'acquisition. Mais la validité de cette formule

n'est vraie que sur la plage de fréquences allant de F_q [18], la fréquence d'oscillation du quartz sans coating (la fréquence d'origine) à environ $0,98F_q$. Soit une plage d'utilisation assez restreinte (2 % de glissement de fréquence autorisé) si l'on prend en compte la quantité de matière qui peut se déposer au cours du dépôt d'un empilement (de quelques centaines de nanomètres à plus d'une dizaine de micromètres).
L'avancée des connaissances sur le comportement du quartz a permis de décrire de manière plus fine le comportement de la fréquence d'oscillation de la lame de quartz durant le dépôt (formule du Z-Match) [19] :

$$T_f = \left(\frac{N_{AT} d_q}{\pi d_f F_c Z}\right) . \arctan\left(Z . \tan \frac{\pi(F_q - F_c)}{F_q}\right) \tag{1.3}$$

Où :

- T_f est l'épaisseur du film (cm)
- N_{AT} est la constante de fréquence de la coupe AT de quartz (166100 Hz.cm)
- d_f est la densité du film de matière ($g.cm^{-3}$)
- d_q est la densité du quartz (2.649 $g.cm^{-3}$)
- Z est le ratio d'impédance acoustique du cristal ($= (\frac{d_q uq}{d_f u_f})^{\frac{1}{2}}$ avec u_q et u_f les modules transverses du quartz et du film) [4]
- F_q est la fréquence du cristal de quartz sans coating (Hz)
- F_c est la fréquence du cristal de quartz avec coating à l'instant t (Hz)

Cette équation provient d'une analogie entre le système représenté par le quartz avec la masse de matière qui est déposée dessus en couches successives et un circuit électrique où à chaque instant on mesure l'impédance du circuit [19].
L'oscillation du cristal de quartz étant un système mécanique, celui-ci est soumis à son environnement. Tout changement dans celui-ci, entraîne une modification sur la fréquence d'oscillation du cristal : une température fluctuante, une charge trop importante de matière, une coupe plus ou moins précise dans le plan cristallographique du quartz, etc. Ce changement de fréquence d'oscillation du cristal de quartz est alors interprété à tort par l'électronique comme un dépôt de matière (ou de la matière qui s'enlève, suivant le sens de l'évolution de la fréquence du quartz).
Ces changements impliquent alors une incertitude quant à l'épaisseur de matière qui a été déposée à un instant t ce qui signifie que le point de terminaison de la couche sera incertain. Le contrôle d'un dépôt par cristal de quartz tel qu'utilisé au laboratoire a une précision de l'ordre du pour cent de l'épaisseur de la couche mince déposée.
Il est également important de noter que les erreurs sur les épaisseurs des couches d'un

4. Il est possible, au même titre que les densités des couches, de réaliser des mesures de ces grandeurs. Mais de manière générale, ces données sont prises dans des tables fournies par le constructeur du système de quartz.

empilement dont le dépôt a été contrôlé par cristal de quartz sont indépendantes les unes des autres (voir la section 1.4 un peu plus loin dans le manuscrit).

Dans la pratique, on place la tête contenant la lame de quartz le plus près possible de la surface du substrat à traiter dans la machine de dépôt. Puis on réalise un dépôt de calibration pour chaque type de matériau que l'on souhaite déposer dans l'empilement. Ce dépôt peut consister en une monocouche dont l'épaisseur est fixée à l'avance et ce sur un substrat témoin. Une fois le dépôt terminé, on recueille la valeur finale de l'épaisseur retournée par le contrôleur du quartz et on réalise une caractérisation ex-situ, spectrophotométrique en transmission de l'échantillon déposé lors du run test. On utilise alors une technique utilisant les enveloppes du spectre mesuré afin de déterminer l'épaisseur de matière qui a été déposée à la surface du substrat témoin. À ce moment deux choix s'offrent à l'opérateur : celui-ci peut calculer le ratio entre l'épaisseur donnée par le calcul et l'épaisseur qui a été retournée par le contrôleur du quartz et en tirer ce que l'on appelle le "tooling" (ratio entre ce qui s'est déposé sur le substrat et sur la lame de quartz) et donc régler ce paramètre dans la configuration du contrôleur quartz. Le deuxième choix est de laisser le paramètre de tooling à 100 % mais de changer les valeurs des épaisseurs de consigne [5] pour chaque couche de l'empilement à réaliser.

La microbalance à quartz : un système soumis à son environnement

Lorsqu'on utilise une lame de quartz comme balance dans un bâti afin de contrôler la quantité de matière qui se dépose à chaque instant, il faut faire attention à divers paramètres environnementaux qui peuvent agir sur la réponse de celle-ci. On évacue ici les problèmes de "tooling" qui ne concernent pas la discussion, on se concentre plutôt sur les aspects plus physiques du système.
Le système oscillant représenté par la lame de quartz peut être perturbé par des facteurs extérieurs à celui-ci, et c'est le but : la matière pulvérisée vient s'accrocher à la surface de la lame vibrante, changeant ainsi sa fréquence d'oscillation et permettant ainsi d'interpréter cette perturbation comme un épaississement de la couche de matière à la surface de la lame de quartz.
D'autres facteurs extérieurs peuvent modifier cette fréquence d'oscillation et ainsi créer l'illusion d'un dépôt de matière à la surface du système (ou plutôt, donner une valeur erronée de la quantité de matière qui s'est déposée). Parmi ces facteurs environnementaux, on peut citer (et c'est ce qui va principalement nous intéresser ici) la température de la lame de quartz.
Dans un bâti de dépôt, il n'est pas rare de trouver un dispositif de chauffage constitué d'une ou de plusieurs lampes infrarouges afin de chauffer par rayonnement le substrat que l'on désire traiter. La principale raison de ce chauffage est d'améliorer la mobilité des

5. La consigne est la valeur d'épaisseur, enregistrée dans le contrôleur de la balance, à laquelle le dépôt d'une couche mince doit s'arrêter.

atomes à la surface du substrat afin d'obtenir une couche plus homogène et aux meilleures qualités optiques.
La tête de quartz est généralement placée le plus près possible de la surface du substrat afin de n'avoir qu'une différence minime entre la quantité de matière qui se dépose sur les deux systèmes. Ce faisant, la lame de quartz reçoit, au même titre que le substrat, une certaine quantité de rayonnement infrarouge (IR) qui va élever sa température. Les systèmes de têtes à quartz sont pourvus d'un réseau de refroidissement liquide qui empêche toute élévation trop importante de la température qui pourrait rendre inopérant le système de mesure. Un équilibre de la température se fait entre d'un côté, la quantité de rayonnement reçue, (que l'on peut estimer comme constante étant donnée que la géométrie des éléments est fixe et que la lampe est régulée afin de délivrer toujours la même quantité de chaleur à chaque instant du dépôt) et de l'autre côté, le refroidissement induit par la circulation d'un liquide à l'arrière de la tête à quartz (à flux constant dans les tuyaux), qui tend, par échange thermique, à évacuer la chaleur qui s'accumule dans la tête à quartz.
Lorsque l'équilibre thermique est atteint, il n'y a aucun effet de la chaleur sur la fréquence d'oscillation du quartz, mais lorsque cette température vient à varier, la fréquence d'oscillation du quartz en est affectée. Ce problème (qui peut ne pas en être un, suivant la géométrie du bâti) a affecté le contrôle des dépôts de certaines machines du laboratoire.

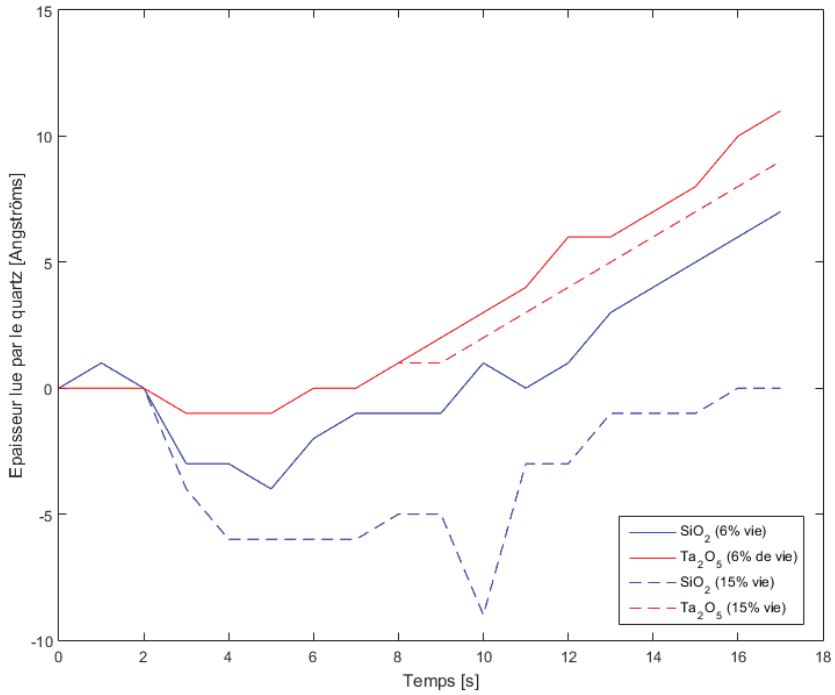


FIGURE 1.6 – Graphique montrant l'évolution de l'épaisseur de matière se déposant à la surface de la lame de quartz au début de deux dépôts distincts. Les graphes en trait plein montrent des lames de quartz à 6 % de leur vie, les graphes en trait pointillés montrent une lame de quartz à 15 % de sa vie.

En effet, au début de chaque couche déposée dans les bâtis concernés (des bâtis IBS ici),

la quantité de matière déposée rapportée par le contrôleur du quartz diminuait à partir de zéro (l'épaisseur de matière étant réinitialisée entre chaque couche) pour devenir négative, atteignait un minimum (qui changeait d'une couche à l'autre, en étant de plus en plus bas) puis remontait en repassant par zéro et continuait normalement (Figure 1.6).
Cet effet correspond au début du dépôt à l'ouverture de l'écran installé dans la machine située entre les cibles pulvérisées et le substrat à traiter. La pression étant à ce stade de environ 10^{-4} mbar, le seul mode de transfert de la chaleur à l'intérieur de la machine est celui par rayonnement. Lorsqu'on ouvre l'écran pour laisser passer la matière que l'on doit déposer sur le substrat, le rayonnement de la lampe IR vient frapper la surface de la lame de quartz en oscillation, augmentant de ce fait sa température (Figure 1.7).

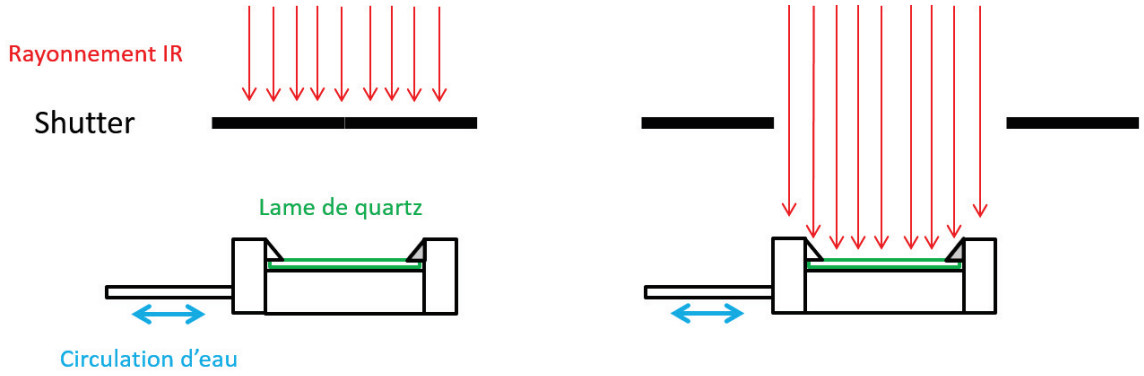


FIGURE 1.7 – Schéma montrant la tête de quartz recevant le rayonnement IR au début du dépôt d'une couche de matière.

Un autre phénomène a été observé : suivant le quartz que l'on installait dans la machine, le phénomène de dérive de la fréquence d'oscillation en fonction de la température se comportait de la même manière mais débutait à des valeurs de la vie du quartz différentes. On entend par "vie", le pourcentage séparant la fréquence d'oscillation initiale de la lame de quartz, autour de 6 MHz, à sa fréquence ultime à pleine charge de matière à sa surface, 5 MHz. Après des recherches bibliographiques [19], il s'avère que la dérive en fréquence d'oscillation de la lame de quartz en fonction de la température est aussi dépendante de l'angle de coupe de cette lame dans la masse de quartz initiale lors de sa fabrication. Un angle de coupe de la lame de quartz dans la masse étant difficile à réaliser (lors de la coupe, il faut respecter l'orientation cristallographique du cristal de quartz précisément afin de garantir une bonne qualité de la lame de quartz) le fabricant ne peut garantir des coupes entre deux angles extrêmes : 35° 14' et 35° 22'.
Si l'on se réfère à la figure 1.9 on peut voir qu'entre ces angles extrêmes, les pentes des courbes d'évolution de la fréquence d'oscillation située entre les températures de 40°C et 80°C peuvent être très différentes (ces températures sont celles, respectivement, de la lame de quartz refroidi par son système liquide sans charge thermique, et de la lame de quartz toujours sous l'effet de son refroidissement liquide mais avec une charge thermique

à l'avant).
Lorsque la température augmente, la fréquence du quartz évolue dans le sens inverse de l'évolution normale de la fréquence lors d'un dépôt de matière à sa surface. De ce fait, le quartz, lorsqu'il reçoit la charge thermique apportée par la lampe à l'ouverture de l'écran au début du dépôt, voit cette perturbation de sa fréquence d'oscillation comme de la matière qui s'enlèverait de sa surface.
Tant que l'équilibre thermique n'est pas atteint, le quartz ne voit pas réellement la matière qui s'est déposée durant ce laps de temps. Cela crée un offset de matière sous-déposée qui fausse la valeur d'épaisseur à un instant t : la valeur affichée est plus petite que celle réellement déposée.
La solution la plus évidente à ce problème a été d'augmenter la fréquence d'échantillonnage des valeurs retournées par le quartz en début de dépôt et de noter les instants où, depuis l'ouverture de l'écran, la valeur de matière déposée retournée par le quartz passe par zéro. À partir du moment où l'équilibre thermique est atteint, le comportement de la fréquence d'oscillation du quartz redevient normal. Durant la minute qui suit, on mesure la valeur moyenne de la vitesse de dépôt.
Cette vitesse de dépôt calculée est alors multipliée par le temps mesuré entre l'ouverture de l'écran et le dernier passage par zéro de la valeur lue par le quartz. La valeur ainsi obtenue est ajoutée à la valeur de l'épaisseur donnée par le quartz, comme un offset, à chaque instant du reste du dépôt.

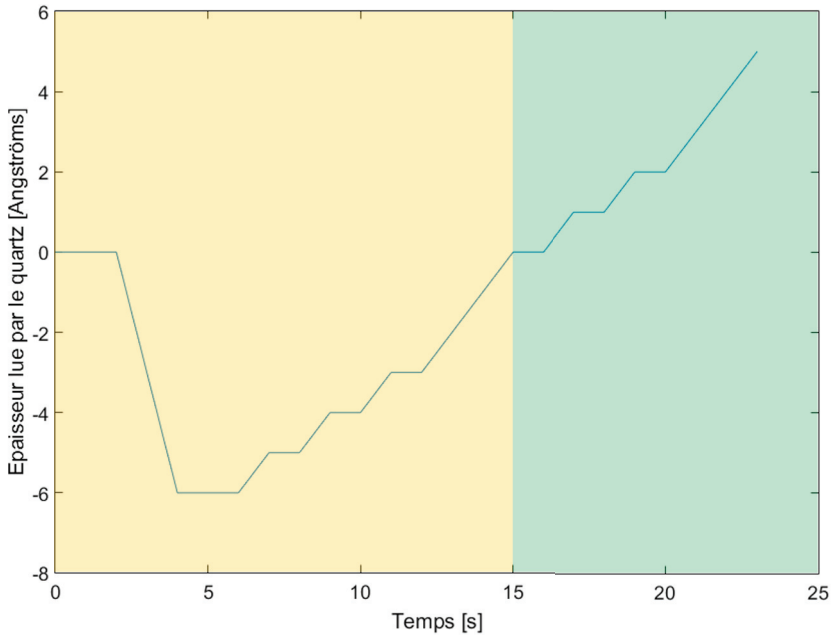


FIGURE 1.8 – Graphique montrant l'évolution de l'épaisseur de matière se déposant à la surface de la lame de quartz au début du dépôt d'une couche de SiO_2. La partie colorée en orange correspond à la mesure du passage de la valeur retournée par le quartz d'une valeur nulle à une autre. La partie verte correspond au comportement normal de la lame de quartz.

Cette solution a le mérite de prendre en compte la quantité de matière qui s'est déposée durant l'établissement de l'équilibre thermique et de corriger l'épaisseur lue à tout instant ultérieur.
L'inconvénient par contre, est que cela impose une épaisseur de couche minimale car durant le temps où l'on attend que la valeur d'épaisseur repasse par zéro, on ne mesure pas l'épaisseur réellement déposée sur la lame de quartz.

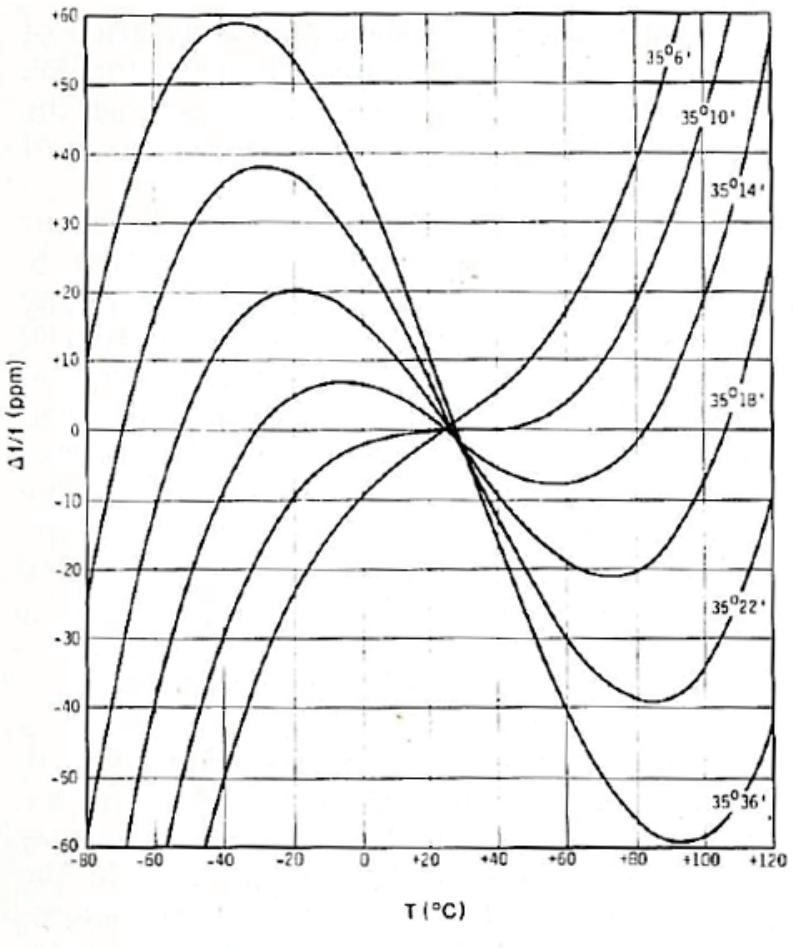


FIGURE 1.9 – Graphique de l'évolution de la fréquence d'oscillation de la lame de quartz en fonction de sa température et de l'angle de coupe AT ("AT" est le plan de coupe cristallographique dans la masse du cristal de quartz, il s'agit de la coupe la plus utilisée pour les lames de quartz.). Copie d'une figure de la référence [19].

1.3 Le contrôle optique

Le contrôle optique est une technique qui consiste à envoyer une lumière monochromatique (laser) ou une lumière blanche suivant un angle d'incidence connu sur la surface du substrat au moment du dépôt. À chaque instant, on mesure en réflexion et/ou en transmission le spectre en longueurs d'onde de l'empilement en cours de dépôt sur son substrat. Divers algorithmes de calcul couplés à ce système de mesure spectrophotométrique traitent en temps réel le spectre en longueurs d'onde mesurés. Suivant les paramètres physiques des différents matériaux composant l'empilement on peut en déduire diverses informations sur la couche en cours de dépôt : l'épaisseur, l'indice, la dispersion, etc... Ce système de contrôle se charge alors d'arrêter la couche à l'épaisseur de consigne.

1.3.1 Le contrôle visuel

Le premier type de contrôle optique consistait à regarder le substrat pendant le dépôt de matière dans le bâti et de vérifier le changement de couleur apparente à la surface de celui-ci [20]. Le principe était le suivant : on regardait le dépôt en réflexion au moyen d'une lumière blanche et sachant si le matériau que l'on voulait déposer avait un indice de réfraction plus ou moins élevé que celui du substrat, on associait une couleur (à un instant t du dépôt) à une épaisseur optique de la couche (Figure 1.10).

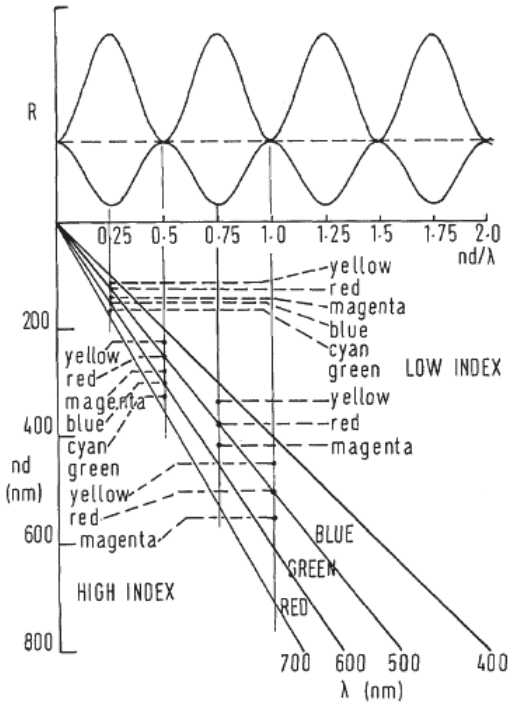


FIGURE 1.10 – Graphique montrant les couleurs par réflexion des couches minces d'indice plus haut et plus bas que celui du substrat. Image prise de la référence [20]

On divisait grossièrement le spectre lumineux en trois couleurs, le rouge, le vert et le bleu (puisque l'association des trois donne la lumière blanche) et lorsque l'épaisseur de la couche grandissait, certaines de ces trois couleurs disparaissaient en réflexion, laissant

place à une des trois couleurs secondaires : le jaune (le bleu en moins), le cyan (le rouge en moins) et le magenta (le vert en moins).
De ce fait à l'apparition d'une des couleurs secondaires, on pouvait faire la correspondance avec le niveau de réflexion à la longueur d'onde souhaitée. En ce qui concerne les empilements, ceux-ci pouvaient également être faits, car un substrat de référence était placé pour chaque couche de manière à ce que le contrôle puisse se faire sur celui-ci.
Malheureusement, on peut aisément deviner la précision d'un tel type de contrôle, étant par essence même subjectif car dépendant entièrement de l'opérateur de la machine et de sa perception des couleurs. Une évolution logique et rapide du système de contrôle a été de remplacer l'œil humain par un capteur et d'utiliser une source de lumière monochromatique et/ou polychromatique pour éclairer l'échantillon.

1.3.2 Rappels concernant l'optique interférentielle dans les couches minces

On considérera dans cette section des couches minces homogènes, isotropes, absorbantes ou non, déposées sur un substrat semi-infini.

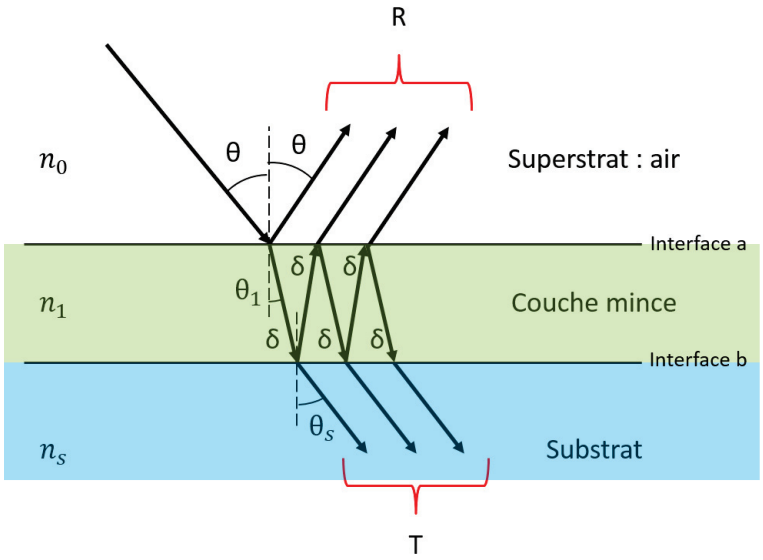


FIGURE 1.11 – Un rayon lumineux frappe avec un angle d'incidence θ la surface d'une couche mince optique déposée sur un substrat semi-infini en épaisseur.

En considérant une onde électromagnétique se propageant depuis l'air vers la surface du substrat sur laquelle a été déposée une fine couche de matière, on peut écrire sous forme matricielle l'équation caractéristique de continuité des composantes tangentielles électrique et magnétique de l'onde aux interfaces air/couche mince et couche mince/substrat [21] :

$$\begin{bmatrix} E_a/E_b \\ H_a/H_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\delta & i\frac{\sin\delta}{\eta} \\ i\eta\sin\delta & \cos\delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix} \tag{1.4}$$

Où :

- E_a est la composante électrique tangentielle de l'onde incidente à l'interface a
- H_a est la composante magnétique tangentielle de l'onde incidente à l'interface a
- E_b est la composante électrique tangentielle de l'onde incidente à l'interface b
- H_b est la composante magnétique tangentielle de l'onde incidente à l'interface b
- δ est le déphasage de l'onde incidente à chaque réflexion telle que $\delta = \frac{2\pi N e\cos\theta}{\lambda}$ avec l'indice complexe N de la couche mince, $N = n - ik$, n étant l'indice de réfraction de la couche et k sa dispersion, e l'épaisseur de la couche mince, θ l'angle de réfraction dans le milieu et λ la longueur d'onde de l'onde incidente.
- η l'admittance de la couche mince
- η_s l'admittance du substrat

Cette équation devient un produit de matrices caractéristiques dans le cas d'un empilement, où chaque matrice décrit une couche mince :

$$\begin{bmatrix} E_a/E_b \\ H_a/H_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \prod_{j=1}^{n} \begin{bmatrix} \cos\delta_j & i\frac{\sin\delta_j}{\eta_j} \\ i\eta_j\sin\delta_j & \cos\delta_j \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix} \tag{1.5}$$

Avec :

- j la jème couche mince de l'empilement
- n le nombre de couches minces composant l'empilement sur le substrat

Si l'onde incidente présente une polarisation S (TE) alors :

$$\eta_j = N_j\cos\theta_j Y_0 \tag{1.6}$$

Si l'onde incidente présente une polarisation P (TM) alors :

$$\eta_j = \frac{N_j}{\cos\theta_j} Y_0 \tag{1.7}$$

où j désigne le numéro de la couche ou le substrat s et Y_0 est l'admittance du vide telle que $Y_0 = \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$ (avec ϵ_0 la permittivité diélectrique du vide et μ_0 sa perméabilité).

A partir de là, il est possible de définir la transmission, la réflexion et l'absorption du système empilement et substrat :

$$R = \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C}\right)\left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C}\right)^* \tag{1.8}$$

$$T = \frac{4\eta_0 Re(\eta_s)}{(\eta_0 B + C)(\eta_0 B + C)^*} \tag{1.9}$$

$$A = \frac{4\eta_0 Re(BC^* - \eta_s)}{(\eta_0 B + C)(\eta_0 B + C)^*} \tag{1.10}$$

Où η_s est l'admittance du substrat.
Dans le cas d'un empilement de matériaux diélectriques transparents (aux longueurs d'onde contrôlées), on pose que T+R = 1 sinon T+R+A = 1.
Dans le cas d'une lumière polarisée P on note T_p et R_p, les coefficients de transmission et de réflexion et T_s et R_s dans le cas d'une onde polarisée S. Ce qui nous mène à (dans le cas d'une onde dépolarisée) : $T = \frac{T_s+T_p}{2}$ et $R = \frac{R_s+R_p}{2}$.

1.3.3 Le contrôle monochromatique

Le principe du contrôle optique monochromatique est d'utiliser une source de lumière constituée d'une seule longueur d'onde (idéalement) pour éclairer un substrat témoin (ou la véritable pièce optique) qui recevra le dépôt au cours du temps dans la machine sous vide. La lumière transmise et/ou réfléchie par la pièce optique est collectée par un capteur sensible à la longueur d'onde reçue et permet d'en apprécier l'intensité. Suivant la nature et l'épaisseur de matériau déposé sur le substrat, les valeurs de transmission et de réflexion de l'ensemble substrat et empilement de couches minces, vont varier : le principe est alors d'arrêter le dépôt d'une couche à une valeur choisie de ces quantités. Dans cette partie, on se propose d'expliquer les principales stratégies utilisées lors d'un contrôle optique monochromatique d'un dépôt de couches minces optiques.

Arrêt sur niveau estimé

A la longueur d'onde de contrôle λ_c on calcule le niveau en réflexion ou en transmission attendu à la fin du dépôt d'une couche. On pose ensuite le critère d'arrêt suivant : lorsque la réflexion $R(t)$ ou la transmission $T(t)$ mesurées à l'instant t deviennent égales au niveau théorique R_{th} ou T_{th}, on arrête le dépôt et on passe à la couche suivante (Figure 1.12).
Ce type de contrôle peut s'effectuer directement sur la pièce optique à déposer ou par exemple sur un ou plusieurs verres témoins afin de ramener le contrôle à une succession de dépôt de monocouches. Il reste néanmoins l'incertitude sur ce qui s'est réellement déposé sur l'optique de référence car la quantité de matière qui se dépose sur chaque pièce est souvent différente à cause de l'uniformité et ce, d'autant plus que la zone à traiter est grande.

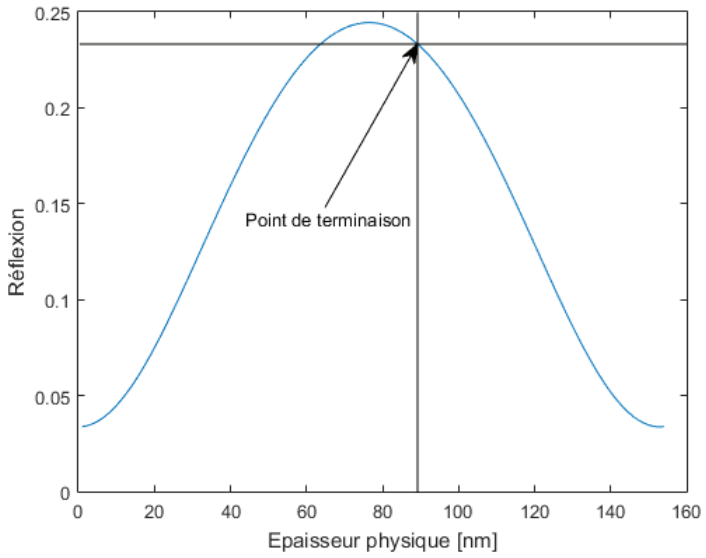


FIGURE 1.12 – Graphique de l'évolution de la réflexion (de la seule face avant du substrat) en fonction de l'épaisseur de la couche en cours de dépôt. Ici est représentée une couche de Ta_2O_5 mesurée en réflexion au cours d'un dépôt (simulé), le point de terminaison correspond à une épaisseur de 88 nm. Le contrôle est ici réalisé à la longueur d'onde de 633 nm.

Comme vu à la section 1.3.2, cette technique de contrôle implique que l'on connaisse précisément certains paramètres physiques des matériaux déposés : l'indice de réfraction et l'extinction. Le système de mesure doit être correctement étalonné et la longueur d'onde de contrôle doit être soigneusement choisie pour obtenir la meilleure sensibilité à la variation de réflexion ou de transmission en fin de couche. Une méconnaissance des paramètres physiques viendrait causer des erreurs systématiques dans les épaisseurs des couches déposées. Pire, si les paramètres physiques (in-homogénéité de la couche,...) ou les paramètres de mesure (dérive du flux de la source,...) évoluent pendant le dépôt, les conditions d'arrêt de dépôt seront inutilisables.
Une difficulté supplémentaire s'ajoute à l'utilisation d'un arrêt sur niveau : il est assez difficile de s'arrêter exactement sur un extremum de R ou T. A cause d'une dérive de la calibration dans le temps ou des particularités du processus de dépôt (vitesse de fermeture de l'écran, vitesse de dépôt fluctuante, etc...) on aura tendance à s'arrêter trop tard ou trop tôt, réalisant ainsi une couche trop épaisse ou trop fine. Si une réoptimisation des couches suivantes n'est pas réalisée à la fin du dépôt d'une couche, il y a de fortes chances que les performances optiques ne soient pas au rendez-vous.

Arrêt sur dérivée

Le principe est d'arrêter le dépôt d'une couche mince lorsque le niveau en transmission ou en réflexion atteint un maximum ou un minimum à la longueur d'onde de contrôle λ_c. En

mesurant l'évolution du signal au cours du temps, il est possible de formuler les critères d'arrêt suivants :

$$\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)_{\lambda_c} = 0 \qquad \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{\lambda_c} = 0 \tag{1.11}$$

Lorsque la dérivée du signal s'annule, c'est que l'on a atteint un extremum en T ou R et on stoppe le dépôt (Figure 1.13). L'avantage de cette technique est que si l'indice de réfraction n n'est pas parfaitement connu ou qu'il existe des problèmes de faibles inhomogénéités dans les couches déposées, le contrôle arrêtera quand même le dépôt à la bonne épaisseur optique (n.e). La couche diélectrique aura une épaisseur physique qui sera plus épaisse ou plus fine afin de compenser un indice trop bas ou trop haut.

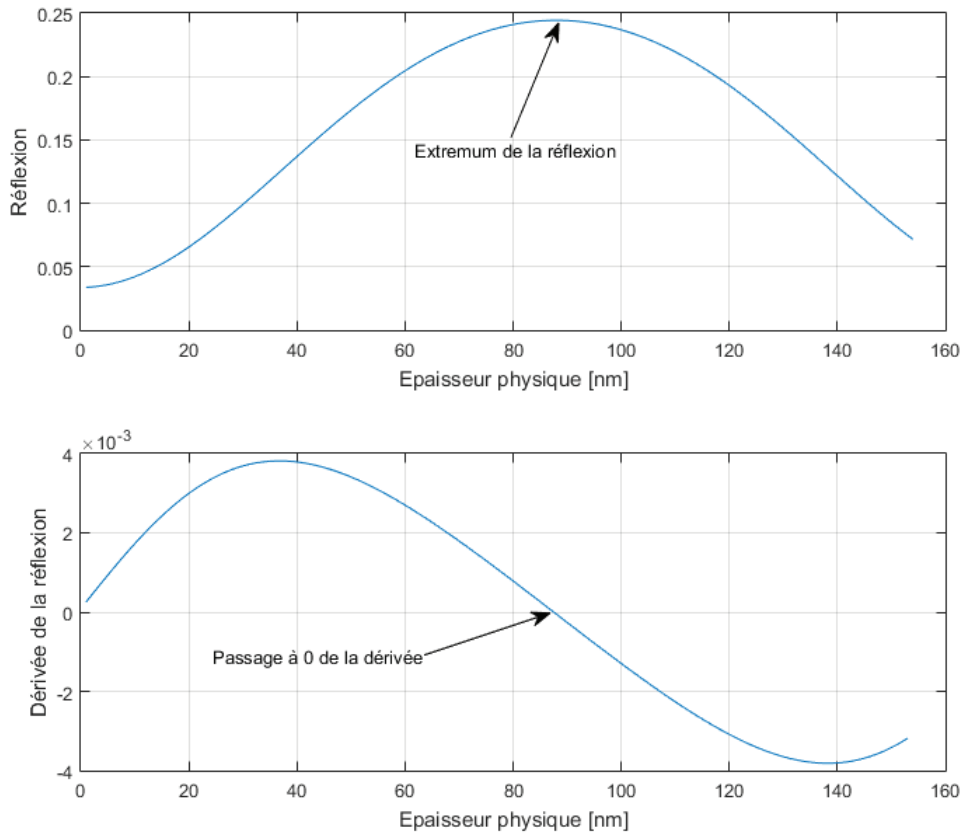


FIGURE 1.13 – Deux graphiques : le premier graphique en haut est le même que celui à la figure 1.12 et représente la réflexion d'une couche de Ta_2O_5 en cours de dépôt sur un substrat de silice mais mesurée en réflexion à la longueur d'onde de 728,64 nm en fonction de l'évolution de l'épaisseur de la couche déposée. Est indiqué sur ce graphique un extremum de la courbe située au point de 88 nm. Sur le deuxième graphique, est représentée la dérivée par rapport à l'épaisseur déposée de la réflexion (premier graphique). Est indiqué sur ce graphique le point où la dérivée s'annule : ce point correspond à l'épaisseur physique de 88 nm de la couche en cours de dépôt.

Lorsque l'empilement est constitué de couches dont l'épaisseur optique est un multiple de la longueur d'onde de contrôle, celui-ci peut-être contrôlé par une seule longueur d'onde pour tout le dépôt. Mais de manière générale, les empilements peuvent être composés de couches dont les épaisseurs sont toutes différentes et nécessitent donc, afin d'être contrôlées, d'avoir chacune leur propre longueur d'onde de contrôle. Parfois, lorsque les couches sont très fines, il n'est pas possible de trouver un extremum exploitable pour l'arrêt de la couche. On doit alors contrôler la couche avec soit l'arrêt sur niveau, soit par quartz. Ces inconvénients peuvent rendre problématique le dépôt d'empilements précis avec le contrôle par dérivée.

1.3.4 Le contrôle large-bande

Le principe du contrôle optique large-bande est le même que le contrôle monochromatique : arrêter le dépôt d'une couche mince à un moment correspondant à un signal spectral spécifique de l'empilement de couches minces sur le substrat mesuré. La différence cette fois-ci, est que l'on ne mesure pas qu'une seule longueur d'onde mais plusieurs longueurs d'onde à la fois. Les avantages sont multiples : on a accès à chaque instant à une plus large quantité d'informations, on peut voir l'allure spectrale générale d'un empilement en cours de dépôt au lieu d'un seul point ce qui est intéressant dans le cas de la préparation d'un anti-reflets ou d'un miroir large-bande. Ensuite, le fait d'avoir accès à une plus grande quantité d'informations (par rapport au système optique monochromatique) diminue proportionnellement les erreurs d'épaisseur des couches déposées qui seraient associées aux effets aléatoires intrinsèques du système optique utilisé pour la mesure dans le bâti sous vide [22].

Contrôle par fonction de mérite

En mesurant les données spectrales de l'empilement à l'instant t et en connaissant la forme du spectre théorique de l'empilement à la fin de la couche (c'est-à-dire à l'épaisseur de consigne), il est possible de calculer la fonction de mérite entre ces deux jeux de données :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[T_{th}(\lambda_j) - T_{mes.}(\lambda_j)]^2 \tag{1.12}$$

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[R_{th}(\lambda_j) - R_{mes.}(\lambda_j)]^2 \tag{1.13}$$

Où :

- i est la couche en cours de dépôt
- L est le nombre de points constituant l'intervalle spectral de contrôle

— j est le numéro de la longueur d'onde contrôlée
— $T_{th.}$ est la transmission théorique de l'empilement à la fin de la couche i
— $R_{th.}$ est la réflexion théorique de l'empilement à la fin de la couche i
— $T_{mes.}$ est la transmission mesurée de l'empilement à l'instant t
— $R_{mes.}$ est la réflexion mesurée de l'empilement à l'instant t

La fonction de mérite s'annule donc au moment où l'épaisseur de la couche contrôlée est égale à l'épaisseur de consigne (Figure 1.14). On pourrait donc prendre comme consigne d'arrêt du dépôt le moment ou la fonction de mérite s'annule. Mais ceci n'est vrai qu'avec un signal idéal, le bruit présent dans un signal réel affecte la valeur de la fonction de mérite à chaque instant et donc, à l'épaisseur de consigne, le spectre mesuré ne correspondra jamais exactement au spectre théorique de fin de couche.
Pour détecter efficacement le passage à l'épaisseur de consigne, il est nécessaire de prendre la dérivée première de la fonction de mérite qui contrairement à la valeur brute passe toujours par zéro.

$$\frac{d\chi_i}{de} = 0, \frac{d\chi_i}{dt} = 0 \tag{1.14}$$

De même que la courbe de la fonction de mérite, la courbe de la dérivée peut être bruitée. Cela peut provenir des paramètres d'acquisition ainsi que de la manière dont est calculée la fonction de mérite : comme dit précédemment, le bruit de l'acquisition modifie à chaque instant l'allure du spectre modifiant ainsi le résultat du calcul de la fonction de mérite. Selon le procédé de dépôt utilisé, la vitesse de dépôt peut varier : une vitesse de dépôt faible modifiera lentement l'allure générale du spectre acquis au cours du temps et entre deux points de mesure (suivant le temps qui sépare ces deux points de mesure) la variation de la valeur de la fonction mérite sera faible et donc plus impactée par une variation de celle-ci dû à un éventuel bruit dans la mesure. Il est donc nécessaire de prendre des précautions supplémentaires dans l'algorithme afin de s'assurer que l'on ne va pas arrêter le dépôt prématurément dû à un "saut" de la valeur de la dérivée.
Le principe est d'effectuer un lissage de la courbe par une méthode qui pourrait éliminer le bruit sans pour autant affecter l'allure générale des variations de la courbe. Typiquement, l'application d'un filtre de Savitzky-Golay (régression locale à l'aide d'un polynôme de faible degré) ou une spline cubique avec un paramètre d'équilibrage proche de zéro pourraient effectuer cette tâche.

En utilisant cette technique de contrôle par fonction de mérite, un autre problème existe : dans certains cas, lors de la croissance d'une couche, il est possible que la valeur de cette

fonction de mérite passe par des minima locaux qui seront à tort interprétés par la dérivée comme des points d'arrêt du dépôt.

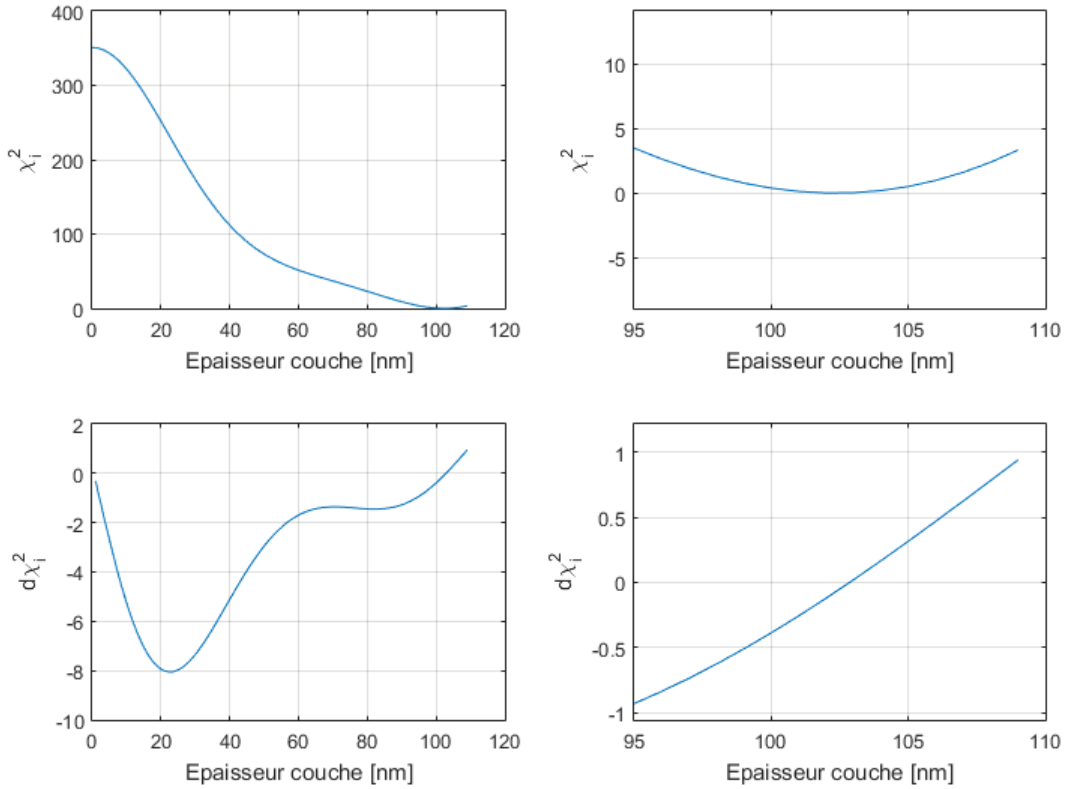


FIGURE 1.14 – Quatre graphiques de l'évolution idéale de la fonction de mérite calculée entre le spectre théorique d'une couche en réflexion de Ta_2O_5 de 103 nm d'épaisseur et le spectre d'une couche du même matériau en cours de formation sur un substrat de silice. Le graphique en haut à gauche est la fonction de mérite avec à sa droite un agrandissement de la zone où la fonction de mérite passe à zéro. En bas à gauche, le graphique de la dérivée de la fonction de mérite avec à sa droite un agrandissement de la zone où la dérivée passe par zéro.

Une solution a été développée [23] afin de contourner ce problème : le contrôle optique est couplé au contrôle quartz afin d'éviter un arrêt prématuré du dépôt à cause de l'apparition de ces minima locaux dans la fonction de mérite. Le dépôt d'une couche est contrôlé par le cristal de quartz jusqu'à environ 90 à 95 % de l'épaisseur totale de la couche puis le contrôle est transféré au système optique afin de terminer précisément le dépôt. Cette technique permet de faire traverser le contrôle au travers de ce que l'on peut appeler la "vallée des minima" (Figure 1.15) et laisser le contrôle du dépôt au système optique lorsqu'on se trouve sur la dernière pente de la fonction de mérite avant le minimum absolu qui marque le passage à l'épaisseur de consigne. Le moment où la dérivée de la fonction de mérite par rapport à l'épaisseur indique une valeur supérieure ou égale à zéro, le dépôt est arrêté puis on passe au dépôt de la couche suivante.

Évidemment, cette méthode de contrôle ne sera précise qu'à partir du moment où les paramètres physiques des matériaux seront connus avec exactitude : l'indice de réfraction

ainsi que le coefficient d'extinction des matériaux doivent avoir fait l'objet d'une étude approfondie avant de pouvoir espérer obtenir des résultats probants avec cette méthode de contrôle. Il est donc nécessaire d'avoir caractérisé l'indice des matériaux que l'on souhaite utiliser pour le dépôt d'un empilement, et ce pour différentes épaisseurs car suivant la technique utilisée pour déposer les couches minces, l'indice peut varier avec l'épaisseur de la couche. Suivant la technique de dépôt utilisée, les couches de matière peuvent avoir des inhomogénéités dans leur densité et dans leur composition et donc avoir un indice de réfraction qui varie dans leur épaisseur [24], [25]. Les erreurs sur le dépôt dus à une méconnaissance de ces paramètres sont beaucoup plus importantes que dans le cas où seuls les bruits de mesures sont pris en compte dans les calculs. Autrement dit, les erreurs systématiques ont un effet beaucoup plus important sur les performances finales de l'empilement optique que les erreurs aléatoires [26].

Contrôle par épaisseur estimée

L'idée du contrôle optique par épaisseur estimée est simple : à l'aide du système optique on récupère le spectre en transmission et/ou en réflexion de l'empilement et du substrat à un instant t puis on applique sur ce jeu de données une boucle d'optimisation à l'aide du modèle mathématique théorique de la transmission, de la réflexion ou de l'absorption d'un empilement de couches minces optiques. En connaissant l'indice de réfraction et la dispersion des matériaux que l'on utilise dans le dépôt ainsi que le réglage du montage optique permettant de faire la mesure (angle d'incidence du faisceau lumineux, état de polarisation de la lumière), il est possible d'optimiser à chaque instant de mesure l'épaisseur de la couche en cours de dépôt :

$$\chi_i(t) = \left(\frac{1}{L} \sum_{j=1}^{L} [T^i_{th}(\lambda_j, e(t)) - T^i_{mes.}(\lambda_j)]^2 \right)^{\frac{1}{2}} \tag{1.15}$$

$$\chi_i(t) = \left(\frac{1}{L} \sum_{j=1}^{L} [R^i_{th}(\lambda_j, e(t)) - R^i_{mes.}(\lambda_j)]^2 \right)^{\frac{1}{2}} \tag{1.16}$$

Où :

- i est la couche en cours de dépôt
- L est le nombre de points constituant l'intervalle spectral de contrôle
- j est le numéro de la longueur d'onde contrôlée
- $e(t)$ est l'épaisseur de la couche i à l'instant t à optimiser
- $T^i_{th.}$ est la transmission théorique de l'empilement à la fin de la couche i
- $R^i_{th.}$ est la réflexion théorique de l'empilement à la fin de la couche i
- $T^i_{mes.}$ est la transmission mesurée de l'empilement à l'instant t
- $R^i_{mes.}$ est la réflexion mesurée de l'empilement à l'instant t

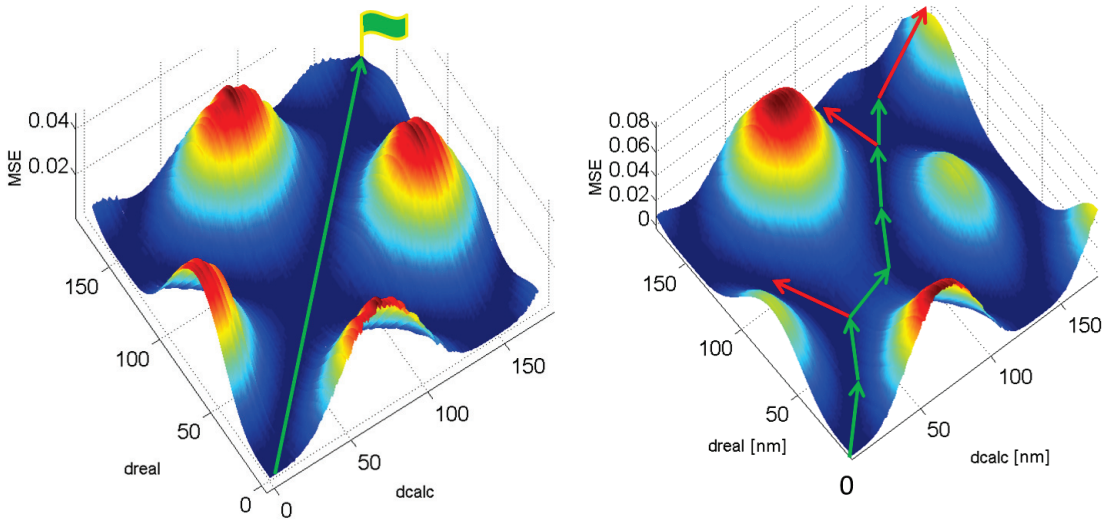


FIGURE 1.15 – Graphiques de la fonction de mérite entre un spectre théorique bruité et un spectre théorique non bruité d'une couche de Ta_2O_5 (à gauche) où toutes les épaisseurs comprises entre zéro et 175 nm ont été calculées. A droite, le même graphique où une erreur de 10 % a été faite sur l'estimation de l'indice de la couche. dreal est l'épaisseur simulée du dépôt à l'instant T, dcalc est l'épaisseur minimisée à partir du spectre du dépôt à l'instant T. La flèche verte indique le "trajet" idéal de la valeur de la fonction de mérite au travers de ce qu'on appelle la "vallée des minima" visible sur ce graphique. Le drapeau vert indique l'épaisseur à laquelle le dépôt doit s'arrêter (épaisseur consigne : 175 nm).

La condition d'arrêt du dépôt est que si l'épaisseur optimisée est supérieure ou égale à l'épaisseur de consigne alors on arrête le dépôt en cours et on passe à la couche suivante.

De même que pour le contrôle par fonction de mérite, il est nécessaire d'avoir une fine connaissance des paramètres physiques des matériaux que l'on souhaite déposer car une erreur sur les indices des matériaux mènera à une mauvaise estimation de l'épaisseur à un instant t. De même qu'une mauvaise connaissance des paramètres d'installation du système optique (mauvaise connaissance de l'angle d'incidence, polarisation de la lumière non contrainte) utilisé pour la mesure induira là aussi une erreur d'interprétation des mesures reçues.

Une manière visuelle de se rendre compte de l'impact sur l'optimisation de la méconnaissance des indices des matériaux peut se voir à la figure 1.15. Remarquons tout d'abord les différences entre la figure de gauche, où aucune erreur sur l'indice n'a été introduite et sur la figure de droite où l'on remarque une évidente déformation et un décalage des vallées des minima. On voit que le cheminement de l'optimisation tout au long de la croissance de la couche au cours du dépôt (flèche verte) n'est pas aussi bien défini que dans le cas où il n'y a pas d'erreur sur l'indice. Pire encore, à certains moments l'algorithme d'optimisation peut se perdre (flèche rouge), car avec les données physiques entrées dans l'algorithme celui-ci cherchera toujours à minimiser la quantité $(T_{th} - T_{mes}(e(t)))^2$ et de

ce fait alors que l'épaisseur physique continue à augmenter, il est possible mathématiquement que l'épaisseur calculée puisse diminuer (première flèche rouge en bas).
Pour éviter cette déviation, on peut contraindre l'algorithme de manière à ce que l'épaisseur calculée à une itération i soit toujours supérieure ou égale à l'itération i -1. Mais là encore un autre problème se profile, comme on peut le voir sur le haut de la figure 1.15 (droite) la fin théorique du dépôt se situe en haut d'une "colline" (la valeur de la fonction de mérite de minimisation augmente). Donc l'algorithme d'optimisation cherchant une valeur de l'épaisseur de la couche par une fonction de mérite entre la transmission théorique (ou la réflexion) et la transmission mesurée qui doit être minimisée, ne "montera" pas sur la colline mais cherchera à la contourner, en augmentant toujours l'épaisseur calculée. Le problème est que, durant ce temps, l'épaisseur physique (réelle) continue à augmenter et le moment où l'épaisseur calculée arrivera à l'épaisseur de consigne on aura déposé trop de matière.

1.4 Les erreurs de dépôt avec le contrôle optique

En se penchant sur les erreurs de dépôt produites par les différents types de contrôles existants, on remarque que ces erreurs ne sont pas du même type. Typiquement, les erreurs sur les épaisseurs des couches dues à un contrôle quartz ou un contrôle temps (dépôt durant lequel on estime que la vitesse de dépôt est stable au cours du temps et que l'instant où la couche se termine est déterminée par un chronomètre) sont des erreurs aléatoires et décorrélées entre les couches minces déposées lors d'un même empilement. Dans le cas du contrôle quartz, cette décorrélation des erreurs entre les couches vient du fait qu'au début de chaque couche la valeur de l'épaisseur retournée par le contrôleur quartz est réinitialisée à zéro. Il est aussi nécessaire de préciser que l'on ne parle pas ici des erreurs de "tooling" qui représentent des erreurs systématiques et qui affectent l'empilement de couches minces dans sa globalité.
Dans le cas du contrôle temps, on comprend aisément qu'une erreur de chronométrage à une couche N, n'affecte en rien l'erreur de chronométrage à une couche N+1.
Néanmoins, dans le cas du contrôle quartz, l'affirmation que les erreurs de dépôt entre les couches sont totalement décorrélées n'est pas exactement vraie. A un certain moment de la vie du quartz, il s'est déposé une certaine quantité de matière à la surface de la lame de quartz dûe aux précédentes couches. Malgré la réinitialisation de la valeur de l'épaisseur entre les différentes couches, lorsque le quartz mesure une quantité de matière qui s'est déposée lors d'une nouvelle couche, celui-ci "voit" toute la matière qui s'est déposée auparavant. Ce système mécanique composé de l'empilement des couches précédentes, de la lame de quartz et de la couche en cours de dépôt pourrait se comporter différemment suivant les matériaux et leurs épaisseurs respectives déjà déposées.
Ceci étant dit, on considérera pour la suite de ce manuscrit, dans l'esprit de faciliter la compréhension du système, que les erreurs d'épaisseurs de matière des couches déposées

sous contrôle quartz sont effectivement aléatoires et décorrélées d'une couche à l'autre.

Les erreurs sur les épaisseurs des couches fabriquées lors d'un dépôt contrôlé par un système optique large bande sont d'une tout autre nature : du fait de l'algorithme de contrôle utilisé avec le système optique de mesure large bande, les erreurs de dépôt sur les couches sont corrélées. Ainsi, il existe ce que l'on appelle un phénomène d'auto-compensation des erreurs d'un dépôt contrôlé par un système optique spectrophotométrique. Dans le cas d'un contrôle monochromatique, si l'on prend par exemple le cas d'un empilement quart-d'onde (où toutes les couches ont des épaisseurs optiques multiples d'une longueur d'onde), l'effet est que s'il y a eu une sur-déposition de matière, par exemple, à la première couche, le contrôle optique va arrêter plus tôt le dépôt à la couche suivante afin de maintenir les propriétés optiques de l'empilement. Dans ce cas, l'effet d'auto-compensation est clair et influe grandement sur les performances finales du dépôt.
Dans le cas du contrôle large-bande, l'effet d'auto-compensation est possible [27],[28] (mais pas systématique) et ne sera que partiel. Sachant que l'on contrôle bien plus de longueurs d'onde, il n'y a pas qu'un seul élément constituant le critère d'arrêt (la valeur de l'écart de flux entre la mesure et le calcul théorique à une seule longueur d'onde) mais autant d'éléments qu'il y a de longueurs d'onde contrôlées, puisque le but est que la moyenne de l'écart entre le flux lumineux mesuré et le flux théorique sur la gamme spectrale contrôlée soit minimale. A cause des erreurs de dépôt sur les couches déjà déposées, il se produit une déformation globale du spectre mesuré par rapport au spectre théorique, déformations dépendantes du design de l'empilement réalisé qui limite l'effet d'auto-compensation avec le contrôle optique large-bande.
En d'autres termes, avec le contrôle optique monochromatique, l'effet d'auto-compensation est très fort à la longueur d'onde de contrôle mais rien n'est garanti ailleurs. Avec le contrôle large-bande, le phénomène marche sur toute la gamme spectrale contrôlée mais est limité par la capacité du design d'empilement choisi à tolérer les erreurs de dépôt induite par le contrôle optique.
Il est possible, au terme d'un dépôt piloté par contrôle optique d'avoir des erreurs sur les épaisseurs du même ordre de grandeur que celles qui apparaissent lors d'un dépôt contrôlé par quartz mais que les performances optiques finales soient bien moins dégradées et ce, dû à ce phénomène d'auto-compensation des erreurs. L'algorithme du contrôle optique, prenant en compte les erreurs de dépôt des couches précédemment déposées à celle qui est actuellement en cours de dépôt, permet de maintenir les propriétés de phase de l'empilement.

Une définition de cet effet d'auto compensation des erreurs dues au contrôle d'un dépôt par un système optique large-bande a été donnée par A. Tikhonravov et *al.* [28]. Elle consiste en ceci : on réalise une série de dépôts contrôlés par un système optique large bande et on relève les erreurs sur les épaisseurs des couches qui ont été réalisées. On gé-

nère un nouvel ensemble d'erreurs indépendantes de même niveau que celles qui ont été relevées dans les dépôts puis on réalise deux séries de calculs : dans une première série, on calcule la fonction de mérite entre les caractéristiques spectrales de fin de dépôt contrôlé par le système optique et les caractéristiques spectrales finales théoriques, et ce pour tous les dépôts réalisés. On en tire une valeur RMS de la déviation moyenne spectrale des dépôts réalisés par rapport à ce qui a été attendu. Dans la deuxième série de calculs, on reproduit ce qui a été fait dans la première série mais cette fois-ci avec l'ensemble des erreurs générées aléatoirement de même niveau que celles qui ont été mesurées.
Une fois ces deux quantités calculées, on peut en déduire le ratio S de la valeur RMS des déviations spectrales dues aux erreurs aléatoires sur la valeur RMS des déviations spectrales dues aux erreurs mesurées :

$$S = \frac{\langle F^n_{aleatoire} \rangle}{\langle F^m_{BBM} \rangle} \tag{1.17}$$

avec :

- $\langle F^n_{aleatoire} \rangle$ est la valeur RMS des fonctions de mérite avec les erreurs aléatoires
- $\langle F^n_{BBM} \rangle$ est la valeur RMS des fonctions de mérite avec les erreurs mesurées

Si le ratio S est supérieur à 1 cela veut dire que les déviations spectrales dues aux erreurs aléatoires sont supérieures aux déviations spectrales dues au contrôle optique large bande (BBM). En d'autres mots, si $S > 1$, alors il existe un phénomène d'auto compensation lié au contrôle optique large bande qui est d'autant plus fort que la valeur de S est élevée.
Cette quantité S peut être un indicateur pour le choix du design pour le dépôt avec le contrôle optique large bande. Avec la simulation, il est possible de réaliser de nombreux dépôts contrôlés par un système optique large bande et d'en déduire les erreurs qui ont été faites sur les épaisseurs des différentes couches de l'empilement sur toutes les simulations. On peut alors en déduire le paramètre S et vérifier pour différents design d'empilement, donnant les mêmes caractéristiques optiques finales, quels empilements donnent la valeur de S la plus élevée. Il s'agit là d'un bon moyen de discriminer les designs d'empilement qui seront le moins sensibles aux erreurs faites par le contrôle optique large bande et qui par extension donneront les meilleurs taux de réussite aux critères sur les performances spectrales finales demandées par l'utilisateur.

Un autre point important à prendre en compte est que dans un système de mesure, il existe globalement des erreurs de deux types : aléatoires et systématiques.
Le premier type provient du bruit de mesure du système optique utilisé pour la mesure spectrophotométrique et donc des infimes variations d'intensité de la source, de la qualité du capteur utilisé dans le spectrophotomètre, etc... Ce type d'erreur n'influence que peu les performances optiques de l'empilement car l'utilisation d'une large bande spectrale pour le contrôle du dépôt minimise les effets de la variation aléatoire du signal reçu lors

du dépôt et donc par essence, le contrôle large bande est moins sensible à ce type d'erreurs que le contrôle monochromatique [22].

Le deuxième type d'erreur, provient, quant à lui, de la méconnaissance exacte de certains paramètres du dépôt (ou du fonctionnement de la machine), d'une dérive du matériel de mesure ou d'une mauvaise calibration de celui-ci. Par exemple, un temps de fermeture d'un écran qui n'est pas connu avec exactitude, les indices des matériaux utilisés pour le dépôt ne sont pas déterminés précisément, une vitesse de dépôt fluctuante qui introduit une erreur au point de terminaison de la couche, et bien d'autres encore. Les erreurs systématiques contribuent très largement à la dégradation des performances optiques attendues à la fin du dépôt. Selon le niveau de méconnaissance de ces mécanismes et/ou paramètres, les erreurs sur les épaisseurs des couches déposées peuvent atteindre un ordre de grandeur plus élevé que dans le cas d'erreurs aléatoires seulement. Pour plus de détails, le lecteur est invité à se référer à l'article de l'équipe du RCC de l'Université de Moscou [22].
Néanmoins, contrairement aux erreurs aléatoires, les erreurs systématiques peuvent être grandement diminuées, voire supprimées, par une caractérisation minutieuse des éléments de production (type vitesse de fermeture de l'écran), des paramètres physiques (indices de réfraction et coefficients d'extinction) et une calibration correcte du système de mesure (dérive de la source, références du spectrophotomètre, etc.). De ce fait, sauf erreur catastrophique inattendue lors du dépôt, les erreurs de dépôt devraient être maintenues à un niveau qui ne dégradera pas les performances optiques de l'empilement réalisé et garantira une excellente reproductibilité.

1.5 Réoptimisation

Dans le cas d'un dépôt contrôlé optiquement (que le contrôle soit monochromatique ou polychromatique), il peut encore subsister des erreurs dans l'épaisseur des couches déposées dues à divers phénomènes qui influencent ou peuvent influencer le contrôle en lui-même : un système de mesure mal calibré, une dérive de la source lumineuse, etc...
Dans un cas comme dans l'autre, il en résulte qu'arrivé à la fin de la dernière couche de l'empilement, on n'atteint pas les performances optiques visées. Ou bien, durant le dépôt, on peut se rendre compte d'une dérive des caractéristiques optiques de l'empilement déposé par rapport aux cibles que l'on s'est fixées à la fin de chaque couche. Dans ces deux cas, il est possible de réaliser ce que l'on appelle une réoptimisation de l'empilement : simplement, il s'agit à partir d'une mesure optique de l'empilement réalisé à la fin d'une couche, soit de calculer durant le dépôt les modifications à faire sur les épaisseurs des couches restantes à déposer, soit à la fin du dépôt de l'empilement, d'ajouter des couches supplémentaires afin de corriger les performances spectrales du dépôt.

Différentes méthodes de réoptimisation sont présentées ici.

1.5.1 Réoptimisation par fonction de mérite

Il s'agit de la technique de réoptimisation la plus directe et la plus simple à mettre en œuvre. Le principe de cette technique de réoptimisation est de recalculer l'épaisseur de la couche suivante à celle qui vient d'être déposée afin de maintenir les performances optiques finales attendues du dépôt en cours.
A la fin du dépôt de chaque couche, l'algorithme minimise la fonction de mérite entre la transmission de l'empilement déjà déposé plus l'épaisseur de la couche suivante à optimiser, et le spectre théorique de l'empilement à la couche r+1 :

$$\chi = \frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}\left[T^{th.}(\lambda_j,[e_1^{th.}:e_{r+1}^{th.}]) - T^{m}(\lambda_j,[e_1^{m}:e_r^{m}],e_{r+1}^{opt})\right]^2 \tag{1.18}$$

où :

- L est le nombre de longueurs d'onde [nm]
- j est le numéro de la longueur d'onde
- r est le numéro de la couche en cours de dépôt
- $T^{th.}$ est la transmission théorique à la couche r+1
- T^{m} est la transmission mesurée à la couche r+1
- $[e_1^{th.}:e_{r+1}^{th.}]$ est l'ensemble des épaisseurs du design de la couche 1 à la couche r+1
- $[e_1^{m}:e_r^{m}]$ est l'ensemble des épaisseurs déposées de la couche 1 à la couche r
- e_{r+1}^{opt} est l'épaisseur de la couche r+1 à optimiser et à déposer à la couche r+1

En ce faisant, on contraint le dépôt à se faire en accord avec les performances optiques finales attendues avec le design.
Il est tout à fait possible, à la fin d'un dépôt, si les caractéristiques spectrales de l'empilement ne correspondent pas à celles attendues, de calculer de la même manière l'ajout de matière sur la dernière couche, d'ajouter une ou plusieurs couches supplémentaires, etc... afin optimiser la réponse optique de l'empilement aux longueurs d'onde souhaitées. Pour cela, on teste les scénarios possibles (dernière couche plus épaisse ou ajout d'un doublet de couches) en cherchant la valeur de l'épaisseur de ou des couches à ajouter en minimisant les fonctions suivantes :

$$\chi = \frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}\left[T^{th.}(\lambda_j,[e_1^{th.}:e_N^{th.}]) - T(\lambda_j,[e_1^m:e_{N-1}^m],e_N^m+\delta e_N^{opt})\right]^2 \quad (1.19)$$

$$\chi = \frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}\left[T^{th.}(\lambda_j,[e_1^{th.}:e_N^{th.}]) - T(\lambda_j,[e_1^m:e_N^m],e_{N+1}^{opt},e_{N+2}^{opt})\right]^2 \quad (1.20)$$

Où δe_N^{opt} est l'épaisseur supplémentaire de matière à déposer sur la dernière couche (cas où l'on souhaite épaissir simplement la dernière couche afin de modifier la réponse optique de l'ensemble), $e_{N+1}^{opt}, e_{N+2}^{opt}$ sont respectivement les épaisseurs de matière des couches H et B (ou B et H suivant l'empilement) à déposer sur l'empilement afin de corriger sa réponse optique (cas où l'on choisit d'ajouter un doublet). Une fois les solutions trouvées, on peut comparer les résidus des fonctions calculées avec leurs solutions et celle qui a la plus petite valeur sera choisie pour la correction à adopter.

1.5.2 Réoptimisation par contrôle de l'admittance optique de l'empilement

Il existe une autre manière de réoptimiser un dépôt au besoin : il s'agit du contrôle de l'admittance optique de l'empilement [29], [30], [31], [32], [33]. Cette valeur, dont le calcul sera montré dans cette partie, permet de suivre d'une manière très graphique l'évolution de l'épaisseur d'une couche en cours de dépôt. L'admittance décrit des cercles dont le rayon et le centre sont fonction de l'indice des matériaux utilisés et il est possible avec des calculs géométriques simples de prévoir où arrêter le dépôt.

Théorie

La forme mathématique générale de la transmission, de la réflexion ou de l'absorption d'un empilement de couches minces optiques déposé sur un substrat dépend de paramètres B et C vus à la section 1.3.2. A la couche r, ceux-ci peuvent se réécrire de la manière suivante :

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\delta_r & \frac{i\sin\delta_r}{\eta_r} \\ i\eta_r\sin\delta_r & \cos\delta_r \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos\delta_{r-1} & \frac{i\sin\delta_{r-1}}{\eta_{r-1}} \\ i\eta_{r-1}\sin\delta_{r-1} & \cos\delta_{r-1} \end{bmatrix} ... \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix} \quad (1.21)$$

Que l'on peut écrire :

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\delta_r & \frac{i\sin\delta_r}{\eta_r} \\ i\eta_r\sin\delta_r & \cos\delta_r \end{bmatrix} \begin{bmatrix} B' \\ C' \end{bmatrix} \quad (1.22)$$

L'admittance optique d'entrée de l'empilement se définit comme :

$$Y = \frac{C}{B} \tag{1.23}$$

et celui de sortie :

$$Y' = \frac{C'}{B'} \tag{1.24}$$

en remplaçant dans l'équation 1.22 :

$$\begin{bmatrix} B/B' \\ C/B' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\delta_r & \frac{i\sin\delta_r}{\eta_r} \\ i\eta_r \sin\delta_r & \cos\delta_r \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ Y' \end{bmatrix} \tag{1.25}$$

En posant $Y = x + iy$ et $Y' = \alpha + i\beta$, il est possible de montrer que lors du dépôt d'une couche, l'admittance optique décrit (dans le sens horaire) un cercle (si l'on néglige l'absorption) de centre $\left(\frac{\alpha^2+\beta^2+\eta_r^2}{2\alpha}, 0\right)$ et de rayon $\sqrt{\frac{\alpha^2+\beta^2+\eta_r^2}{2\alpha} - \eta_r^2}$ dans l'espace complexe C : $\rightarrow$ (Re(Y),Im(Y)) (la démonstration n'est pas faite ici mais peut la trouver dans [21]. Ce qui est important de comprendre ici, c'est que α et β sont (respectivement) la partie réelle et imaginaire du point d'admittance du diagramme (Fig. 1.16) qui débute le cercle de la couche r. A la couche 1, $\alpha = Re(Y_{substrat}) = n_{substrat}$ et $\alpha = Im(Y_{substrat}) = 0$. Aux autres couches, l'admittance de départ est l'admittance de fin de la couche précédente.

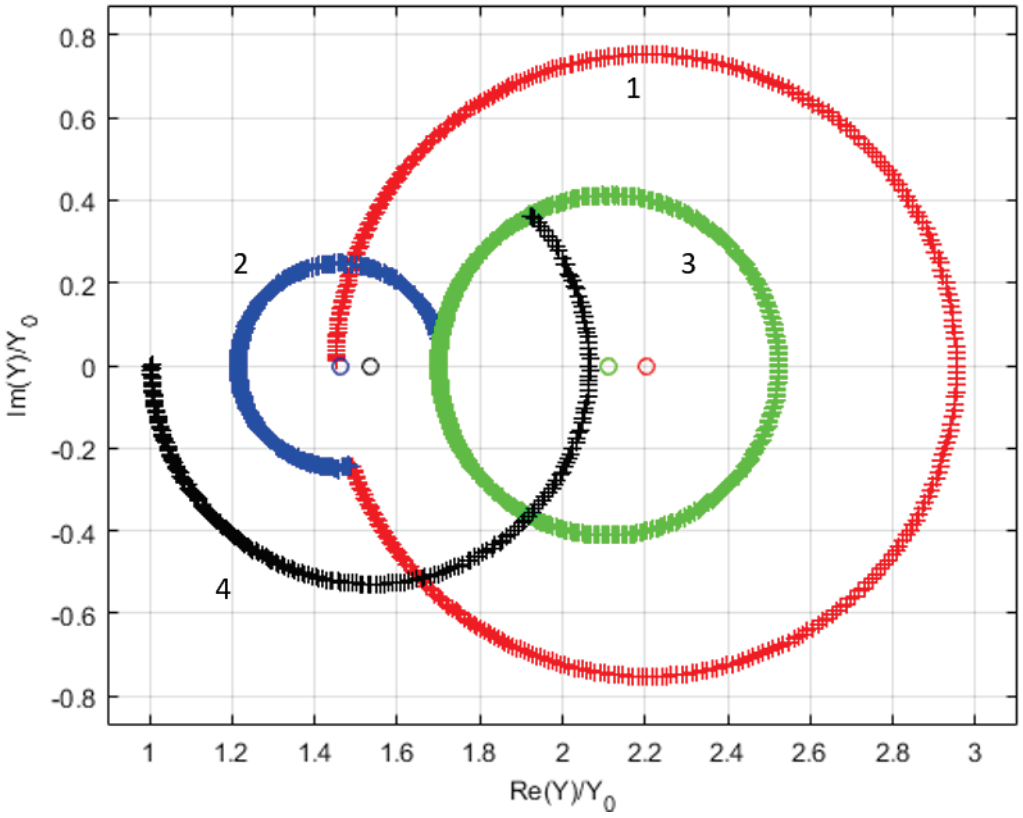


FIGURE 1.16 – Le diagramme des points d'admittance optique dans l'espace des complexes (Re(Y), Im(Y)). Chaque point est l'admittance de l'empilement simulé à chaque instant d'un dépôt d'un design AR à 4 couches. Les points rouges sont les points de la 1ère couche, les bleus sont ceux de la 2e couche, les verts sont ceux de la 3e couche et les points noirs sont ceux de la 4e couche. Les ronds de différentes couleurs situés sur l'abscisse sont les centres des cercles d'admittance. Les cercles sont décrits dans le sens horaire et débutent au point où la couche précédente s'est arrêtée. Le diagramme est tracé en rapport à $Y_0 = \sqrt{(\frac{\epsilon_0}{\mu_0})}$ afin d'avoir des données plus rapidement compréhensibles : il s'agit de l'espace des indices complexes équivalents (à l'empilement à l'instant t). Il devient facile de voir par exemple, que la 1ère couche débute à N : (1.45, 0) soit l'indice réel du substrat.

Contrôle et réoptimisation

Lors du dépôt, le spectre lumineux de l'empilement est réalisé à chaque instant. De celui-ci, on en déduit l'épaisseur physique de la couche en cours de dépôt à l'instant t mais aussi les coefficients de Cauchy qui déterminent son indice de réfraction, tout ceci en utilisant une fonction de mérite telle que :

$$\chi^2 = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L}[T_{th}(\lambda_i) - T_{mes.}(\lambda_i, e, a_0, a_1, a_2, t)]^2 \tag{1.26}$$

où :

- T est le flux de lumière transmis à toutes les longueurs d'onde de contrôle
- λ_i est la longueur d'onde i [nm]
- L est le nombre de longueurs d'ondes contrôlées
- e est l'épaisseur de la couche à l'instant t [nm]
- a_0, a_1 et a_2 sont les coefficients de Cauchy tels que :

$$n(\lambda) = a_0 + \frac{a_1}{\lambda^2} + \frac{a_2}{\lambda^4}$$

Plus la plage de longueurs d'onde contrôlée est grande, meilleur sera le calcul des coefficients de Cauchy (dans une certaine mesure).

En connaissant ces paramètres, il est possible de construire les coefficients B et C (équation 1.4) au fur et à mesure du dépôt et de là en déduire l'admittance équivalente de l'empilement à un instant t. L'admittance est calculée à une longueur d'onde, généralement celle qui constitue le centrage du spectre attendu à la fin de l'empilement. On arrête le dépôt lorsque l'épaisseur calculée est supérieure ou égale à la consigne de la couche en cours.

Le suivi de l'évolution de l'admittance équivalente de l'empilement permet une réoptimisation du design lorsqu'il y a eu une erreur sur l'épaisseur déposée.

Les points d'admittance mesurés au cours du temps suivent un cercle de centre et de rayon dépendants du point d'admittance auquel le cercle débute ($Y' = \alpha + i\beta$). Si il y a eu une erreur d'épaisseur de matière déposée à la couche r-1 alors il est possible en utilisant les équations des cercles d'admittance de modifier l'épaisseur de la couche r (celle en cours de dépôt) à déposer afin de décrire un arc de cercle un peu plus grand ou un peu plus petit pour rejoindre le cercle de la couche r+1 (Figure 1.17) et ainsi sauvegarder les performances finales du dépôt à la longueur d'onde choisie pour le contrôle.

Pour ce faire, il est nécessaire de calculer les coordonnées (dans l'espace des admittances complexes) du nouveau point de terminaison B' de la couche r ce qui conduit à une nouvelle consigne d'épaisseur pour cette couche.

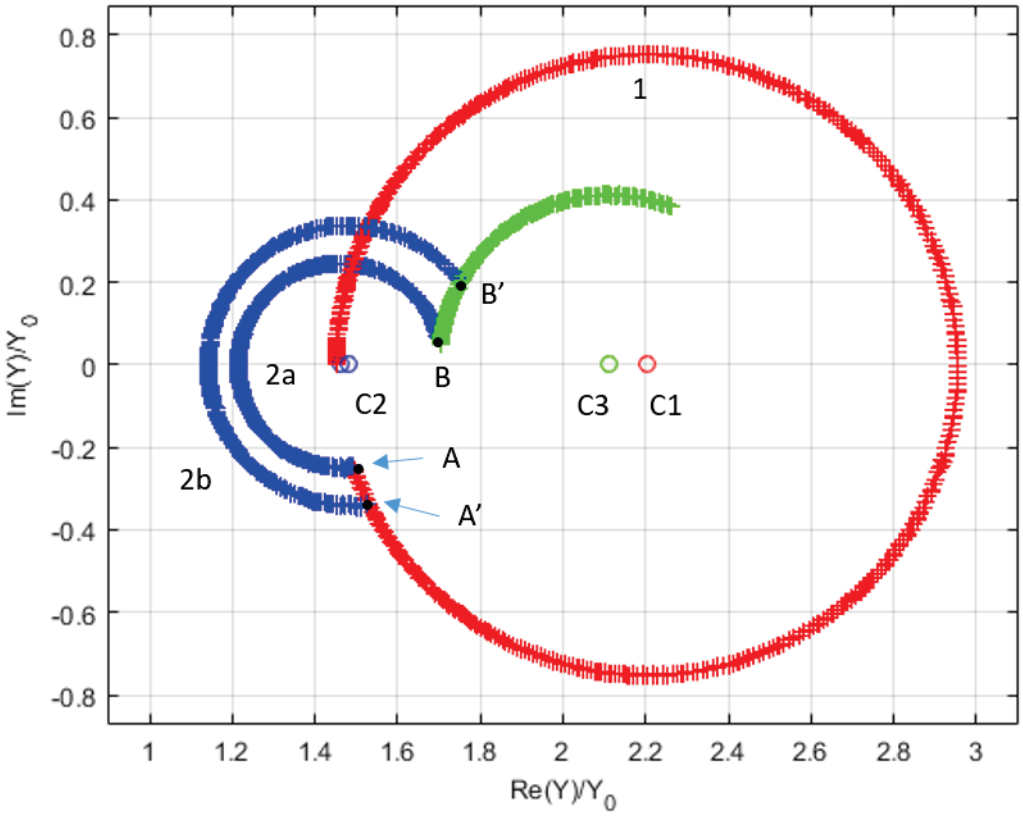


FIGURE 1.17 – Diagramme d'admittance d'un dépôt simulé d'un AR 4 couches. Les numéros représentent les couches de l'empilement. Les ronds de différentes couleurs sont les centres des différents cercles d'admittance. Si le dépôt de la 1ère couche s'était arrêté correctement à la consigne, le cercle 1 serait terminé au point A mais à cause d'une erreur de sous-déposition, le cercle s'est arrêté au point A'. Le cercle 2a est le cercle qui aurait été décrit par les points d'admittance s'il n'y avait pas eu d'erreur à la première couche. Le cercle 2b est celui qui est décrit à cause de l'erreur faite à la 1ère couche. Afin d'éviter de reconduire l'erreur de la 1ère couche aux couches suivantes (ce qui modifierait les cercles 3 et 4 et conduirait à la dégradation des performances optiques finales de l'empilement), on choisit d'arrêter le dépôt de la couche 2b au point d'intersection B' des cercles 2b et 3 afin de continuer le dépôt à la 3ème couche sur le cercle prévu (3).

Si on part du système d'équations qui suit, il est possible d'en déduire analytiquement les coordonnées $x_{B'}$ et $y_{B'}$ en fonction des centres et des rayons des cercles d'admittance des couches r et r+1 :

$$\begin{cases} R_2 = \left(\frac{\alpha_{A'}^2+\beta_{A'}^2+\eta_L^2}{2\alpha_{A'}}\right)^2 - \eta_L^2 \\ R_2 = \left[\left(\frac{\alpha_{A'}^2+\beta_{A'}^2+\eta_L^2}{2\alpha_{A'}} - x_{B'}\right)^2 + y_{B'}^2\right]^{\frac{1}{2}} \\ R_3 = \left(\frac{\alpha_B^2+\beta_B^2+\eta_H^2}{2\alpha_B}\right)^2 - \eta_H^2 \\ R_3 = \left[\left(\frac{\alpha_B^2+\beta_B^2+\eta_H^2}{2\alpha_B} - x_{B'}\right)^2 + y_{B'}^2\right]^{\frac{1}{2}} \end{cases} \tag{1.27}$$

Pour arriver finalement aux expressions des coordonnées $x_{B'}$ et $y_{B'}$ (Figure 1.16) :

$$\begin{cases} x_{B'} = x_{C_2} - \frac{1}{2}\frac{R_3^2-R_2^2-(x_{C_3}-x_{C_2})^2}{x_{C_3}-x_{C_2}} \\ y_{B'} = \pm\sqrt{R_2^2 - \frac{1}{4}\left(\frac{R_3^2-R_2^2-(x_{C_3}-x_{C_2})^2}{x_{C_3}-x_{C_2}}\right)^2} \end{cases} \tag{1.28}$$

Avec :

$$\begin{cases} x_{C_2} = \frac{\alpha_{A'}^2+\beta_{A'}^2+\eta_L^2}{2\alpha_{A'}} \\ x_{C_3} = \frac{\alpha_B^2+\beta_B^2+\eta_H^2}{2\alpha_B} \\ R_2 = \sqrt{x_{C_2}^2 - \eta_L^2} \\ R_3 = \sqrt{x_{C_3}^2 - \eta_H^2} \end{cases} \tag{1.29}$$

Où x_{C_2} est l'abscisse du cercle d'admittance de la couche 2, x_{C_3} celle du cercle d'admittance de la couche 3 et R_2 et R_3 les rayons des cercles des couches 2 et 3. La forme analytique du rayon du cercle vient de l'équation du cercle obtenue par résolution de l'équation 1.25. Il est tout à fait possible de généraliser ces équations car leur résolution est toujours la même et ce pour une couche r (en cours de dépôt) que l'on doit arrêter à $Y_{B'} = x_{B'} + iy_{B'}$ afin de rejoindre le cercle d'admittance de la couche r+1 (Figure 1.17) :

$$\begin{cases} x_{B'} = x_{C_r} - \frac{1}{2}\frac{R_{r+1}^2-R_r^2-(x_{C_{r+1}}-x_{C_r})^2}{x_{C_{r+1}}-x_{C_r}} \\ y_{B'} = \pm\sqrt{R_r^2 - \frac{1}{4}\left(\frac{R_{r+1}^2-R_r^2-(x_{C_{r+1}}-x_{C_r})^2}{x_{C_{r+1}}-x_{C_r}}\right)^2} \end{cases} \tag{1.30}$$

Avec :

$$\begin{cases} x_{C_r} = \frac{\alpha_r^2+\beta_r^2+\eta_r^2}{2\alpha_r} \\ x_{C_{r+1}} = \frac{\alpha_{r+1}^2+\beta_{r+1}^2+\eta_{r+1}^2}{2\alpha_{r+1}} \\ R_r = \sqrt{x_{C_r}^2 - \eta_r^2} \\ R_{r+1} = \sqrt{x_{C_{r+1}}^2 - \eta_{r+1}^2} \end{cases} \tag{1.31}$$

Où x_{C_r} et R_r sont respectivement l'abscisse du centre et le rayon du cercle d'admittance de la couche r, $x_{C_{r+1}}$ et R_{r+1} sont ceux du cercle d'admittance de la couche r+1, (α_r , β_r) et (α_{r+1} , β_{r+1}) sont respectivement les coordonnées (dans l'espace complexe des admittances) de l'admittance de départ du cercle de la couche r et r+1.

Maintenant que les coordonnées du point B' ont été calculées, on peut remonter à l'épaisseur de matière à laquelle il est nécessaire d'arrêter le dépôt afin de corriger l'erreur faite à la couche précédente. On sait que $Y_{B'} = x_{B'} + iy_{B'} = \frac{C(e)}{B(e)}$ où e est l'épaisseur de la couche au point d'admittance B', B et C les coefficients calculés à partir des matrices caractéristiques des couches de l'empilement. On peut donc trouver numériquement l'épaisseur e pour laquelle la quantité $\left| x_{B'} + iy_{B'} - \frac{C(e)}{B(e)} \right|$ est minimale.

Conclusion du Chapitre 1

Comme on l'a vu, il existe de nombreux moyens de contrôler le dépôt de couches minces optiques. Ce chapitre consacré à la présentation des moyens de dépôts du laboratoire et des différentes techniques de contrôle d'épaisseur est loin d'être exhaustif, il existe beaucoup d'autres techniques de dépôt. Toutes ont leurs avantages et leur utilisation dépend des attentes de chacun. Citons par exemple, dans le domaine des dépôts de type PVD (Physical Vapour Deposition), la pulvérisation cathodique, la pulvérisation cathodique magnétron [34] qui consiste à fortement polariser négativement la cible (cathode) créant ainsi une forte différence de potentiel avec les parois de la chambre sous vide (anode), les décharges électriques ainsi créées vont ioniser le gaz (généralement de l'Argon) présent dans la machine de dépôt. Celui-ci va être accéléré dans le champ électrique ainsi créé et venir percuter la cible arrachant des particules à celle-ci et créer un plasma que des aimants se chargent de plaquer sur le substrat situé en vis à vis. L'avantage de ce type de dépôt est que l'on peut obtenir des couches aussi denses qu'en IBS avec une vitesse de dépôt généralement plus rapide.
On peut aussi citer les procédés CVD (Chemical Vapour Deposition) qui utilisent des procédés chimiques pour faire croitre une couche mince à la surface d'un substrat [35]. Le principe (simplifié) est le suivant : une chambre sous vide à laquelle sont connectées des arrivées de gaz est utilisée. Les gaz sont les matériaux que l'on souhaite déposer à la surface d'un substrat placé dans cette chambre. Des précurseurs chimiques sont disposés sur le substrat à traiter qui feront office de liant pour les gaz qui viendront s'y accrocher. Au bout d'un certain temps, la dynamique des gaz créent une couche qui croît. Ainsi, en alternant les gaz, il est possible de créer des empilements de couches minces. Grâce à l'amélioration constante de ces bâtis de dépôt et de la maîtrise sans cesse affinée de la dynamique des gaz à l'intérieur de la chambre sous vide, les empilements créés à l'aide de cette technique de dépôt sont de plus en plus performants. Néanmoins, l'obstacle le plus important à l'utilisation d'une telle technique de dépôt est l'extrême dangerosité pour l'Homme et pour l'environnement des précurseurs qui sont utilisés pour lier le gaz à la surface à traiter.

Dans ce chapitre, différentes techniques de contrôle des dépôts ont aussi été abordées. Ici encore, la liste n'est pas exhaustive et il existe aussi d'autres techniques de contrôle des dépôts.
L'ellipsométrie est l'une d'elles [36],[37] : cette technique consiste à analyser le changement d'état de polarisation d'une onde de lumière monochromatique polarisée rectilignement qui après réflexion sur la surface à mesurer (substrat en cours de traitement) voit son état de polarisation devenir elliptique. Le but est de caractériser l'ellipticité de l'onde réfléchie afin d'en tirer les informations utiles à un instant t du dépôt : épaisseur, indice de réfraction, dispersion, etc...D'autres paramètres peuvent être modélisés comme l'homogénéité de la couche en cours de dépot, son état de surface, etc...

L'utilisation de cette technique de contrôle optique nécessite une très bonne connaissance du modèle physique des matériaux utilisés pour le dépôt. Suivant le modèle mathématique utilisé pour le traitement et l'analyse des données récoltées durant un dépôt, les résultats peuvent être très différents, il est donc assez difficile d'employer cette méthode de contrôle. Néanmoins, contrairement aux contrôles spectrophotométriques, l'ellipsométrie est très sensible à des croissances de couches extrêmement fines, de l'ordre de quelques Angströms.
Cette technique de contrôle a été rapidement exclue au début des travaux de thèse étant donné les contraintes d'espace dans la machine et les instabilités mécaniques (comme cela sera développé dans le prochain chapitre) rendent l'utilisation de cette technique hasardeuse.

Les différentes techniques de contrôle de dépôt ont fait l'objet dans la littérature de comparatifs [38], [39], [40]. Le contrôle large-bande semble mieux adapté au contrôle de designs où les spécifications spectrales attendues concernent de nombreuses longueurs d'onde (anti-reflets ou miroir large-bande, passe-bande,etc...). Tandis que le contrôle monochromatique semble être meilleur pour le contrôle d'un design d'empilement où une seule longueur d'onde est importante (filtre Notch, passe-bande étroit, etc...). Mais il est possible d'égaler les performances du contrôle monochromatique sur son terrain de prédilection avec un contrôle large-bande dont on a réduit le domaine spectral de contrôle autour de la longueur d'onde d'intérêt [40], [12]. D'autres ont fait le choix de combiner la simplicité d'utilisation du contrôle large-bande et la précision d'une mesure monochromatique après dépôt pour caractériser l'empilement réalisé [13].
On l'aura compris, de nombreuses techniques existent et sont toutes en voie d'amélioration constante. Néanmoins, dire si il y a une technique meilleure que les autres est difficile. Il semble que le mieux est d'avoir plusieurs techniques de contrôle optique disponibles pour une même machine afin de pouvoir adapter la stratégie de contrôle en fonction de l'empilement à réaliser.

Pour la suite de ce manuscrit, on ne parlera que du contrôle optique large-bande par fonction de mérite. Cet algorithme de contrôle a l'avantage d'être très simple à mettre en place et étant donné les contraintes du système qui seront exposées dans le chapitre suivant, se prête le mieux à un contrôle performant dans la machine de dépôt qui a été utilisée.
Nous arrivons maintenant au cœur du travail qui a été réalisé durant cette thèse, à savoir la conception et l'installation depuis zéro d'un système de contrôle optique dans une machine aux dimensions inhabituelles.

Chapitre 2

Installation optique et traitement du signal

Introduction

Dans cette partie, nous nous intéresserons à la machine qui a servi durant les travaux de thèse et qui a fait l'objet de modifications afin d'accueillir le système optique de contrôle. Le système optique et l'optomécanique du contrôle de dépôt de couches minces optiques seront ensuite détaillés afin de donner une vue d'ensemble du système physique permettant de sonder avec un faisceau lumineux les empilements en cours de dépôt dans la machine. Enfin, le système logique sera expliqué. Celui-ci permet la mesure des caractéristiques spectrales à chaque instant de l'empilement déposé et permet le traitement de ces données afin de décider d'arrêter le dépôt au bon moment pour d'obtenir des empilements optiques les plus proches de la théorie.

2.1 La machine de dépôt : le "Grand Coater"

Cette machine de dépôt sous vide de couches minces optiques par pulvérisation par faisceau d'ions (IBS) est la plus grande machine de dépôt du laboratoire. Il s'agit également de la plus grande machine de dépôt par IBS du monde. C'est dans cette machine aux dimensions exceptionnelles (dimensions de la chambre à vide : 2.2 x 2.2 x 2 mètres) que les travaux de thèse qui sont décrits dans ce manuscrit se sont déroulés (Figure 2.1).

FIGURE 2.1 – Deux photographies du Grand Coater : à gauche, la face avant de la machine, côté salle blanche ISO3. A droite, l'arrière de la machine, côté salle grise. Crédits : Cyril FRESILLON/LMA/CNRS Photothèque.

Ce bâti de dépôt a été conçu par le laboratoire et construit (ainsi que le bâtiment qui l'abrite) pour traiter les optiques de la première génération de l'interféromètre gravitationnel VIRGO situé en Italie [5].
Cette machine a effectué les dépôts de couches minces sur toutes les optiques principales (ainsi que la plupart des optiques secondaires) des différentes générations de VIRGO ainsi que sur les pièces optiques principales (c'est-à-dire les optiques des cavités des deux bras des interféromètres, les "Core optics") des deux interféromètres gravitationnels de la génération aLIGO (advanced LIGO) situés aux Etats-Unis, à Hanford (Etat de Washington)

et Livingston (Etat de Louisiane).
Les dimensions exceptionnelles de la machine permettent de traiter jusqu'à deux substrats simultanément, ayant des dimensions pouvant aller jusqu'à 350 millimètres de diamètre, en rotation planétaire ou un seul substrat jusqu'à 1 mètre de diamètre en rotation simple.

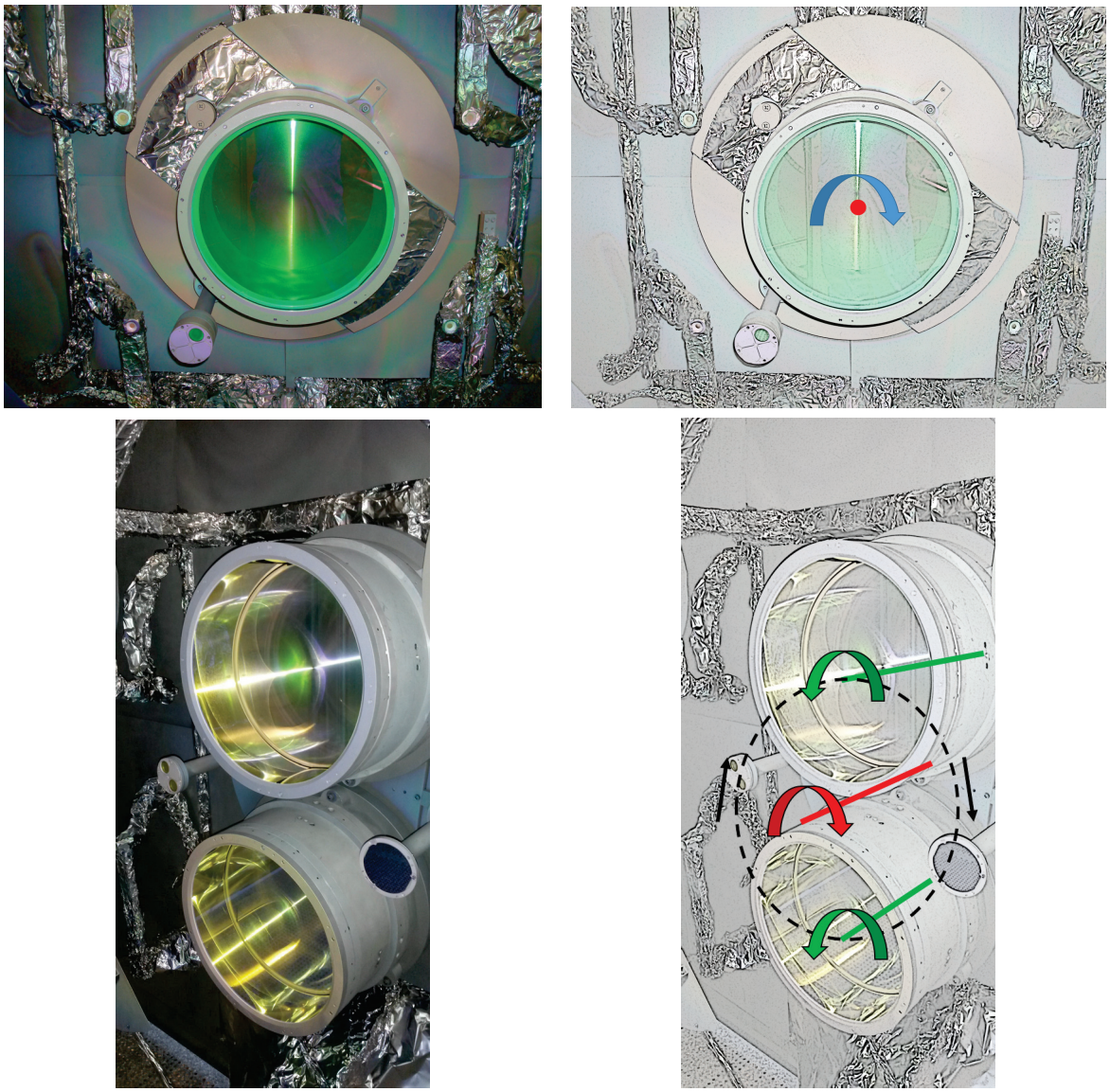


FIGURE 2.2 – Photographies des deux modes de rotation des porte-substrats du Grand Coater. En haut, la CP02 (compensation plate) d'Advanced VIRGO qui vient d'être traitée en rotation simple. En bas, deux ITM (Input Test Mass) d'Advanced VIRGO qui ont été traités simultanément en rotation planétaire. Les deux images sur le côté droit sont les mêmes, mais après application d'un filtre esthétique et ajout des axes de rotation.

En rotation planétaire (Figure 2.2), deux porte-substrats (planètes) tournent autour d'un axe principal (flèche rouge) et aussi sur eux-mêmes (flèches vertes) sur des axes de rotation secondaires. Les centres des rotations secondaires décrivent un cercle autour de l'axe principal de la rotation. En rotation simple, le porte-substrat est sur l'axe principal de rotation. Ces deux modes de rotation du substrat influenceront la géométrie de l'instal-

lation du système optique de contrôle : ceci sera l'objet de la prochaine partie dédiée à l'installation optomécanique dans la machine.

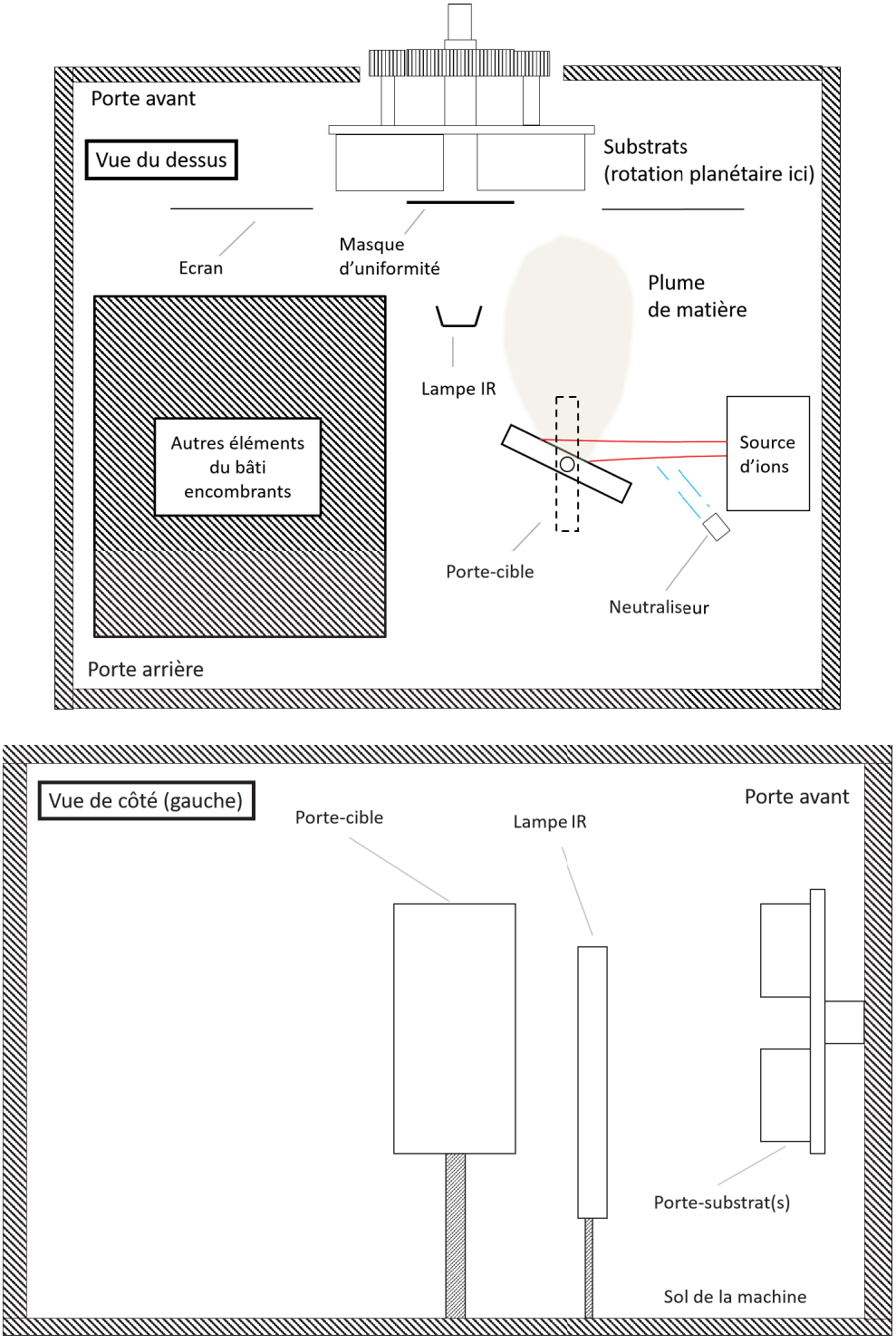


FIGURE 2.3 – En haut, schéma vu du dessus de l'intérieur de la machine de dépôt. En bas, un schéma vu de côté de l'intérieur.

La machine de dépôt se présente comme-ci (Figure 2.3) : le porte-substrat est situé sur la porte avant (Figure 2.1, gauche), devant lui viennent se placer un masque d'uniformité qui est une plaque métallique découpée suivant une forme précise qui "répartit" correctement la matière pulvérisée vers la surface du substrat à traiter et un écran de protection qui

protège entièrement la surface du substrat lorsqu'il est fermé afin d'arrêter le dépôt d'une couche de matière au moment voulu.
Face au substrat, se situe une lampe IR (infrarouge) qui sert à chauffer le substrat afin de faciliter la réorganisation de la matière déposée à sa surface lors du dépôt. D'un côté de cette lampe, un porte-cibles [1] est monté sur un axe rotatif afin de donner un angle choisi par rapport à la source d'ions qui est placée contre la paroi de la chambre.
Typiquement, l'uniformité obtenue sur des dépôts faits dans cette machine est de 0.1 % P-V (pic à vallée) et des planéités de 0.37 nm RMS sur 150 mm de diamètre ont été atteintes [41].
Ce bâti de dépôt est situé dans une salle blanche ISO 3 (Figure 2.4), norme ISO 14644-1 ou classe 1 selon la classification US Federal Standard 209. L'extrême propreté du lieu combinée à un contrôle poussé des conditions environnementales (hygrométrie, l'air dans la salle soufflé en flux laminaire, etc...) assure qu'aucune particule de poussière ou presque ne vienne se déposer à la surface d'une optique avant ou après son traitement pouvant provoquer de ce fait, de la diffusion ou de l'absorption de lumière.

FIGURE 2.4 – Photographie d'une partie de la salle blanche du LMA. Crédits : Cyril FRESILLON/LMA/CNRS Photothèque.

1. Une "cible" est une plaque de la forme que l'on veut (ronde, carrée, rectangulaire, etc...) réalisée de la matière que l'on souhaite pulvériser lors du dépôt. Généralement, ces plaques sont brasées (soudure de deux éléments à l'aide d'un matériau intermédiaire chauffé légèrement en dessous de son point de fusion) sur une autre pièce mécanique qui sert à fixer la cible à l'endroit souhaité dans le bâti de dépôt. Un système de refroidissement (à eau) est aussi installé dans le porte-cibles afin de prévenir un chauffage trop important de celles-ci lors de la pulvérisation. Lors d'un dépôt, ces cibles s'usent, se creusent du fait de l'impact du faisceau d'ions à leur surface et doivent être changées régulièrement.

2.2 Le montage optomécanique

2.2.1 Introduction aux contraintes d'espace

La machine de dépôt ayant des dimensions inhabituelles et ayant été conçue il y a environ 20 ans à un moment où l'on ne prévoyait pas de contrôle optique, il a fallu concevoir un système optomécanique lui aussi inhabituel pour faire face à un premier problème : l'imposante porte avant de la machine supporte une mécanique complexe destinée à faire tourner le porte-substrat, mais aussi à actionner l'écran et changer de masque d'uniformité entre les différentes couches d'un empilement déposé.
Il a été décidé rapidement qu'il n'y aurait pas de voie en transmission pour le contrôle optique car cela aurait nécessité de percer non seulement la porte mais aussi à travers le "mille-feuille" d'éléments mécaniques présents sur celle-ci. Cette opération aurait été trop lourde et aurait nécessité une longue immobilisation de la machine qui par ailleurs est une des machines les plus actives du laboratoire. En effet, elle a été utilisée pour la fabrication des grandes optiques d'Advanced Virgo [5],[6] et pour les optiques d'Advanced LIGO [7],[8] qui ont servi à la première détection des ondes gravitationnelles en 2015 [42]. Le contrôle se fera alors uniquement en réflexion.

D'autres difficultés viennent s'ajouter à l'installation d'un système optique : l'axe primaire de rotation du porte-substrat est situé à presque un mètre du sol de la machine, il faut donc fixer le système optique à cette hauteur (du moins pour la configuration en rotation simple afin de contrôler les épaisseurs au centre du substrat). On ne peut pas utiliser de hublots car seules les portes en ont et ne sont pas bien situées en regard de la surface à mesurer. Les hublots de la porte arrière sont situés à presque 2 mètres de la surface à mesurer et le chemin dans l'espace libre situé entre le centre de la rotation et ces hublots est obstrué par de nombreux éléments (lampe IR, porte-cibles, sources, etc...).
Pour utiliser un système optique installé sur la porte arrière et visant le plan de dépôt, il aurait fallu installer des miroirs de renvoi à l'intérieur de la machine à différents endroits afin de contourner les obstacles. L'espace libre autour des éléments à l'intérieur de la machine est assez vaste et rien ne permet d'installer facilement des miroirs "suspendus" à la bonne hauteur autrement que par des tiges ou des pylônes placés à divers endroits de la machine : on obstruerait encore plus l'intérieur de la machine rendant le travail plus difficile pour les opérations de maintenance.
Une autre difficulté vient de la mesure en réflexion : un changement d'angle de la surface du substrat en rotation dû à des imperfections de la mécanique qui retient le porte-substrat, se traduit par une déflexion du faisceau par rapport à son axe optique. Une précession est alors induite sur le faisceau en réflexion autour de son axe optique pouvant changer le signal reçu à chaque instant durant le dépôt. Plus la distance entre la surface du substrat et le système optique en réception est importante, plus l'écart entre le faisceau lumineux et son trajet théorique est grand, il faut donc s'approcher.

La solution serait de s'approcher au plus près de la surface à mesurer comme par exemple en accrochant un système optique compact au masque d'uniformité qui est proche de l'optique. L'avantage aurait été double :

— Les optiques auraient été protégées du dépôt par la largeur du masque

— On serait au plus près de la surface à sonder ce qui éliminerait quasi-entièrement les problèmes de stabilité du faisceau en réflexion

Néanmoins, étant donnés les efforts qui ont été consentis depuis quelques années pour l'amélioration de l'uniformité des dépôts réalisés dans cette machine et le niveau d'uniformité atteint, le moindre changement dans cette zone stratégique à l'avant du porte-cible aurait eu des répercussions très importantes sur la qualité de l'uniformité. De plus, un masque différent est utilisé pour chaque matériau pulvérisé dans la machine : on alterne entre les masques durant un même dépôt afin d'optimiser l'uniformité d'une couche en fonction de la matière pulvérisée. On n'aurait donc pas pu installer un système optique sur un masque qui serait en place durant une couche et déplacé en dehors de toute zone utile à la suivante.

La solution retenue est celle d'installer le système optomécanique dans le bâti de dépôt, à l'arrière du porte-cible et d'utiliser l'espace disponible entre les éléments mécaniques présents dans le bâti pour avoir une visée directe sur le substrat en rotation simple ou planétaire (Figure 2.5).

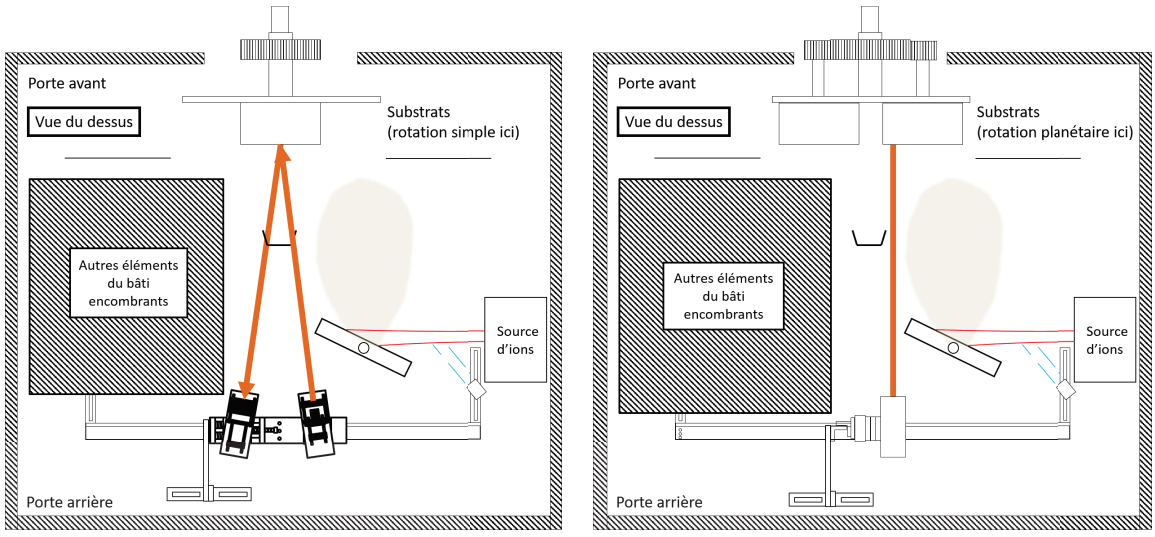


FIGURE 2.5 – Deux schémas des configurations optiques dans la chambre à vide. A gauche, le schéma de la configuration en rotation simple : le système optique focalise alors au centre de la rotation. A droite, le schéma de la configuration planétaire : on focalise la lumière sur le centre de la rotation secondaire. Pour une vue de côté, voir la figure 2.11

Deux configurations de montage optomécaniques ont été réalisées et ce afin de répondre à deux contraintes :

— En rotation simple, il n'y a pas de masquage, on peut donc viser avec le faisceau

lumineux le centre de la rotation. Chose qui ne peut être faite en rotation planétaire (en installant un témoin au centre par exemple) car le masque étant centré sur l'axe principal, celui-ci cacherait un éventuel témoin placé au centre. Il n'y a pas non plus la place de mettre un substrat témoin entre les deux planètes.

— En rotation planétaire, on voudrait mesurer les pièces directement et non sur un témoin. La configuration optomécanique telle que présentée en figure 2.5 à gauche ne pourrait (au vu des contraintes d'espace dans le bâti) pas faire l'affaire pour la rotation planétaire (substrat témoin au centre, entre les deux planètes).

2.2.2 La rotation simple

Le système optomécanique a été entièrement conçu, réalisé, assemblé et réglé in situ par et au LMA.

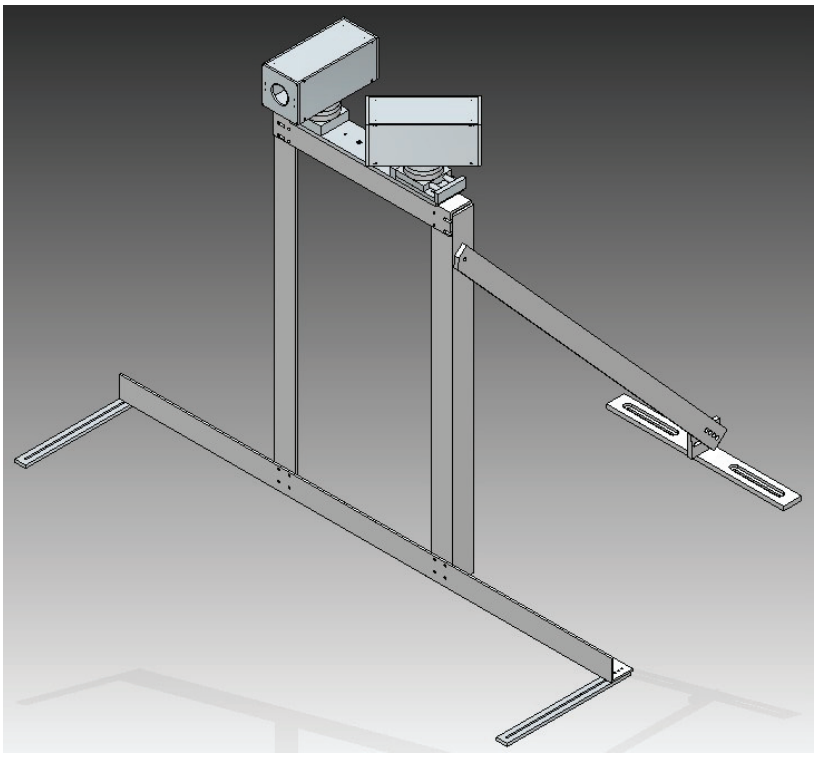


FIGURE 2.6 – Rendu 3D de l'assemblage optomécanique pour la configuration de rotation simple du bâti de dépôt.

Cet assemblage optomécanique est disposé dans le bâti de dépôt comme présenté à la figure 2.5 (gauche), à l'arrière du porte-cible, ne créant pas d'ombrage et ne recevant pas directement de la matière pulvérisée. La distance entre les optiques et le plan de dépôt (1ère surface du substrat) est d'environ 1 mètre. La mesure s'effectue en réflexion avec un angle d'incidence de 10° par rapport à la normale à la surface du substrat. Cet angle a été choisi principalement pour deux raisons :

— Cet angle est suffisamment grand pour permettre de viser le centre de la rotation

simple avec le faisceau lumineux sans bouger la lampe IR en place (la lampe étant à l'avant du porte-cible, celle-ci a été intégrée dans les calculs du dispositif mis en place pour assurer une uniformité suffisamment bonne).

— L'angle a été choisi au maximum de 10° car on limite ainsi les effets de découplage de la polarisation de la lumière entre les polarisations S (TE) et P (TM) et cela nous permet de ne pas tenir compte de l'état de polarisation de la lumière arrivant sur le substrat.

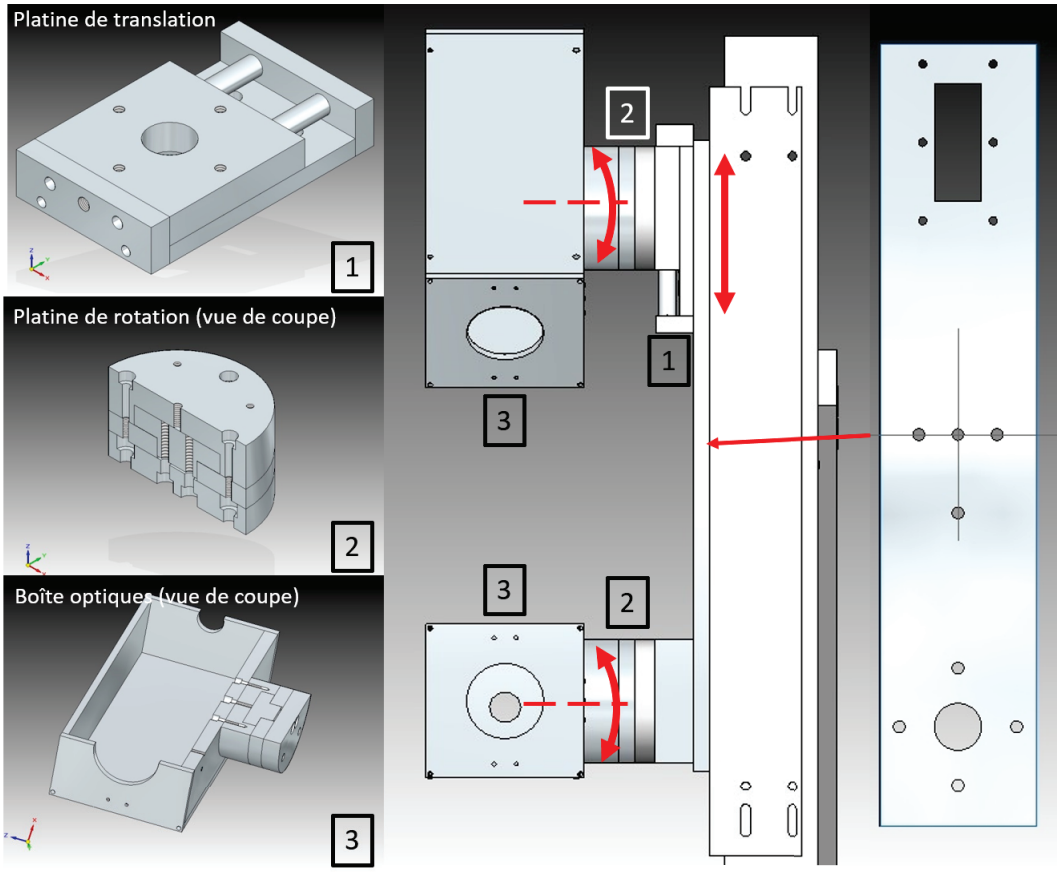


FIGURE 2.7 – Vue agrandie de la partie haute de l'installation optique pour la rotation planétaire. Les différents éléments optomécaniques sont recensés à gauche et pointés à droite.

Dans la pratique, cet assemblage crée une table optique sur pied. Les optiques sont placées dans deux boites de protection (car à l'intérieur d'un bâti de dépôt il y a toujours un peu de matière qui se disperse un peu partout) afin d'éviter un dépôt sur celles-ci. Un trou est mis à l'avant de ces boîtes et fermé par des fenêtres en verre afin de laisser la lumière passer tout en protégeant le contenu. Ces deux boîtes conçues et fabriquées au LMA, sont vissées sur des platines de rotation qui permettent d'orienter les optiques selon les besoins (Figure 2.7).

Les deux platines de rotation sont fixées différemment l'une de l'autre : la première (celle qui contient les optiques pour émettre la lumière vers le substrat) est vissée sur une plaque épaisse chargée d'égaliser précisément la hauteur entre les deux boîtes d'optiques.

La deuxième platine de rotation, quant à elle, est vissée sur une platine de translation ; platine qui permet d'ajuster l'écartement entre les deux systèmes optiques d'émission et de réception de la lumière. Enfin ces deux "têtes" (ensembles boite d'optiques + platine de rotation + réhausseur/platine de translation) sont vissées sur une plaque dont les trous ont été placés de telle manière que l'écartement de base entre les deux têtes soit compatible avec un faisceau lumineux d'angle d'incidence de 10° à la surface du substrat. Néanmoins, la lumière [2] visible en haut de la plaque de soutien permet un réglage de la platine de translation afin de s'adapter au réglage nécessaire à l'intérieur de la machine.

Les platines (rotation et translation) étant placées à l'intérieur du bâti, leur cahier des charges devait respecter certaines spécifications :

— Les matières composant les éléments mécaniques et de lubrification doivent être compatibles ultra-vide (en l'occurence permettre une descente en pression à l'intérieur de la machine jusqu'à 10^{-8} torr qui est la pression de base du bâti).
— N'avoir aucun élément contaminant : si par action mécanique de frottement ou d'usure simple, des poussières devaient être générées et se déposer sur les cibles ou les optiques, cela ne devait pas contaminer l'enceinte sous vide.
— Être stables : suffisamment pour supporter le poids des boîtes avec les optiques à l'intérieur et la tension de la fibre optique à la verticale (configuration opto-mécanique pour la rotation planétaire). Car si l'on tient compte des optiques, de leurs montures, du système d'alignement (cages) et des boîtes de protection, il y a environ 4 à 5 kg de matériau à supporter à la verticale.
— Résister à une température de 150° C.

Le problème avec les éléments standards des équipementiers, c'est qu'il aurait fallu démonter les platines pour les nettoyer minutieusement pour enlever les graisses contaminantes et ceci n'est pas faisable avec toutes les platines. De même, il n'est pas aisé de trouver des platines de rotation qui supportent le poids à la verticale et la température tels que demandés ici. Des platines compatibles vide sont disponibles dans le commerce mais pour des raisons budgétaires, on a préféré les fabriquer selon nos besoins.

2. En mécanique, une "lumière" est un trou traversant complètement une pièce de part en part.

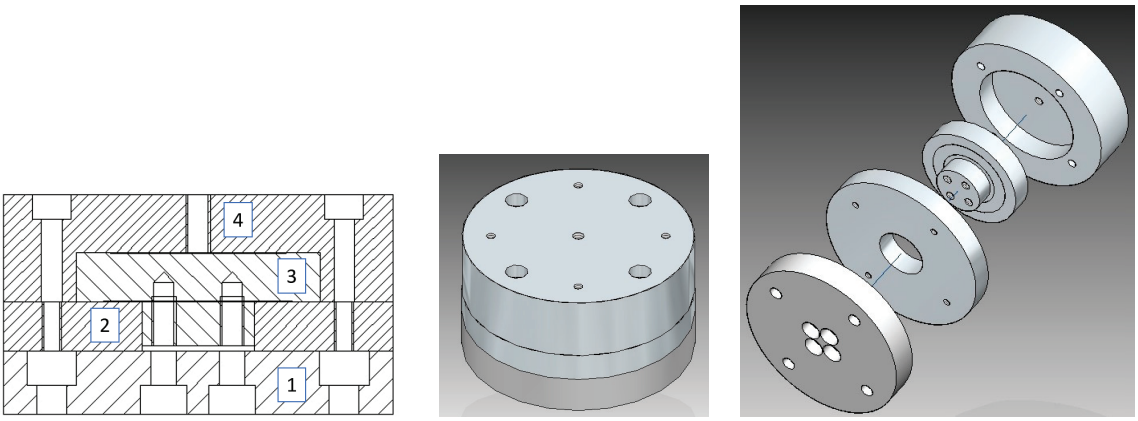


FIGURE 2.8 – Trois vues de la platine de rotation : à gauche le plan de coupe dans la hauteur. Au milieu, la vue tridimensionnelle isométrique et à droite la vue éclatée. Les numéros sur le plan de l'assemblage à gauche correspondent aux pièces suivantes : 1 : base, 2 :anneau, 3 :"T", 4 :plaque de jonction.

Les platines de rotation (Figure 2.8) sont en trois parties : une plaque servant de base (pièce 1, figure 2.8) vient se visser sur un des deux supports prévus en dessous (platine de translation ou réhausseur) afin de maintenir la platine de rotation en place. Une pièce en "T" (pièce 3, figure 2.8) qui sert d'axe de pivot est prise en "sandwich" entre deux autres pièces (l'anneau, pièce 2 et la plaque de jonction, pièce 4) qui viennent la contraindre sur l'axe latéral mais laisse un faible espace suivant l'axe de rotation pour un serrage par dessous (avec des vis traversant la base) afin de bloquer l'ensemble. La base et le "T" représentent l'axe de rotation de la platine et l'ensemble anneau plus plaque de jonction tournent autour sans contrainte. Lorsqu'on serre les vis passant au travers de la base on écrase le "T" contre l'anneau qui vient à son tour se serrer contre la base. Les forces de frottement tiennent fermement en place la rotation qui est alors bloquée. Il suffit de desserrer les vis par dessous pour libérer la contrainte dans l'axe et faire tourner à nouveau librement la platine.

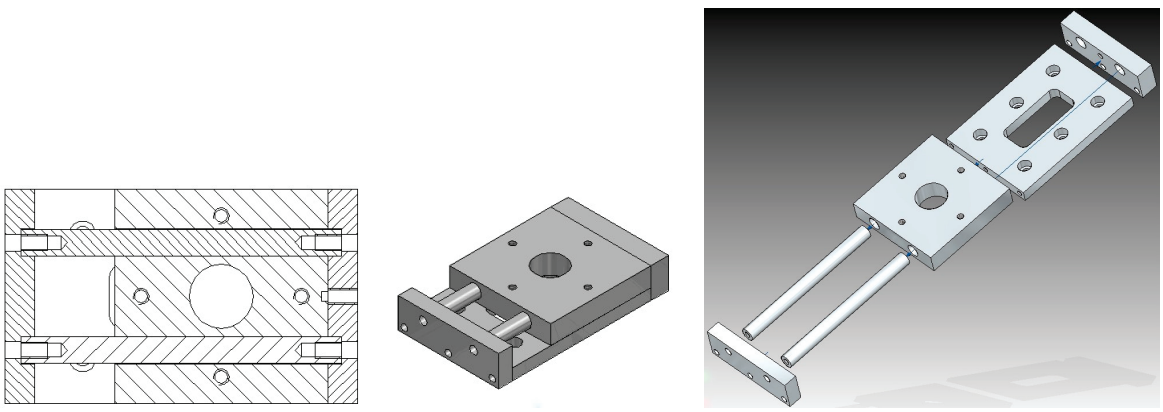


FIGURE 2.9 – Trois vues de la platine de translation : à gauche le plan de coupe dans la longueur. Au milieu, la vue isométrique et à droite la vue éclatée.

Le design de la platine de translation est simple (Figure 2.9) : une plaque de base permet la fixation de la platine sur la plaque de soutien. Deux pièces rectangulaires servant de butées à la translation sont vissées de part et autre de la base, ces pièces soutiennent aussi les deux tiges guides pour le chariot. Enfin un chariot passe librement au travers des deux tiges guides parallèles. Le chariot est percé de trous afin d'y fixer la platine de rotation d'une des deux boîtes optiques et un trou central plus large permet le serrage des vis de blocage de la platine de rotation. Enfin deux ressorts à la constante de raideur suffisamment élevée sont placés sur les deux barreaux guides pour exercer une poussée sur la vis de réglage à l'opposé afin de bloquer le système de manière passive.

Ces platines et leur boîtes contenant les optiques nécessaires au système sont montées sur une plaque de soutien (Figure 2.7) elle aussi percée de lumières afin de laisser passer une clé de serrage pour bloquer le mouvement des platines de rotation autour de leur axe. Cette plaque de soutien avec les éléments qui sont vissés dessus peuvent être pris à la fois pour la configuration en rotation simple ou planétaire. Il suffit de la dévisser et de la mettre dans l'autre configuration.
L'ensemble est fixé sur un châssis vissé au sol de la chambre qui peut être réglé en profondeur par rapport au plan de dépôt grâce à ses deux réglets à l'avant (Figure 2.6), une barre inclinée et fixée au sol permet de rigidifier la tenue verticale et de régler si besoin est, l'inclinaison de l'ensemble.

2.2.3 La rotation planétaire

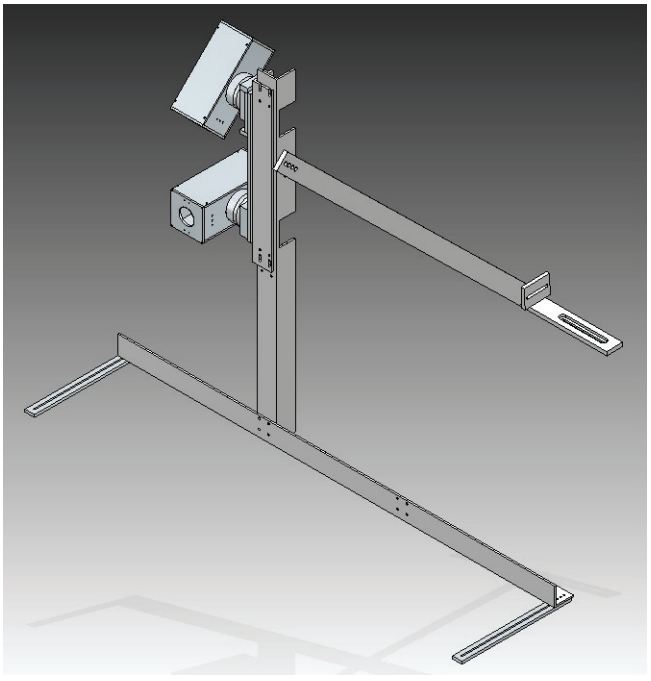


FIGURE 2.10 – Rendu 3D de l'assemblage optomécanique pour la configuration de rotation planétaire du bâti de dépôt.

En ce qui concerne la rotation planétaire, peu de choses sont à ajouter par rapport à la configuration optomécanique pour la rotation simple. Les optiques ont le même réglage car on est à la même distance du plan de dépôt, mais elles sont maintenant inclinées à 90° et donc mises verticalement (Figure 2.5, droite) afin de pouvoir viser le centre de la rotation secondaire (le centre des planètes, figure 2.11, en haut).
A cause du manque de place entre les éléments à l'intérieur du bâti, il ne restait plus que quelques endroits disponibles pour viser le centre de la rotation secondaire. Le point choisi fût celui en bas à droite pour une raison évidente : il est plus simple de stabiliser un châssis dont la hauteur maximale est la plus basse possible.

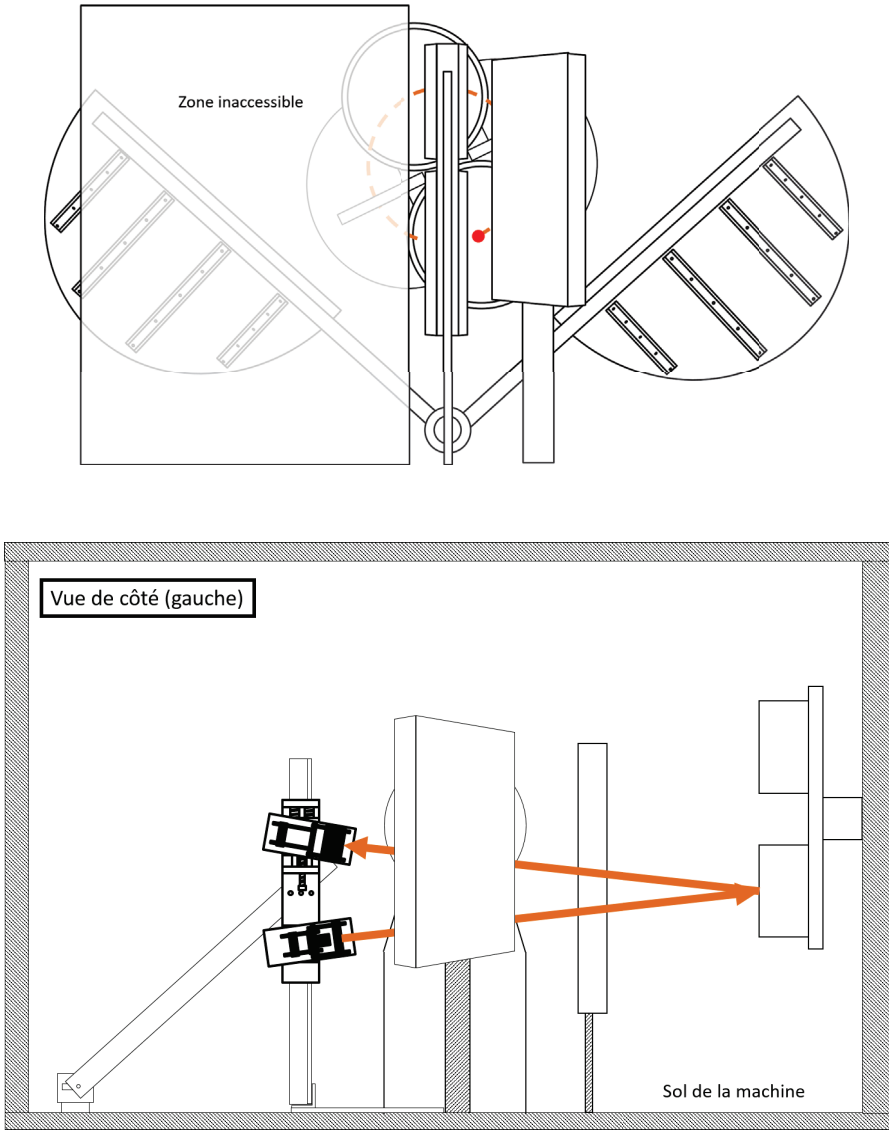


FIGURE 2.11 – En haut, vue schématique du porte-substrats en rotation planétaire, vu de l'arrière des porte-cibles. Le cercle en pointillés orange montre le trajet des centres des planètes lors de la rotation. Le point rouge montre le point de focalisation du faisceau lumineux. En bas, vue schématique de l'intérieur du bâti de dépôt, vue du côté gauche. Les flèches oranges indiquent le trajet du faisceau lumineux en configuration planétaire.

2.3 Le système optique

Le principe de la mesure spectrophotométrique est simple : on désire envoyer une lumière depuis une source lumineuse sur un substrat témoin durant un dépôt puis récupérer les faisceaux lumineux réfléchis par les deux surfaces du substrat dans le système spectrophotométrique qui nous permettra d'avoir les informations de la couche mince en train de croître.
Le type de système optique qui sera utilisé afin de réaliser ce type de mesures devra alors répondre à des considérations uniquement photométriques et n'a aucunement besoin d'être optimisé à des fins d'imagerie. Il suffit qu'à chaque instant du dépôt, on récupère toute la lumière qui a été réfléchie par le substrat témoin.

Néanmoins, d'autres contraintes pèsent sur la conception du système optique. La plus importante est certainement la distance imposée entre l'emplacement du système optique et l'échantillon à mesurer : dans notre cas, il s'agirait d'un trajet optique, aller/retour (puisque seule la mesure en réflexion est disponible dans la machine) d'environ 2 mètres. Connaissant les problèmes typiques lorsqu'on travaille en lumière blanche (lumière constituée de nombreuses longueurs d'onde en faisceau lumineux incohérent) tels que les aberrations chromatiques qui élargissent le faisceau lumineux en fonction de la distance de propagation, la faiblesse de flux aux différentes longueurs d'onde constituant la lumière comparé à un laser, etc ..., il nous faut un système optique qui puisse contraindre le faisceau à passer par là où l'on veut. Il est aussi important de pouvoir récupérer autant de lumière que possible afin que les temps d'intégration sur le spectrophotomètre ne soient pas trop longs.

On commencera le détail du système optique par la source de lumière qui éclaire celui-ci. Plus exactement, on va parler des fibres optiques qui, d'une part vont emmener la lumière depuis la lampe halogène jusqu'à l'intérieur du bâti de dépôt et d'autre part récolter la lumière réfléchie qui sera reliée au spectrophotomètre. La fibre d'émission sera alors véritablement la source de lumière dans la machine et à ce titre ses caractéristiques sont importantes pour la suite.

2.3.1 La fibre optique

La lumière sortant d'une fibre optique multimode à saut d'indice est un cône dont le sommet est un disque de la taille du coeur de la fibre et dont l'angle d'émission maximum respecte l'équation suivante (avec sortie du faisceau dans l'air) :

$$\theta = \arcsin(\sqrt{n_1^2 - n_2^2}) \tag{2.1}$$

Où :

— θ est l'angle de sortie du cône de lumière.

— n_1 est l'indice de réfraction du cœur de la fibre.

— n_2 est l'indice de réfraction de la gaine de la fibre.

A partir de cette relation, on définit ce que l'on appelle l'ouverture numérique de la fibre et qui est déterminée comme le sinus de l'angle θ (Figure 2.12). Dans notre cas l'ouverture numérique de la fibre utilisée dans le bâti de dépôt est de 0.22 ± 0.02 en émission et en réception.

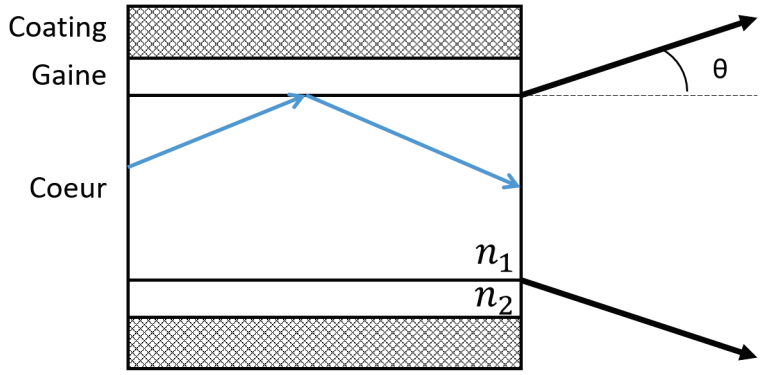


FIGURE 2.12 – Schéma du tronçon final (sortie) d'une fibre optique à saut d'indice multimode. n_1 et n_2 sont les indices de réfraction, respectivement, du coeur et de la gaine de la fibre. L'angle θ est l'angle maximum du cône de lumière sortant de la fibre.

Ce qui veut dire aussi que pour injecter de la lumière à l'intérieur de cette fibre optique il faut que le sinus de l'angle d'incidence des rayons lumineux à la surface du coeur de la fibre ne soit pas plus grand que l'ouverture numérique de celle-ci. De même que le diamètre de la tache lumineuse ne doit pas être plus grand que le diamètre du coeur de la fibre. Tout ceci afin de respecter les conditions de réflexion totale interne entre le coeur et la gaine de la fibre.

Deux fibres optiques ont été installées dans la machine de dépôt afin de relier le système optique composé des différentes lentilles au spectrophotomètre et à la lampe. Les fibres optiques utilisées sont à coeur circulaire et ont des diamètres différents : la fibre reliée à la lampe à un diamètre de 200 μm afin d'obtenir une source quasi ponctuelle et la fibre reliée au capteur du spectrophotomètre un diamètre de 1000 μm afin d'avoir des tolérances sur un possible désalignement du faisceau lumineux à son entrée.
Les deux fibres optiques sont en silice afin de garantir une transmission supérieure à 99 % sur toute la bande spectrale allant de 400 nm à 2400 nm. Ces fibres optiques ont été conçues[3] de telle manière qu'elles puissent être utilisées à l'intérieur de la machine de dépôt sous vide (jusqu'à 10^{-8} torr) et à chaud (elles peuvent résister à des températures

3. L'ensemble des fibres optiques plus le passage de la paroi dans laquelles elles s'insèrent à été fabriqué par les sociétés Fiberguide (USA) et amsTECHNOLOGIES (France).

allant jusqu'à 150 °C). Les deux fibres commencent leur trajet à l'air libre (raccordé à la lampe et au spectrophotomètre), traversent la paroi de la machine sans raccordement puis continuent sous vide jusqu'au deux télescopes en émission et en réception. Le passage des fibres au travers de la paroi de la machine sans raccordement est important et la conception des fibres a été réalisée dans ce sens. Car habituellement lorsqu'on veut faire entrer des fibres optiques dans une machine de dépôt sous vide, on utilise ce que l'on appelle des coupleurs. Ils consistent à mettre en vis-à-vis à une distance extrêmement proche la fibre qui sert à faire entrer la lumière à l'intérieur du bâti et un bout de fibre hermétiquement emprisonnée dans la paroi de la machine afin de guider la lumière au travers de celle-ci et de faire ressortir la lumière de l'autre côté (Figure 2.13). Cette solution peut sembler plus simple à mettre en oeuvre mais elle comporte une contrepartie assez gênante : à chaque couplage de fibres en vis-à-vis, les montages de coupleurs entrainent des pertes de lumière de 30 %. Dans notre cas, sachant que la lumière doit faire un aller-retour dans le bâti de dépôt, on aurait un passage par quatre coupleurs ce qui signifie qu'à l'aller il ne resterait plus que 49 % de la lumière émise et qu'au retour le flux de lumière réfléchie par le substrat témoin serait à nouveau réduit de moitié.

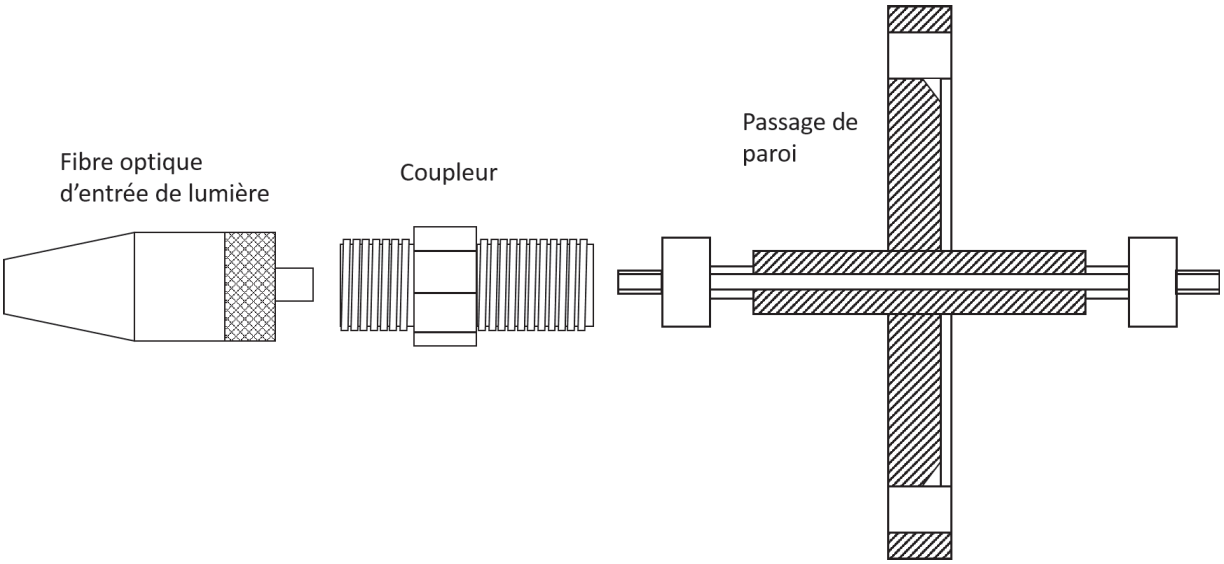


FIGURE 2.13 – Schéma du montage d'une fibre arrivant dans le bâti de dépôt par coupleur sur un passage fibré et compatible vide.

La solution à ce problème aurait été de choisir une source lumineuse plus intense mais à l'achat du spectrophotomètre, une lampe était déjà fournie. Celle-ci est contrôlée en tension et assure une stabilité du flux sur une longue période de temps (voir Figure 2.47). De plus, dans le cas de la rotation planétaire, il faut assurer un temps d'intégration court pour que l'on puisse mesurer un substrat témoin de 1" de diamètre passant dans le faisceau lumineux à chaque tour du porte-substrat. On a choisi des fibres dont la longueur est sans coupure au niveau du passage de la paroi de la chambre de dépôt, ce qui assure le maximum de flux entrant dans la machine.

Les deux fibres optiques utilisées sont toutes deux scellées dans un même passage à vide CF (Figure 2.14). Les deux fibres optiques sont entièrement gainées et scellées dans des tubes flexibles en acier inoxydable de 7 mètre de long chacune afin de les protéger d'un éventuel dépôt de matière qui pourrait se faire à leur surface.

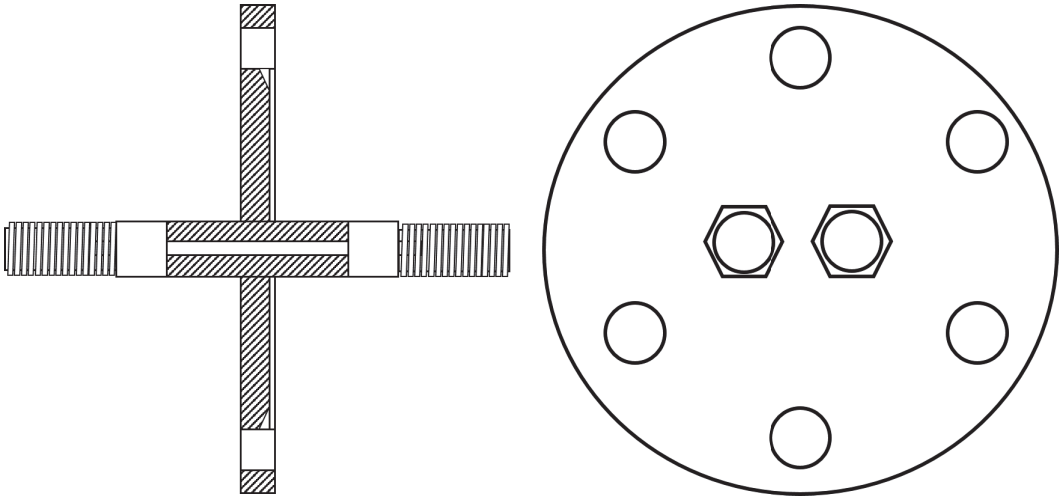


FIGURE 2.14 – Schéma du passage de la paroi du bâti de dépôt par la fibre optique sans coupleur. À gauche la vue de profil de l'ensemble. À droite la vue de face avec les deux fibres scellées sur un même passage de vide.

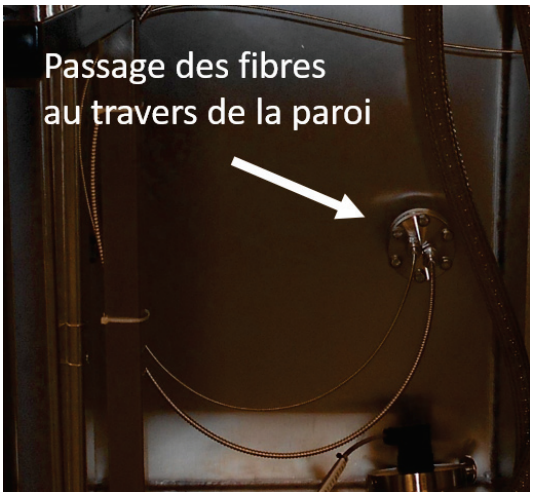


FIGURE 2.15 – Photographie du côté de la machine de dépôt où les fibres passent au travers de la paroi grâce au passage étanche.

Ainsi sans discontinuité des fibres, on s'assure que le flux maximal est collecté depuis la lampe, envoyé sur le substrat témoin puis récupéré dans la deuxième fibre qui se chargera d'emmener cette lumière jusqu'au spectrophotomètre. Ainsi avec le système optique complet, on arrive à atteindre le temps minimal d'intégration du spectrophotomètre c'est-à-dire 12 ms pour le module visible et 1 à 2 ms pour le module proche infrarouge.

2.3.2 Le montage optique

Un système en double télescope a été retenu (système télécentrique) pour le montage optique. Plusieurs avantages y sont associés : il récupère toute la lumière qui a été émise (en enlevant évidemment les réflexions multiples aux lentilles et la possible perte du flux de la face arrière d'un substrat épais). Il permet également de contrôler la taille du faisceau lumineux qui viendra frapper la surface du substrat témoin. Ceci est important car il est possible que de petits substrats servent de témoin et toute la lumière doit être contenue dans la surface avant du substrat. Étant donné que le système optique est déporté par rapport au spectrophotomètre (celui-ci est à l'extérieur de la machine tandis que le système optique est à l'intérieur) l'utilisation de fibres pour l'envoi et la réception de lumière a été choisie. Le système télécentrique permet de contrôler l'angle d'incidence des rayons lumineux arrivant sur la fibre en collection qui récupérera la lumière après la réflexion sur le substrat témoin garantissant ainsi tout au long du dépôt une quantité égale de lumière reçue. Ce système permet aussi de maitriser la taille du spot lumineux afin que toute la lumière entre dans le cœur de la fibre de collection.

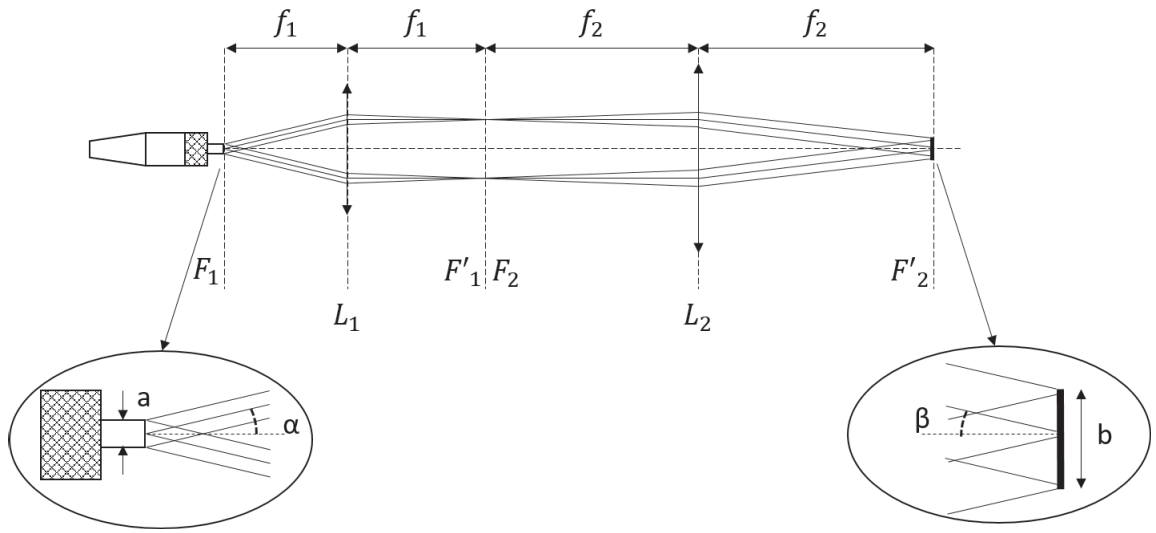


FIGURE 2.16 – Schéma de la première partie du montage optique présent dans le bâti de dépôt. f_1 est la distance focale de la lentille L_1 et f_2 est la distance focale de la lentille L_2. F_1 et F_2 sont les plans focaux des lentilles L_1 et L_2. a est la largeur de l'objet (coeur de la fibre d'émission de lumière) et b est la largeur de l'image (spot lumineux sur le substrat témoin). α est l'angle d'émission du cône de lumière (ouverture numérique de la fibre) et β est l'angle d'incidence des faisceaux lumineux à la surface du substrat.

Sur la figure 2.16, on peut voir le premier télescope du système optique tel qu'installé dans le bâti de dépôt sous vide. La lumière est envoyée sur le substrat témoin lors du dépôt par une fibre optique reliée à la lampe du spectrophotomètre qui fait ici office de source lumineuse étendue (on pourrait presque parler de source lumineuse ponctuelle mais celle-ci dispose néanmoins d'un diamètre effectif suffisant pour influer sur le design du système optique).

La face avant du substrat témoin est placé dans le plan focal F'_2 de la lentille L_2. De ce

fait, il est possible d'établir une relation entre le diamètre de la tache lumineuse sur la face avant du substrat témoin (image) et le diamètre de la source lumineuse (objet) et entre l'ouverture numérique du faisceau lumineux sortant de la fibre et l'ouverture du faisceau arrivant sur le substrat :

$$b = \frac{f_2}{f_1}.a \tag{2.2}$$

$$\sin(\beta) = \frac{f_1}{f_2}.\sin(\alpha) \tag{2.3}$$

où les variables sont celles expliquées dans la figure 2.16.

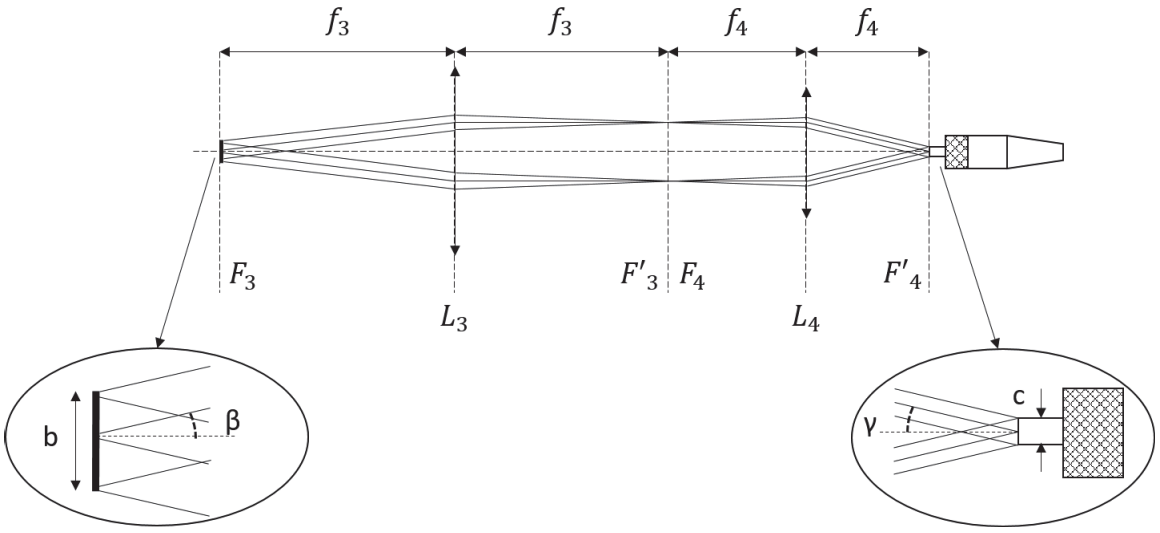


FIGURE 2.17 – Schéma de la deuxième partie du montage optique présent dans le bâti de dépôt. f_3 est la distance focale de la lentille L_3 et f_4 est la distance focale de la lentille L_4. F_3 et F_4 sont les plans focaux des lentilles L_3 et L_4. b est la largeur de l'objet (spot lumineux à la première surface du substrat témoin) et c est la largeur de l'image (spot lumineux sur le coeur de la fibre optique de collection). β est l'angle d'émission du cône de lumière réfléchi depuis le substrat et γ est l'angle d'incidence des faisceaux lumineux à la surface du coeur de la fibre optique de collection.

À la figure 2.17, on peut voir la deuxième partie du montage optique installé dans le bâti de dépôt sous vide. Il s'agit là d'un deuxième télescope identique dans sa conception au premier télescope mais dont les focales des deux lentilles le constituant sont différentes. Si l'on prend comme objet la tache lumineuse réfléchie depuis le substrat témoin installé sur le porte-substrats, le rayon lumineux passe au travers du télescope et est cette fois-ci focalisé à nouveau sur le cœur de la fibre optique de collection.

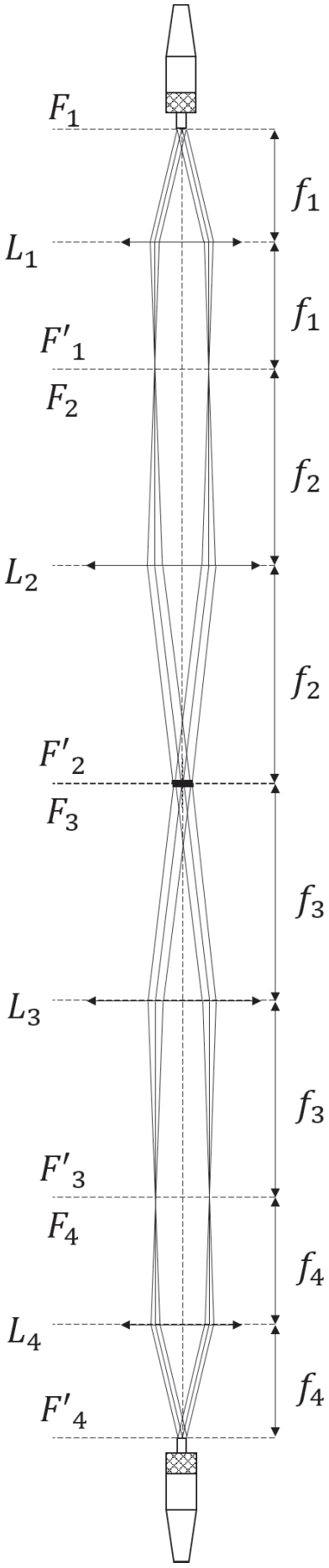


FIGURE 2.18 – Schéma de l'ensemble du montage optique théorique.

Étant donné que ce montage est identique au premier, il est possible d'appliquer les mêmes relations entre le diamètre de l'objet et de l'image et entre les ouvertures numériques de chacune comme suit :

$$c = \frac{f_4}{f_3}.b \tag{2.4}$$

$$\sin(\gamma) = \frac{f_3}{f_4}.\sin(\beta) \tag{2.5}$$

où les variables sont celles expliquées dans la figure 2.17.
Une figure du schéma optique complet est visible à la figure 2.18. Dans ce schéma, il semble que les rayons lumineux passent au travers de la représentation du substrat témoin comme si le montage était en transmission : le schéma a été simplifié pour la compréhension. Dans le cas idéal, un miroir plan (dont le rôle ici est joué par le substrat témoin installé dans la machine) ne modifie en rien le trajet des faisceaux lumineux si ce n'est qu'il inverse simplement le sens de propagation des faisceaux. C'est pourquoi, le schéma du montage (Figure 2.18) est représenté en transmission afin de garder la continuité des faisceaux pour simplifier la compréhension.

Maintenant qu'on a l'ensemble du montage optique, il est possible d'utiliser les équations du premier et du deuxième télescope afin d'établir une relation directe entre la taille du faisceau lumineux à la sortie de la fibre d'émission et la taille de l'image à la fibre de collection. De même, il est aussi possible de déterminer une relation directe entre l'ouverture numérique du faisceau émis par la fibre d'émission et l'ouverture numérique du faisceau arrivant sur la fibre de collection. Pour ceci, on utilisera les équations 2.3 et 2.5, ce qui nous donne :

$$c = \frac{f_4}{f_3}.\frac{f_2}{f_1}.a \tag{2.6}$$

$$\sin(\gamma) = \frac{f_3}{f_4}.\frac{f_1}{f_2}.\sin(\alpha) \tag{2.7}$$

En utilisant les données du montage optique suivantes,

- Diamètre du coeur de la fibre d'émission : 0.2 ± 0.004 mm
- Diamètre du coeur de la fibre de collection : 1 ± 0.02 mm
- Longueur focale de la lentille L_1 : $f_1 = 50$ mm

— Longueur focale de la lentille L_2 : $f_2 = 1000$ mm
— Longueur focale de la lentille L_3 : $f_3 = 1000$ mm
— Longueur focale de la lentille L_4 : $f_4 = 100$ mm

on peut faire l'application numérique qui suit :

— Diamètre de la tache lumineuse sur le substrat : 4,08 mm
— Ouverture du faisceau arrivant à la surface : 0.011 soit 0.6315° environ
— Diamètre de la tache lumineuse sur la fibre de collection : 0.408 mm
— Ouverture du faisceau arrivant à la surface : 0.11 soit $6,315^\circ$ environ

Pour les calculs, on a utilisé la tolérance maximale donnée par le constructeur sur le diamètre du cœur de la fibre d'émission afin de voir si l'on reste toujours dans les tolérances du système optique.
On peut déjà voir avec ces résultats que le diamètre de la tache lumineuse sur le substrat témoin est petit par rapport au diamètre du substrat qui est généralement utilisé (un pouce de diamètre soit 25,4 cm). Ce rapport de tailles est important car cela laisse le temps au spectrophotomètre d'intégrer suffisamment de lumière durant le passage du substrat dans le trajet optique. Une deuxième constatation est la faible ouverture du faisceau arrivant à la surface du substrat : nous n'aurons pas à nous soucier du calcul de l'influence des différentes incidences des rayons lumineux à des angles trop grands sur les mesures spectrales. Il aurait été nécessaire de prendre en compte non plus un faisceau lumineux en réflexion quasi collimaté mais un cône de lumière dont il aurait fallu calculer les contributions des différents rayons à différents angles sur le signal spectral collecté.
La dernière information à tirer de ces résultats est que l'ouverture numérique du faisceau lumineux focalisé sur le coeur de la fibre de collection est petit devant la valeur basse (valeur la plus haute de l'erreur sur l'ouverture numérique de la fibre) de l'ouverture numérique de cette fibre. Le système optique tel que proposé nous laisse une marge d'erreur de 55 % sur le cône d'acceptance de la fibre de collection. Il nous laisse aussi une marge d'erreur de 40,8 % sur le diamètre de l'image sur le coeur de la fibre optique.

2.3.3 Des problèmes mécaniques

Les mesures qui vont suivre dans ce paragraphe ont été réalisées en rotation planétaire, mode dans lequel la machine de dépôt était configurée au début de la mise en place du système optique. Pour des impératifs de production, la machine est ensuite passée en rotation simple et c'est dans ce mode que les réglages et les essais de dépôt avec le contrôle optique ont été réalisés. Néanmoins, les résultats obtenus ici ont été gardés comme valides dans le cas de la rotation simple.

Étant donnée la nature particulière de l'installation mécanique des divers éléments constituant la machine de dépôt et le fait que l'on soit limité à des mesures en réflexion, il fallait

s'assurer que la tenue mécanique du porte-substrat durant sa rotation ne crée pas de déviation trop importante du faisceau lumineux réfléchi. Une mesure directe sur des substrats en mouvement ne peut être faite que si le faisceau reste contenu dans la surface des lentilles de collection du système optique afin que toute la lumière réfléchie soit collectée. Mais il faut aussi que le faisceau soit correctement couplé dans la fibre optique en réception (faisceau arrivant avec la bonne ouverture numérique et que le spot lumineux ne soit pas plus grand que les dimensions du cœur de la fibre).

Afin de mesurer une éventuelle précession du faisceau lumineux réfléchi (Figure 2.19), un montage expérimental a été réalisé (Figure 2.20). Il consiste à envoyer un faisceau laser visible (un laser à 530 nm a été utilisé ici) sur une plaque de verre fixée sur un des plateaux sur lesquels sont installées les montures des optiques.

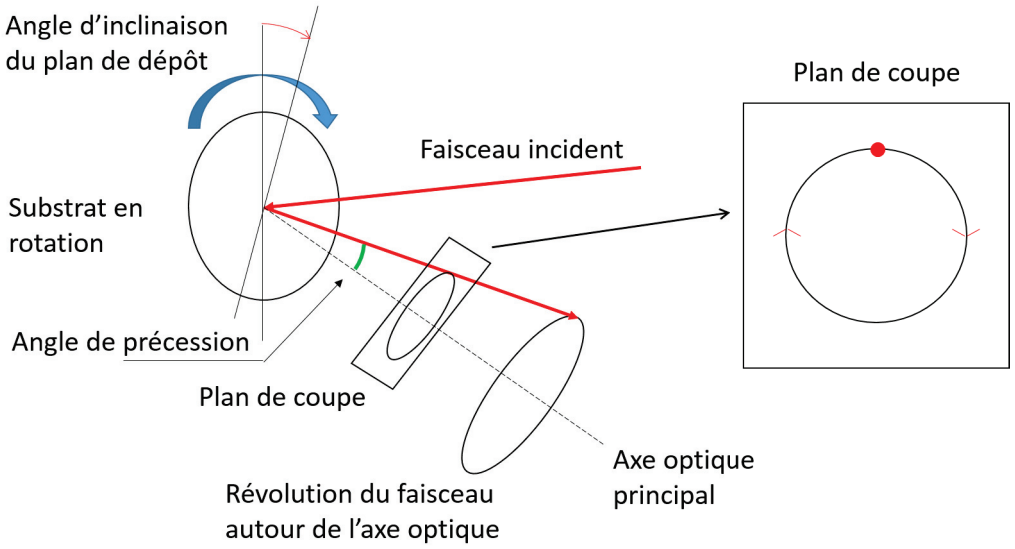


FIGURE 2.19 – Schéma du mouvement de précession du faisceau lumineux réfléchi à partir d'un substrat témoin en rotation simple et trajectoire de celui-ci sur un plan de coupe.

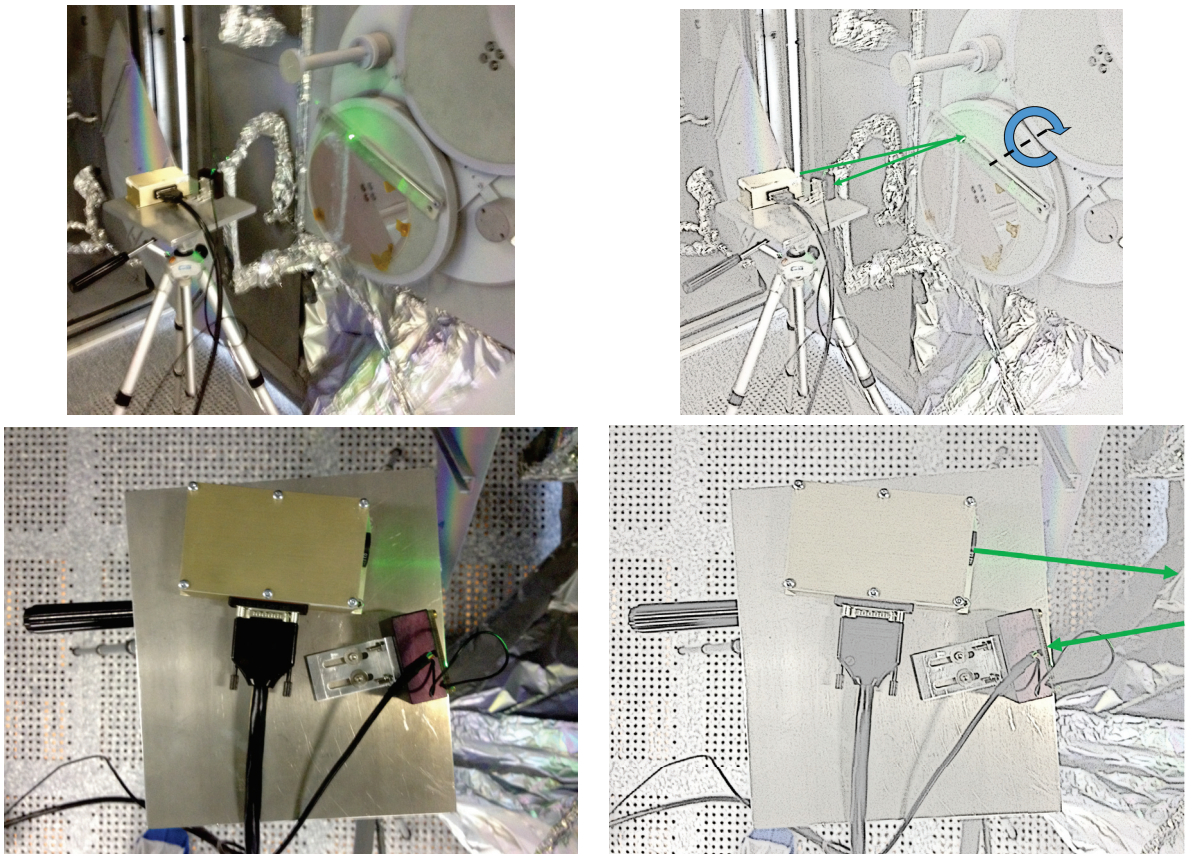


FIGURE 2.20 – Quatre photographies du montage expérimental qui a été utilisé pour la mesure de l'amplitude de la précession d'un faisceau lumineux réfléchi par un substrat en rotation planétaire. A gauche sont les photographies originales. A droite, une version modifiée qui permet de mettre en relief le trajet du faisceau lumineux. L'angle d'incidence du laser était d'environ 10° (précision de placement près) et la distance était d'environ 420 mm entre le 2-quadrants et la plaque de verre.

Le faisceau ainsi réfléchi par la plaque de verre revient dans un capteur de position appelé le "2-quadrants" qui consiste en deux surfaces complémentaires photosensibles qui convertissent un faisceau lumineux en une tension lisible par un oscilloscope (Figure 2.21) [4]. Lorsque la tache lumineuse du faisceau réfléchi est centrée sur le 2-quadrants les tensions électriques lues pour chacune des deux surfaces actives sont égales. Lorsque la tache lumineuse se déplace en direction d'une des deux surfaces la quantité de lumière que reçoit celle-ci augmente, délivrant une plus grande tension que l'autre surface qui voit sa quantité de lumière reçue diminuer.

Avant de faire la mesure directement sur la rotation du porte-substrat, il nous faut connaître l'évolution de la tension lue aux bornes des deux surfaces actives du 2-quadrants lorsqu'on modifie la trajectoire d'un faisceau lumineux réfléchi d'un angle connu. Pour ce faire un montage expérimental de calibration a été réalisé (Figure 2.22).

4. L'utilisation d'un 2-quadrants n'a aucune visée spéciale. Nous aurions pu utiliser un 4-quadrants ou une caméra CCD, mais nous disposions alors de ce capteur qui était déjà présent au laboratoire et relié à une petite installation électrique qui permettait facilement d'en récupérer les signaux sur un oscilloscope.

Ce montage de calibration consiste à envoyer un faisceau laser sur un miroir installé dans une monture cinématique et le faisceau réfléchi est envoyé sur le 2-quadrants. À l'aide de la monture cinématique, on peut modifier l'inclinaison du miroir et ainsi modifier la trajectoire du faisceau lumineux réfléchi qui ira d'une plage active à l'autre sur le 2-quadrants. Si l'on mesure la tension d'équilibre, c'est-à-dire les tensions lues aux bornes des deux surfaces actives lorsque le spot lumineux est bien centré sur le 2-quadrants, et que l'on mesure l'évolution du signal parce que le faisceau lumineux a bougé d'un angle connu alors on pourra établir la relation entre l'évolution du signal et l'angle.

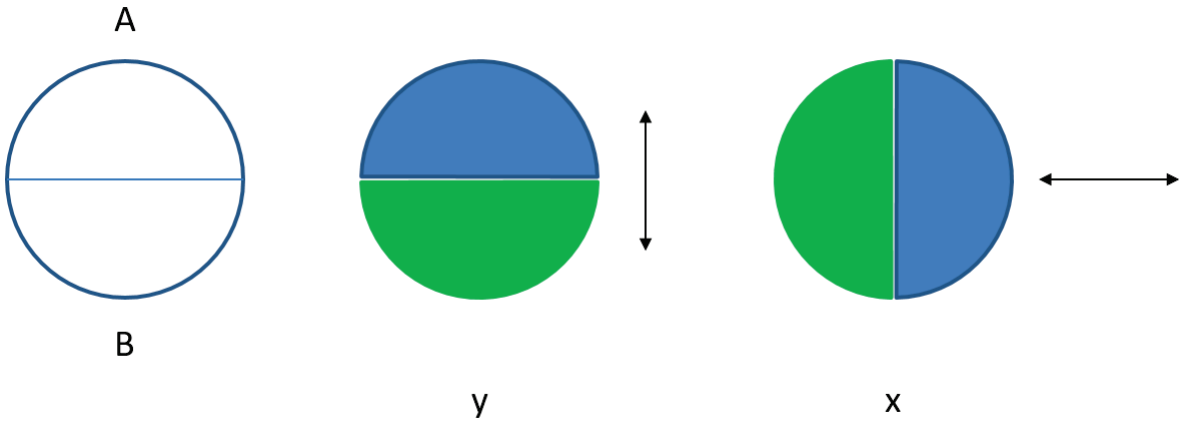


FIGURE 2.21 – Représentation schématique du fonctionnement du capteur "2-quadrants". Sont montrés ici les deux orientations du capteur afin de pouvoir mesurer les déviations suivant les axes X et Y dans le même plan.

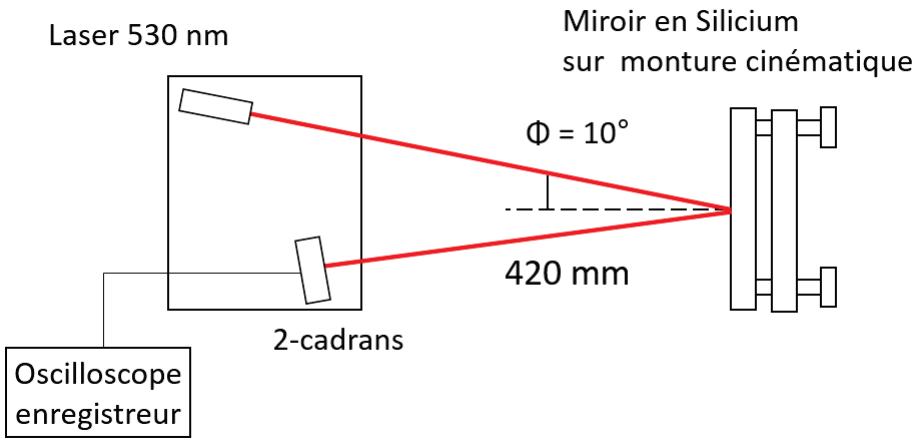


FIGURE 2.22 – Représentation schématique du montage expérimental utilisé pour la calibration de la mesure de précession du faisceau réfléchi. La précision sur l'angle d'incidence indiqué est de l'ordre du degré et celle sur la distance indiquée est de l'ordre du demi-centimètre.

À partir de là, lorsqu'on fera les mesures sur la plaque de verre fixée au porte-substrat en rotation, on pourra alors remonter à l'angle dont bouge le plan représenté par la 1ère

surface de la plaque de verre lorsqu'elle tourne. On précise aussi que pour la mesure de calibration sur la table optique et les mesures sur le planétaire, nous nous sommes mis dans les mêmes conditions : même distance (environ 420 mm) du capteur au plan à mesurer et même angle d'incidence (10°).

On commence donc par réaliser la mesure du "zéro" c'est-à-dire la mesure de la tension aux bornes du 2-quadrants lorsque le spot lumineux est parfaitement au centre de celui-ci. Voici donc la mesure qui a été réalisée :

— CH1 : +1,5 V
— CH2 : +1,5 V

Où CH1 est le canal numéro 1 de l'oscilloscope qui mesure la zone active 1 du 2-quadrants et CH2 est le canal numéro 2 de l'oscilloscope qui mesure la zone active 2 du 2-quadrants.

À partir de là, on va utiliser la monture cinématique pour changer l'angle d'incidence du faisceau lumineux par rapport au miroir en donnant une inclinaison à celui-ci. À l'arrière de la monture cinématique il y a des molettes pour régler l'inclinaison, selon le fabricant un tour de celle-ci donne une inclinaison de $0,4^\circ$ au miroir dans un axe. Mais cette inclinaison étant trop large pour la zone active du 2-quadrants, on se limite à un quart de tour ce qui représente $0,1^\circ$.
Les molettes de réglage de l'inclinaison de la monture cinématique ne sont pas graduées et sont simplement marquées d'un petit point qui donne la position de celle-ci sur le tour. Étant donné que le réglage de la position du repère est fait à l'œil après le quart de tour, on peut estimer une petite erreur de positionnement de celle-ci de un ou deux millimètres. On peut grossièrement estimer que cette erreur représente 10 % de la valeur de l'angle, ce qui dans notre cas nous donnerait une erreur de plus ou moins $0,01^\circ$.
La molette de réglage est alors tournée de plus ou moins un quart de tour afin de voir l'évolution de la tension sur les deux plages actives du 2-quadrants. On obtient donc les valeurs suivantes :

— $+\frac{1}{4}$ de tour :
  CH1 : 3,17 V
  CH2 : 0,37 V

— $-\frac{1}{4}$ de tour :
  CH1 : 0,35 V
  CH2 : 3,16 V

On voit que dans les deux sens de l'inclinaison du miroir, le 2-quadrants répond de ma-

nière symétrique. Il est donc possible d'établir la relation suivante à partir de la mesure du zéro 2-quadrants : 3,17 - 1,5 = 1,67 V soit 1,67 V = $0,1^{\circ} \pm 0,01^{\circ}$.

Par la suite, on peut facilement réaliser la mesure sur une plaque de verre fixée sur le porte-substrats en rotation planétaire. Les mesures sont reportées à la figure 2.23. On peut voir les deux lignes de différentes couleurs qui correspondent aux deux canaux du 2-quadrants. Du fait du mouvement planétaire, la plaque de verre peut se retrouver devant le faisceau (les "pics" de tension) ou pas du tout (mesures entre -0,25 V et +0.25V). On peut voir sur les graphiques de la figure 2.24 un agrandissement des mesures telles qu'effectuées à la figure 2.23.
Sur ces figures, la ligne noire correspond au zéro du capteur réalisé juste avant les séries de mesures sur chaque axe. Pour chaque axe, on a laissé tourner le planétaire pendant une période complète de sa rotation soit 13 minutes environ.

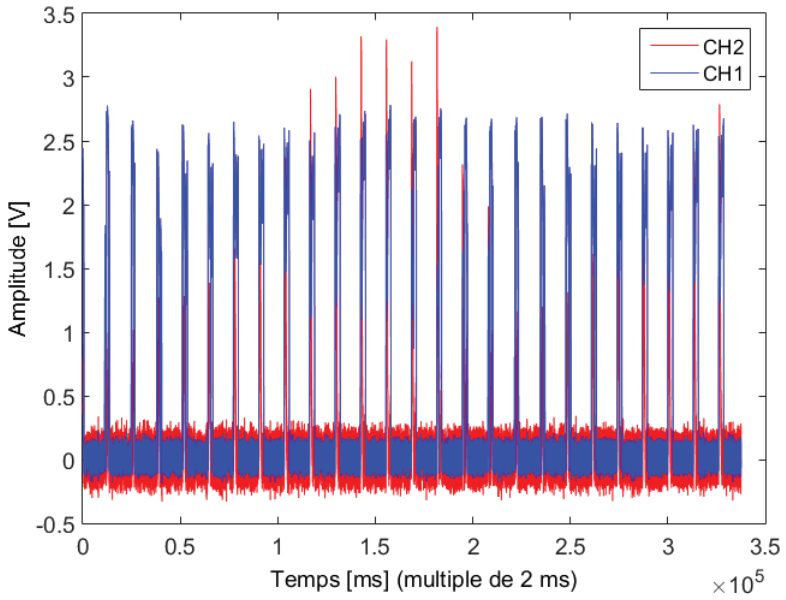


FIGURE 2.23 – Graphique de l'évolution de la tension aux bornes du 2-quadrants durant la mesure de l'angle de précession du faisceau réfléchi suivant l'axe Y pendant la rotation du porte-substrats en mode planétaire.

En mode planétaire, une période de rotation correspond au temps qu'il faut pour que un point situé sur une des planètes revienne à sa position initiale exacte [43].
Pour chacune des séries de mesures sur les deux axes, on ne considère que les moments où l'on a du signal. On regarde les moments où l'on a le plus d'amplitude du signal par rapport au zéro (position d'équilibre entre les deux plages actives du spot lumineux) et l'on utilise la calibration qui a été faite au début afin d'avoir la correspondance entre les mesures réalisées et l'angle donné par la plaque de verre fixée au porte-substrats.

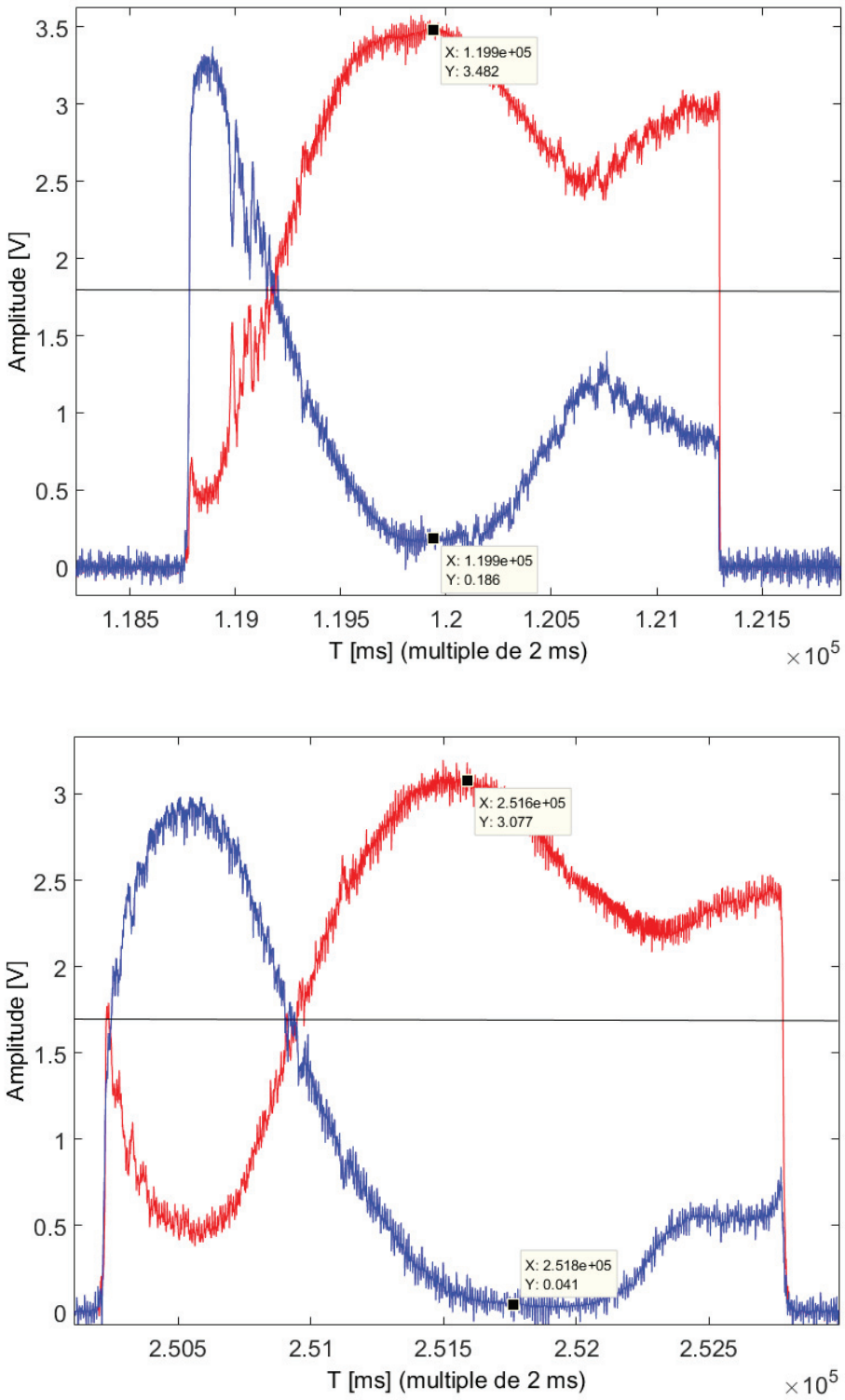


FIGURE 2.24 – Deux exemples de graphiques des mesures de "faux-rond" sur la rotation planétaire à l'aide du montage expérimental montré à la figure 2.20 (zoom de la figure 2.23). En haut, le graphique d'un des passages de la plaque de verre devant le faisceau lumineux avec le capteur installé de manière à mesurer l'axe X. En bas, le même type de graphique qu'en haut mais pour l'axe Y. Les lignes de couleurs représentent chacune des zones actives du 2-quadrants, la ligne noire indique le "zéro" de la mesure : la mesure lorsque le spot lumineux réfléchi est au centre du 2-quadrants. Les deux graphiques présentés ici sont les amplitudes de signal les plus grandes qui ont été relevées sur chaque axe.

Une chose à laquelle il faut penser est que la plaque de verre utilisée pour les séries de mesures peut avoir un "wedge" entre ses deux faces (ou "coin") : pour cela, ces séries de mesures ont été réalisées avec deux plaques différentes afin de voir s'il n'y a pas une influence de celles-ci sur la mesure.
Voici les résultats obtenus pour les deux plaques de verre utilisées durant les mesures :

— 1ère plaque de verre :
X : $0,107^\circ \pm 0,01^\circ$
Y : $0,1^\circ \pm 0,01^\circ$

— 2ème plaque de verre :
X : $0,105^\circ \pm 0,01^\circ$
Y : $0,099^\circ \pm 0,01^\circ$

Ces angles sont donnés suivant une direction et donc doivent être multiplié par deux pour avoir l'amplitude dans une direction de la précession du faisceau autour de son axe principal [5]. Les résultats entre les deux plaques de verre sont très proches preuve qu'il n'y a pas d'influence de la plaque elle-même sur les mesures réalisées. Une valeur moyenne des résultats sur les deux axes sera donc prise comme valeur maximale pour la suite des calculs.
Maintenant que l'on connaît l'amplitude maximale de mouvement du plan du substrat, il est possible d'optimiser le système optique afin de pouvoir répondre au mouvement du faisceau en résultant. Le but étant de garder le principe actuel du système optique tel qu'il est défini à la section 2.3.2 et de modifier les distances entre les lentilles et les fibres. Ceci afin qu'à chaque instant, lors de la rotation du porte-substrats, la lumière réfléchie et collectée par le deuxième télescope soit correctement couplée dans la fibre optique de collection.

5. En imaginant un faisceau lumineux arrivant sur un miroir avec un certain angle d'incidence, on voit que l'angle avec lequel repart le faisceau est le même. Maintenant, si on incline le plan du miroir d'un angle A dans une direction, alors l'angle total entre le faisceau indicient et le réfléchi à augmenté (ou diminué, cela dépend du signe de A) de 2A.

2.3.4 L'optimisation du système optique

Le principe est maintenant de prendre le système optique tel qu'il a été théorisé et conçu à la section 2.3.2 et de rentrer ses caractéristiques dans un logiciel de simulation optique tel que ZEMAX [44]. Néanmoins, il faudra maintenant prendre en compte la précession du faisceau telle qu'elle a été mesurée précédemment et optimiser le système optique afin qu'il tolère un mouvement du faisceau autour de son axe principal.

ZEMAX est un logiciel de simulation optique qui permet le design et l'analyse de systèmes photométriques et imageants. Il permet de créer une table optique virtuelle en utilisant une source lumineuse aux caractéristiques voulues et en disposant dans l'espace libre des lentilles qui viendront donner forme au faisceau lumineux et l'amener là où l'on veut.
Une des grandes forces de ce logiciel est sa base de données de lentilles disponibles dans le commerce. Il est possible en effet, d'intégrer dans le montage optique virtuel des lentilles dont les caractéristiques techniques (rayon de courbure des différentes surfaces, indice des matériaux utilisés, modification des caractéristiques optiques à la température, etc ...) sont exactement celles que l'on peut trouver dans les catalogues des différents fournisseurs et constructeurs spécialisés en matériel optique. Même si le montage optique est virtuel, l'utilisation de composants optiques dont les caractéristiques sont réelles permet d'obtenir des résultats plus proches de la réalité que si l'on utilisait des composants idéalisés.

Toutes les lentilles qui sont utilisées dans le système optique conçu à la section 2.3.2 et dont l'optimisation sera discutée ici, sont des lentilles achromatiques. L'inconvénient principal (parmi d'autres) lorsqu'on travaille en lumière blanche est l'aberration chromatique. Étant donné qu'une lentille n'est généralement constituée que d'un seul matériau, celle-ci n'offre qu'un seul indice de réfraction au faisceau lumineux qui la traverse. Sachant que la focale de la lentille est définie à une longueur d'onde, les autres longueurs d'ondes seront focalisés plus près ou plus loin élargissant de ce fait l'image produite. Étant donné que l'on travaille à des distances relativement importantes (de l'ordre du mètre) entre le système optique et le plan de dépôt, il est important d'utiliser des éléments optiques qui n'introduiront pas une dispersion trop importante des longueurs d'onde constituant la lumière blanche et donc un agrandissement physique du faisceau lumineux qui déborderait hors des limites du système. L'utilisation d'optiques (miroirs paraboliques, sphériques ou plans) serait la plus indiquée au premier abord grâce à leur totale achromaticité. Mais l'utilisation d'optiques réfractives nous donne une latitude plus grande pour la compensation de ce phénomène et pour le succès du couplage de la lumière dans la fibre optique en réception.

La première étape de la simulation (avant l'optimisation) est de vérifier que le système optique conçu à la section 2.3.2 est correctement modélisé dans le logiciel et donne des résultats proches de ceux qui ont été calculés théoriquement.

On commence par placer la source lumineuse qui représentera la fibre d'émission. Celle-ci est modélisée par un disque sur lequel sont placés cinq sources de lumière polychromatiques (Figure 2.25). Chacune de ces sources est appelée "champ" et sont placées aux coordonnées dont l'origine est située sur l'axe optique principal au point (X,Y) = (0,0). Les quatre autres champs sont situés à une distance de 0,1 mm de l'origine et ce sur les axes X et Y. Ces cinq champs définissent une esquisse de la zone d'émission lumineuse représentée par le coeur de la fibre d'émission qui a un diamètre de 200 μm.

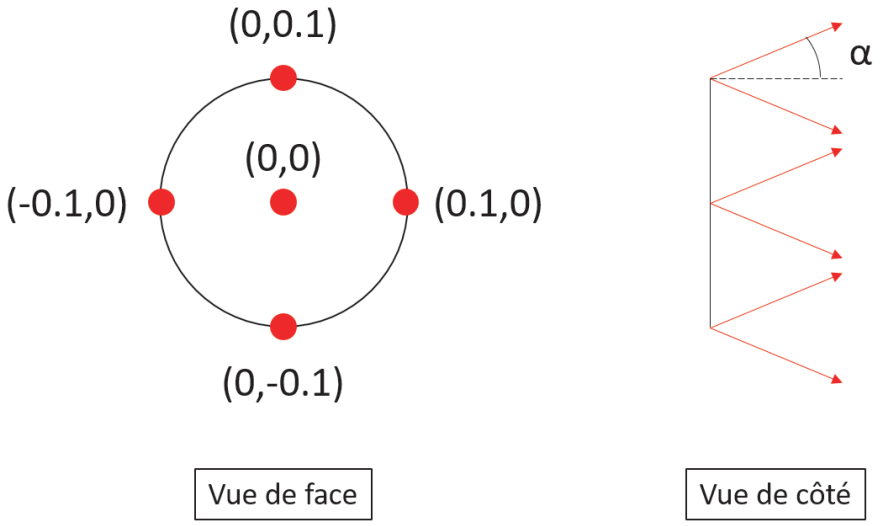


FIGURE 2.25 – Schéma de la source de lumière modélisée pour la simulation optique sous ZEMAX. Le cercle noir représente le périmètre du coeur de la fibre d'émission (de 200 μm de diamètre). Les points rouges sont les champs de la source lumineuse situés aux points de coordonnées marquées sur la figure de gauche. Ces coordonnées (X,Y) sont exprimées en millimètres. L'angle α (schéma de droite) est l'angle d'émission de chaque cône de lumière.

Chacun de ces champs est un cône de lumière polychromatique dont le sommet est un point et dont l'ouverture numérique est celle de la fibre d'émission (O.N. = 0,22).
On choisit ensuite les optiques qui seront utilisées dans la simulation. Pour ce faire, on va chercher dans la base de données de ZEMAX les optiques qui seront par la suite accessibles directement chez un fournisseur physique.
Le choix des optiques à utiliser se portera sur les doublets achromatiques [6] Les optiques utilisées seront donc les doublets achromatiques NIR de chez Thorlabs. Ces optiques sont situées, en terme d'optimisation de performances focales (855 nm et 1015 nm), sur le centre de la plage spectrale disponible du spectrophotomètre utilisé (de 180 à 1700 nm). Connaissant ces problèmes d'aberrations chromatiques, on ne pourra pas collecter la lumière depuis l'UV jusqu'au proche infrarouge. On essaiera donc d'optimiser le design

6. Ceux-ci sont un assemblage de deux lentilles accolées (généralement cimentées ensemble) qui crée ainsi une lentille épaisse qui présente deux indices de réfraction distincts. Cela a pour effet de créer une focalisation au même point de deux faisceaux lumineux de longueurs d'onde différentes. Le but étant de limiter la dispersion chromatique du faisceau.

optique afin de pouvoir, avec un seul jeu de lentilles, analyser le plus grand spectre possible de la lumière tout en respectant la contrainte la plus gênante du problème, à savoir la précession du faisceau lumineux réfléchi autour de son axe optique principal.

Si l'on reprend les données du design optique montrées dans la section 2.3.2 et que l'on réalise la simulation avec les caractéristiques réelles des optiques disponibles dans le commerce on obtient certains résultats que l'on peut comparer avec l'approche simplifiée faite auparavant (sans compter les aberrations chromatiques et sphériques mais aussi la limite de diffraction du système optique envisagé).
On peut comparer la taille du spot lumineux sur la première surface du substrat témoin entre le calcul théorique et la simulation ZEMAX. Une image de cette tache lumineuse simulée est visible à la figure 2.26. La taille du spot simulée (rayon géométrique égal à 3760 μm) est bien plus grande que celle calculée (rayon géométrique égal à 2040 μm), ceci est dû aux aberrations et à la limite de diffraction évoquées précédemment. Par propagation des erreurs dans le système optique, on obtient aussi un élargissement du spot lumineux sur la fibre de collection par rapport à ce qui a été calculé (Figure 2.27). Là où l'on attend un spot d'un rayon de 204 μm sur le coeur de la fibre de réception, on obtient par simulation un rayon géométrique de 403 μm.

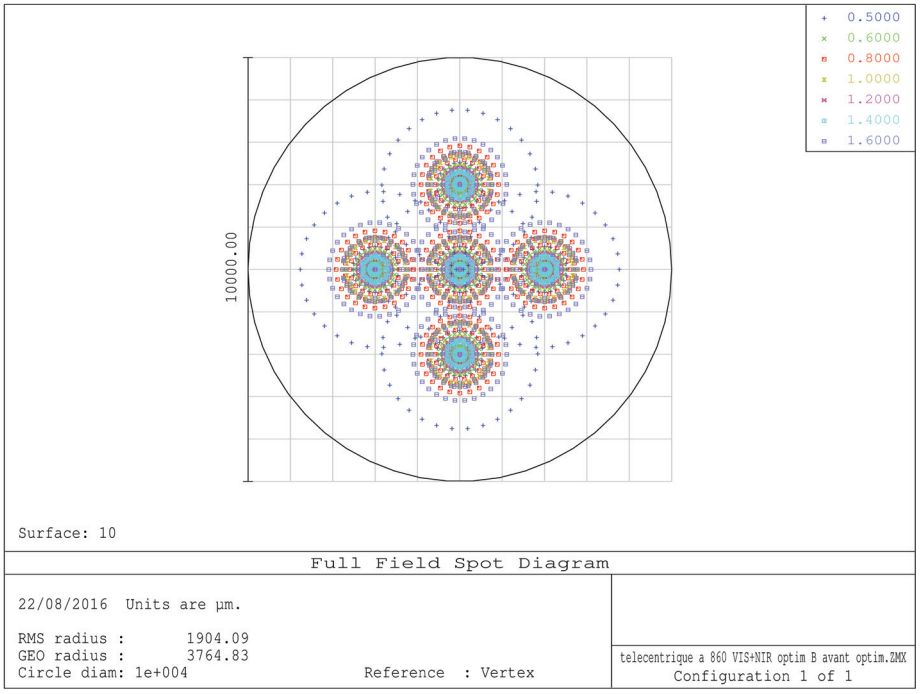


FIGURE 2.26 – Image du spot lumineux au niveau de la première surface du substrat témoin. Les nombres dans la légende en haut à droite sont les longueurs d'onde utilisées dans le calcul et sont exprimées en μm. L'échelle, donnée à gauche du cercle, est en μm.

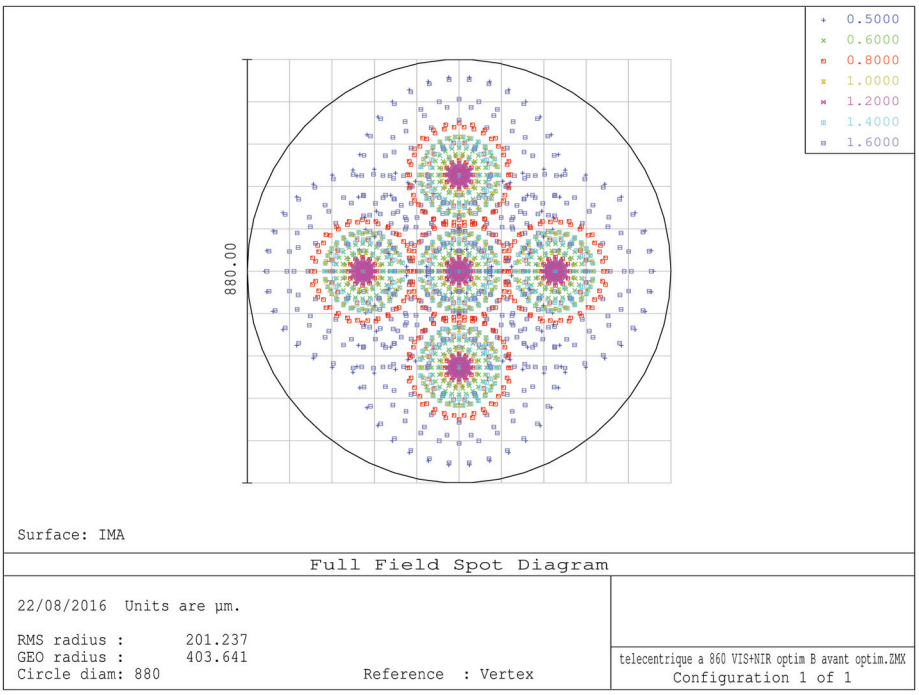


FIGURE 2.27 – Image du spot lumineux au niveau de la fibre de collection. Les nombres dans la légende en haut à droite sont les longueurs d'onde utilisées dans le calcul et sont exprimées en μm. L'échelle, donnée à gauche du cercle, est en μm.

Aux figures 2.28 et 2.29, on peut voir, respectivement, les fractions d'énergie encerclées des spot lumineux simulés au niveau du substrat témoin (première surface) et du coeur de la fibre de collection.

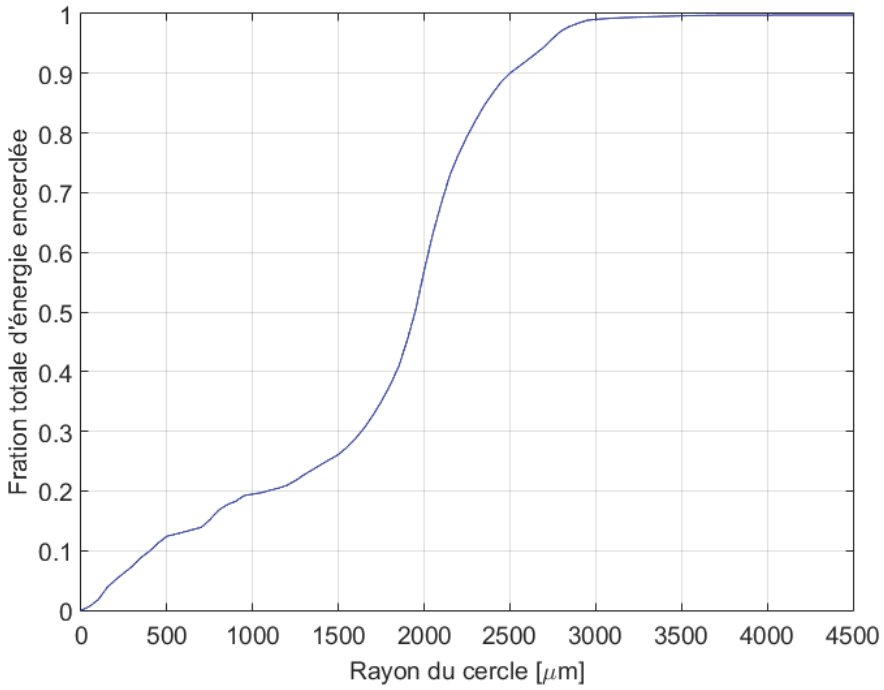


FIGURE 2.28 – Graphique de la fraction d'énergie totale encerclée du spot de lumière (au niveau de la première surface du substrat témoin) en fonction du rayon d'encerclement.

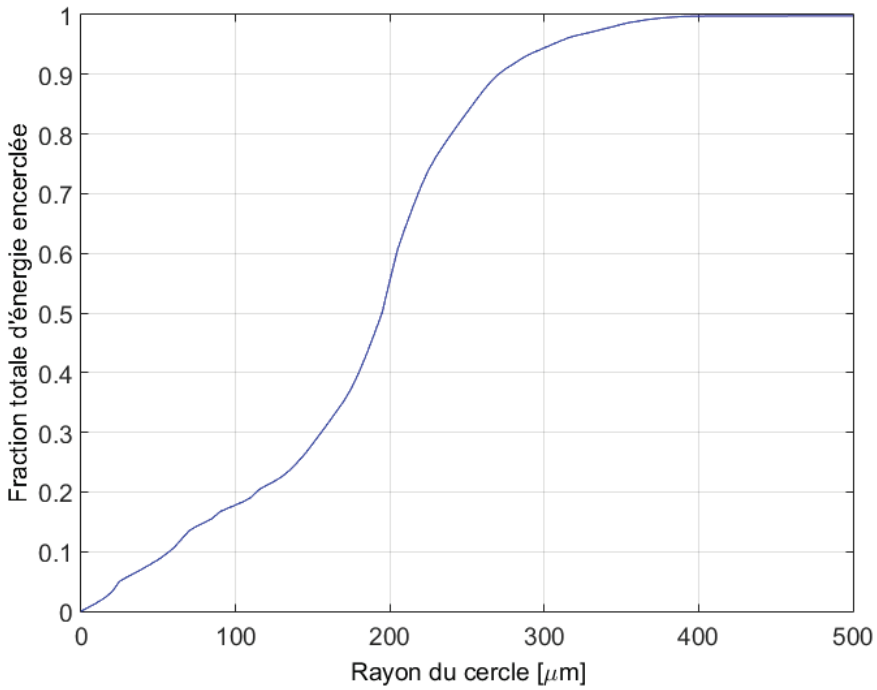


FIGURE 2.29 – Graphique de la fraction d'énergie totale encerclée du spot de l'image (au niveau de la fibre de collection) en fonction du rayon d'encerclement.

Pour donner un ordre d'idée des répartitions spatiales en énergie sur chaque surface voici les fractions d'énergies encerclées à 95 et 99 % (le cercle est donné par son rayon R) :

— Substrat témoin :
environ 0.95 à R = 2725 μm
environ 0.99 à R = 3000 μm

— Coeur de la fibre de collection :
environ 0.95 à R = 305 μm
environ 0.99 à R = 365 μm

Une chose intéressante à noter dans les figures 2.26 et 2.27 sont les rayons RMS et GEO (comme "geometric") du spot en question indiqués en bas à droite des images. Le rayon RMS est une estimation de la taille si on n'était pas limité par les aberrations et la diffraction. On peut voir que dans chaque cas le rayon RMS indiqué colle bien aux calculs rapides faits à la section 2.3.2 ($R = 2040\mu m$ pour le spot sur le substrat et $R = 204\mu m$ pour le spot sur le cœur de la fibre de collection).

On va partir de ce design et optimiser les distances entre les lentilles pour :

1. Avoir un système optique compact. Le système théorique présenté précédemment nécessite d'avoir une distance d'au moins 1 mètre entre les lentilles au sein des

deux télescopes. Cela signifie d'avoir deux systèmes optiques encombrants (deux télescopes) à installer en hauteur à proximité de parties mécaniques en mouvement dans la machine. Le mieux serait de trouver un design optique qui diminue les distances entre les lentilles afin d'avoir un système plus compact.

2. Avoir une taille de spot lumineux au niveau de la fibre de réception qui rentre dans le coeur de celle-ci tout en ayant une marge sur son positionnement.
3. Avoir une ouverture numérique du faisceau en entrée de la fibre de collection qui respecte les limites de celle-ci (ouverture numérique de 0,22±0,02) en laissant là encore une marge de manœuvre.
4. Avoir un diamètre de faisceau au niveau du substrat témoin qui au minimum permet de réaliser des mesures sur des substrats de un pouce de diamètre (25,4 cm).
5. Faire en sorte que le faisceau lumineux réfléchi qui aura une précession (changement d'angle du plan de dépôt [7] d'environ 0.1° en X et en Y) à cause des problèmes évoqués à la sous-section 2.3.3 soit toujours récupéré et qu'il puisse être correctement couplé dans la fibre de collection.

Une contrainte supplémentaire est que l'on ne peut s'approcher comme l'on veut de la surface du substrat en rotation, donc il faut définir dans le calcul d'optimisation, une distance minimum entre les lentilles L_2 et L_3 et la première surface du substrat témoin. Les variables sont donc les distances entre les lentilles et entre les lentilles et les fibres. Le critère de convergence est le taux de couplage par champ [8] dans la fibre multimode en réception. Les erreurs sur les ouvertures numériques et les diamètres des coeurs données par le fabricant des fibres optiques (Fiberguide par son représentant français AMS Technologies) sont majorées pour le calcul afin de prendre en compte les imperfections de fabrication, ce qui donne :

— Ouverture numérique de la fibre d'émission : 0,24
— Ouverture numérique de la fibre de réception : 0,20
— Diamètre du coeur de la fibre d'émission 204 μm
— Diamètre du coeur de la fibre de réception 980 μm

A noter que les 4 μm de diamètre supplémentaires du coeur de la fibre d'émission ne seront pas cruciaux car le diamètre de l'image à l'autre bout du système optique n'en sera que très peu impacté. Par contre, les 20 μm en moins du diamètre du coeur de la

7. On assimilera pour la suite le plan constitué par la première surface du substrat témoin au plan de dépôt.

8. Le "couplage par champ" désigne le taux de couplage de chaque champ de la source dans la fibre multimode de réception. Le logiciel de simulation ne calcule pas le couplage total mais celui de chaque champ séparément, on obtient donc un coefficient de couplage par champ qui doivent tous être égaux à un dans notre cas.

fibre de réception diminueront la marge pour un éventuel mouvement du spot à sa surface.

Une dernière contrainte avant d'optimiser est de placer le système optique dans la position où le faisceau réfléchi est en précession autour de l'axe optique principal. Pour cela, on incline le plan de dépôt d'un angle égal à celui que l'on a mesuré (voir section 2.3.3) plus un angle supplémentaire pour se donner une marge. La valeur de cet angle "de sécurité" sera donné par la simulation : on fera augmenter la valeur de cet angle en X et en Y simultanément et on optimisera le système par itérations successives afin de voir la limite au-delà de laquelle on ne trouve plus de solution au problème (*i.e.* le coefficient de couplage par champ ne sera plus égal à un).

L'optimisation donne les résultats qui suivent. L'angle maximal d'inclinaison de la première surface du substrat témoin dans une direction suivant X et Y est de $0,215^{\circ}$ (Figure 2.30). Au-delà, le couplage par champ diminue rapidement ce qui signifie que l'on perd de la lumière.
On remarque que le système optique tolère un angle plus grand dans une direction si on diminue l'angle dans l'autre. Mais il faut regarder la droite passant par les couples de valeurs d'angle égaux entre les axes X et Y car la précession du faisceau réfléchi autour de son axe optique principal est conique (le spot lumineux décrit un cercle dans un plan, voir figure 2.19). Cela ajoute une tolérance de 115 % sur l'angle du plan de dépôt admis par le système optique par rapport à ce qui a été mesuré (0.1° environ sur X et Y, voir section 2.3.3). Cela donne donc une marge très confortable au cas où une imperfection mécanique viendrait s'ajouter aux 0.1° d'angle qui ont été mesurés.
Les images des spots simulés sur la première surface du substrat témoin et sur le coeur de la fibre optique de réception (respectivement) sont visibles aux figures 2.31 et 2.32.

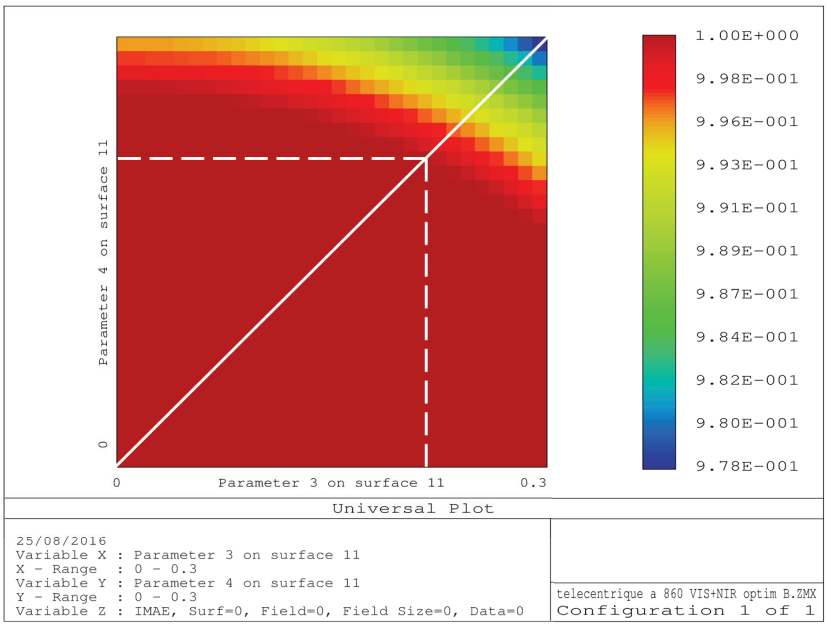


FIGURE 2.30 – Graphique 2D du taux de couplage total dans la fibre de réception avec une O.N. de 0.20 en fonction de l'angle de précession du faisceau réfléchi en X et en Y. La palette de couleurs à droite indique le taux de couplage total (tous les champs) dans la fibre de collection. La ligne oblique blanche marque la droite passant par l'origine et ayant une pente de 1. Les deux droites pointillées blanches verticale et horizontale marquent sur chaque axe du graphe l'angle maximal d'inclinaison du plan de dépôt acceptable par le système optique optimisé soit en X : 0.215° et en Y : 0.215°.

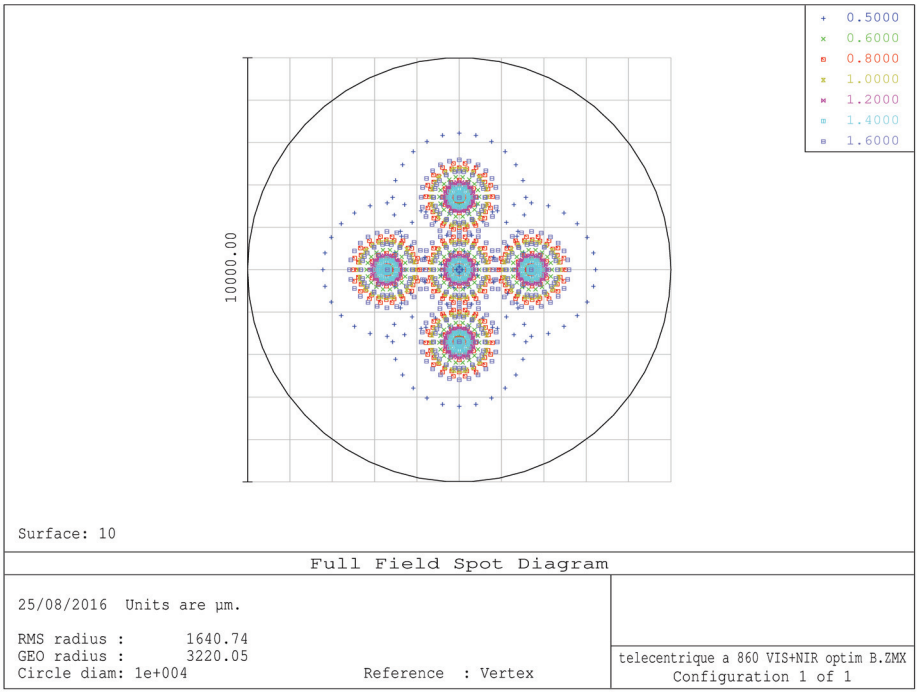


FIGURE 2.31 – Image du spot lumineux au niveau de la première surface du substrat témoin dans le système optique optimisé. Les nombres dans la légende en haut à droite sont les longueurs d'onde utilisées dans le calcul et sont exprimées en μm. L'échelle, donnée à gauche du cercle, est en μm.

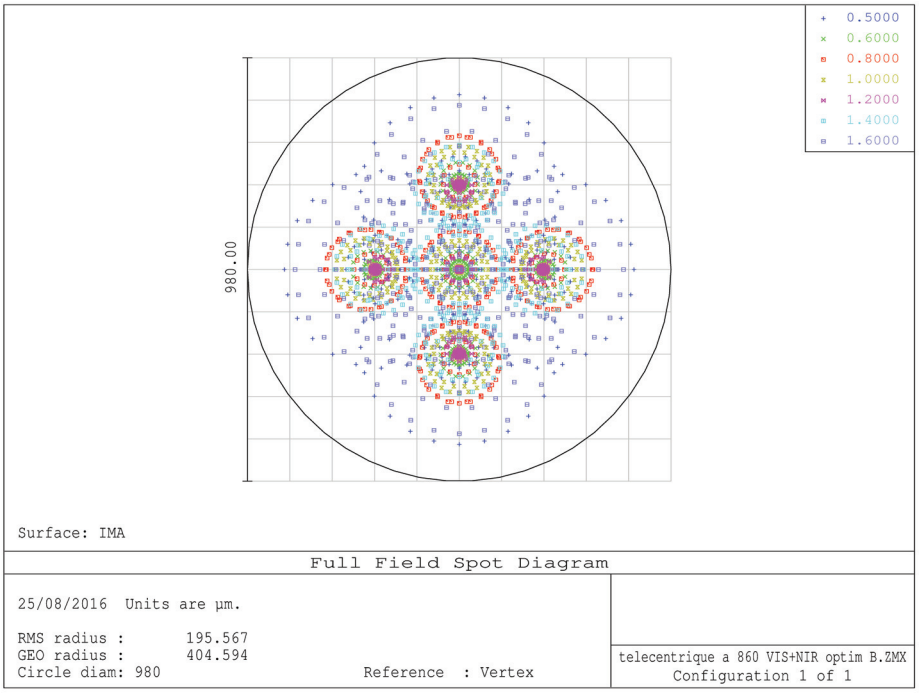


FIGURE 2.32 – Image du spot lumineux au niveau de la fibre de collection dans le système optique optimisé (sans précession du faisceau). Les nombres dans la légende en haut à droite sont les longueurs d'onde utilisées dans le calcul et sont exprimées en μm. L'échelle, donnée à gauche du cercle, est en μm.

On peut voir que la "sonde" lumineuse (la tache lumineuse) sur le substrat témoin (première surface) sera de 6,44 mm de diamètre. Ce qui assure que l'on puisse facilement mesurer des substrats standards d'un pouce de diamètre (25,4 mm) durant les dépôts, aussi bien en rotation simple (où le substrat est constamment dans le trajet du faisceau de lumière) qu'en rotation planétaire (où le substrat témoin passe de temps en temps dans le faisceau). Étant donné que l'on a une faible vitesse de rotation du porte-substrats et qu'une mesure peut être faite en 12 ms, la fenêtre de mesure sur un substrat témoin est confortable.

Du côté de l'optimisation de l'encombrement pour l'installation du système optique dans la machine de dépôt, on a gagné énormément sur les distances L_1L_2 et L_3L_4 (voir plus loin les valeurs la Table 2.3.4). Il est possible de coller les lentilles les unes aux autres sans effet notable (au 3e chiffre après la virgule) sur la taille des images intermédiaires et finale. On peut donc réaliser un montage en deux parties, chacune compactes (voir section 2.2). Il est possible de voir à la figure 2.33 une image simulée de la tache lumineuse sur le coeur de la fibre en réception alors que le faisceau réfléchi fait un angle de 0.215° en X et en Y à partir du substrat témoin. On peut comparer cette image à la figure 2.32 et voir qu'il n'y a qu'un faible impact sur le rayon géométrique (à partir du centre du coeur) du spot lumineux. Une décomposition champ par champ de la tache lumineuse simulée à la figure 2.32 est visible à la figure 2.3.4 pour plus de clarté.

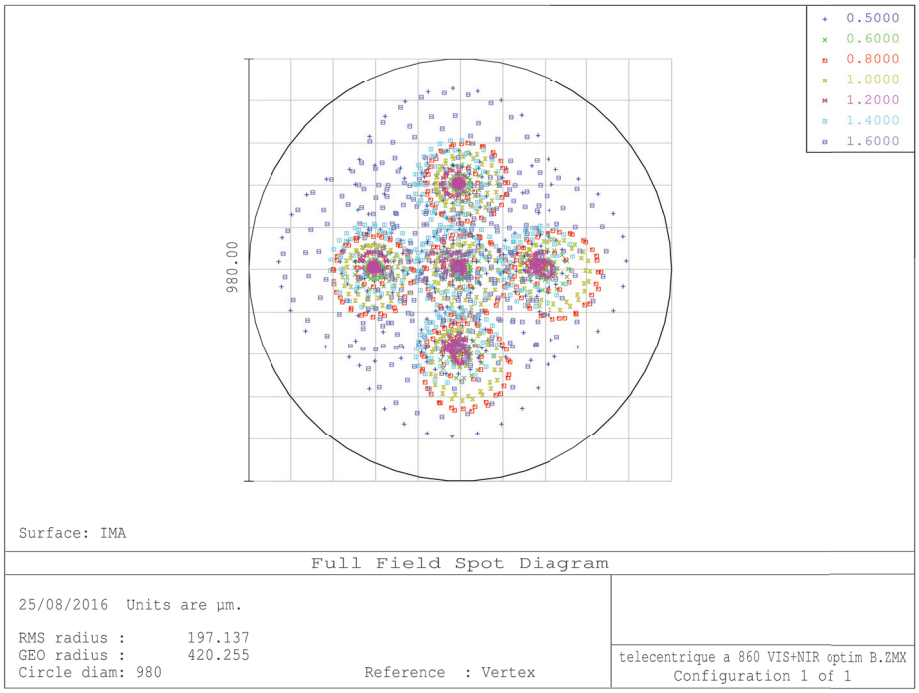


FIGURE 2.33 – Image du spot lumineux au niveau de la fibre de collection dans le système optique optimisé (avec précession du faisceau). Les nombres dans la légende en haut à droite sont les longueurs d'onde utilisées dans le calcul et sont exprimées en μm. L'échelle, donnée à gauche du cercle, est en μm.

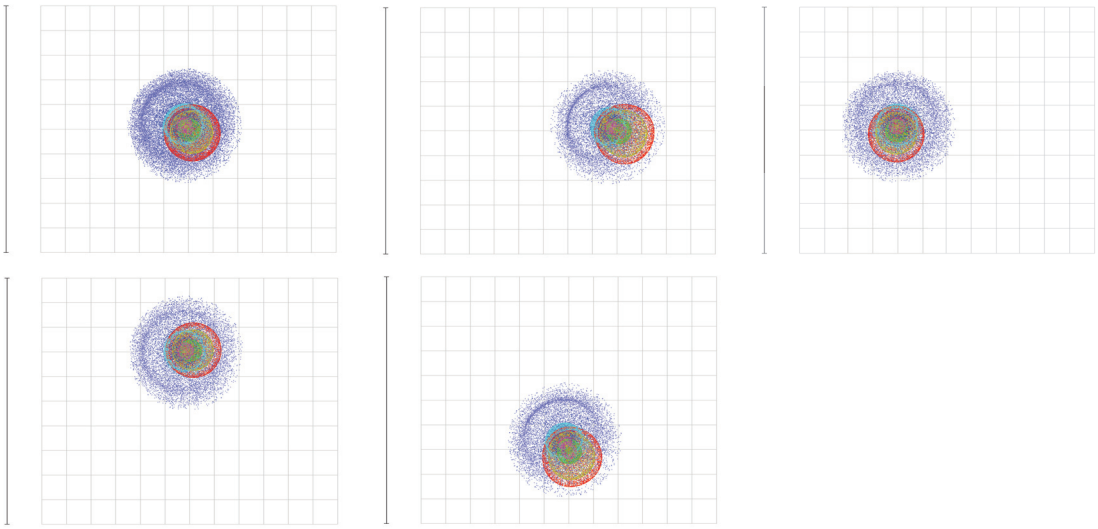


FIGURE 2.34 – Cinq images des cinq champs du spot lumineux à la surface de la fibre de collection avec une précession de faisceau de 0.215° par rapport à l'axe optique principal. De gauche à droite et de haut en bas on a respectivement les champs 1 à 5. La hauteur de chaque quadrillage correspond à une longueur de 980 μm soit le diamètre minimum du coeur de la fibre optique en réception. Chaque champ est ici couplé à 100 % dans la fibre d'ouverture numérique 0.20.

Pour finir, voici un tableau récapitulatif des caractéristiques du système optique avant et après optimisation :

	Avant	Après
Distance entre les optiques [mm]	Grande (env. 1 mètre)	Très compact (5 mm)
Ouverture numérique (fibre de réception)	0.113	0.159
Angle max. du plan de dépôt toléré en X + Y [°]	0.32	0.21
Diamètre du spot (témoin) [mm]	7.5	6.44
Diamètre du spot (fibre réception) [μm]	807	806

TABLE 2.1 – Tableau récapitulatif des caractéristiques principales du système optique avant et après optimisation.

On peut voir que l'on a considérablement réduit l'encombrement pour finalement aboutir à ce qui a été présenté à la section 2.2 : les "têtes" optiques. Les autres caractéristiques restent inchangées, si ce n'est qu'au nom de la compacité du système, la tolérance sur l'angle maximum d'inclinaison du plan de dépôt (soit la première surface du substrat témoin) a été un peu sacrifiée.

Réglages et installation

Le système optique tel qu'optimisé a été assemblé et réglé sur une table optique :

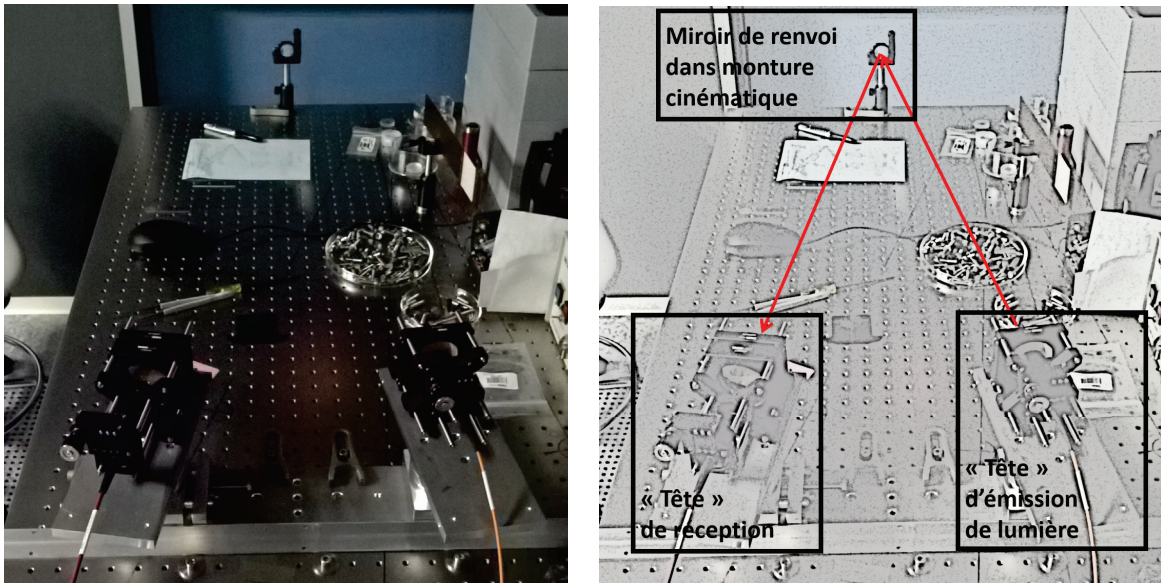


FIGURE 2.35 – Photographies du montage optique échelle 1 :1 utilisé dans la machine de dépôt sous vide. A gauche, la photo. originale. A droite, un effet a été appliqué afin de mieux montrer les différents composants.

Celui-ci fût testé pour vérifier sa tolérance à la précession du faisceau réfléchi avant d'être

installé dans la machine de dépôt. La tolérance à la précession de faisceau avec un plan incliné allait jusqu'à 0.2° dans une direction, ce qui correspondait bien aux simulations qui ont été faites.
Le problème était qu'une fois installé dans le bâti, celui-ci montrait toujours une variation du flux mesuré lors de la rotation du porte-substrats. Le système fût alors réglé *in situ* mais en vain. Alors une nouvelle série de mesures de la précession du faisceau fut menée telle que décrite à la sous-section 2.3.3. Cette fois-ci, la mesure donnait 0.25° d'angle du plan du substrat en X et en Y, ce qui dépasse largement les tolérances du système optique optimisé. La cause est qu'entre le moment de l'assemblage optique et son installation dans la machine, il y a eu un démontage et un remontage complet du planétaire pour remplacer les roulements à billes sur chaque axe. Le remontage n'ayant certainement pas été fait de la même manière qu'auparavant, ainsi qu'un serrage différent des roulements coniques expliqueraient le comportement différent de la rotation.
Il a été décidé pour des raisons de temps et d'efficacité, de garder le système optique dans son état mais d'ajouter deux améliorations : un support de témoin réglable en inclinaison et un traitement du signal à même de compenser la variation de flux (voir la section 2.6).

Le support de témoin réglable

Ce support de témoin a été inspiré par les travaux de thèse de B.Badoil [12] mais a été adapté en une version légèrement différente (Figure 2.36). Il consiste en un petit plateau qui vient se fixer sur le porte-substrats et dont on peut régler l'inclinaison par rapport au plan de dépôt.

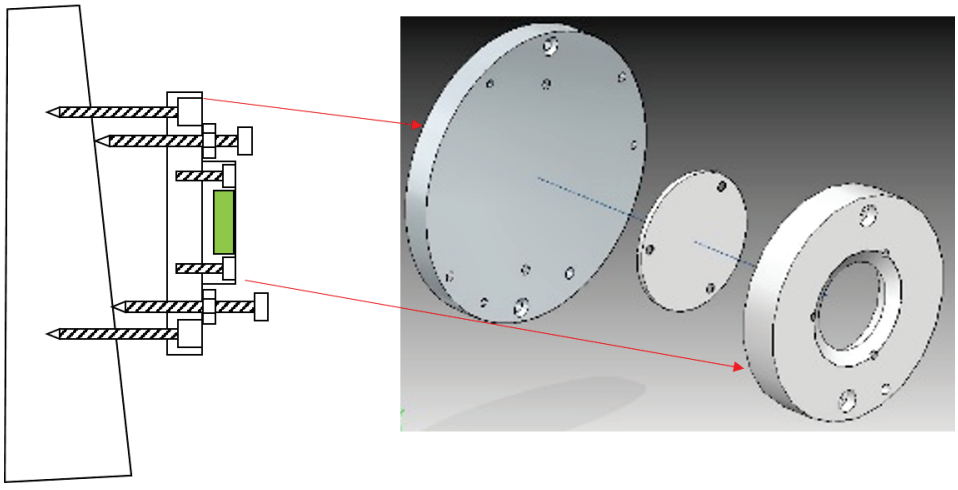


FIGURE 2.36 – Schéma et rendu 3D de l'assemblage de la platine de réglage d'inclinaison et de la monture de dépôt vissée dessus.

Ce plateau possède six vis, trois sont placées sur le pourtour de celui-ci à 120° les unes des autres et servent à régler l'inclinaison du plan du plateau par rapport au plan du porte-substrats. Une fois réglée chacune de ces vis est bloquée à l'aide d'un écrou qui vient assurer que durant la rotation le réglage ne se défait pas. Une fois le réglage fait, deux

vis de force viennent bloquer l'ensemble en se serrant dans le corps du porte-substrats. Sur cette plaque, vient se fixer une monture pour un substrat de diamètre un pouce dans lequel on place tour à tour la référence (un miroir d'argent) que l'on mesure avant le début du dépôt, et un substrat de silice qui servira de témoin pendant le dépôt. Ce montage a l'avantage qu'une fois la plaque réglée, on a plus que la partie amovible (monture) à installer ou enlever et ceci sans dérégler le tout. Cet ensemble s'installe au centre du porte-substrats, sur le trajet du faisceau lumineux.

On dispose maintenant d'un système optique complet qui envoie la lumière dans la machine sous vide et qui par réflexion permet de mesurer durant le dépôt de couches minces optiques des substrats témoin en rotation simple ou planétaire. On s'attelle maintenant à toute la partie de traitement du signal qui va avec cette installation optique en commençant par la calibration des mesures spectrophotométriques réalisées avant les dépôts.

2.4 La calibration

2.4.1 Le problème

Pourquoi parle-t-on de calibration ? Car si l'on veut mesurer une grandeur physique (une valeur normalisée de la transmission ou de la réflexion d'une pièce optique), il faut tout d'abord avoir une référence (le flux total de la lampe au travers du système optique servant à réaliser des mesures spectrophotométriques) représentative de l'état du système de mesure à un instant t sur laquelle viendront se comparer les mesures faites. En somme, lorsqu'on calibre, on réalise un processus de mesure qui mène à une relation mathématique entre deux ou plusieurs grandeurs.
Dans un montage de mesure spectrophotométrique classique, afin d'obtenir la réponse spectrale d'un échantillon en transmission (Figure 2.37) ou en réflexion (Figure 2.38) il est nécessaire de configurer la réponse du capteur suivant le niveau de flux de la source lumineuse et de calibrer les données spectrales brutes (mesure énergie [9]).

9. Une mesure énergie est une mesure directe de la charge électrique dans chaque canal (pixel) du capteur. Il s'agit d'une mesure brute donnant la réponse brute du spectrophotomètre. Cette mesure est ensuite calibrée avec les références (0 et 100 %) afin d'avoir la valeur normalisée du spectre lumineux.

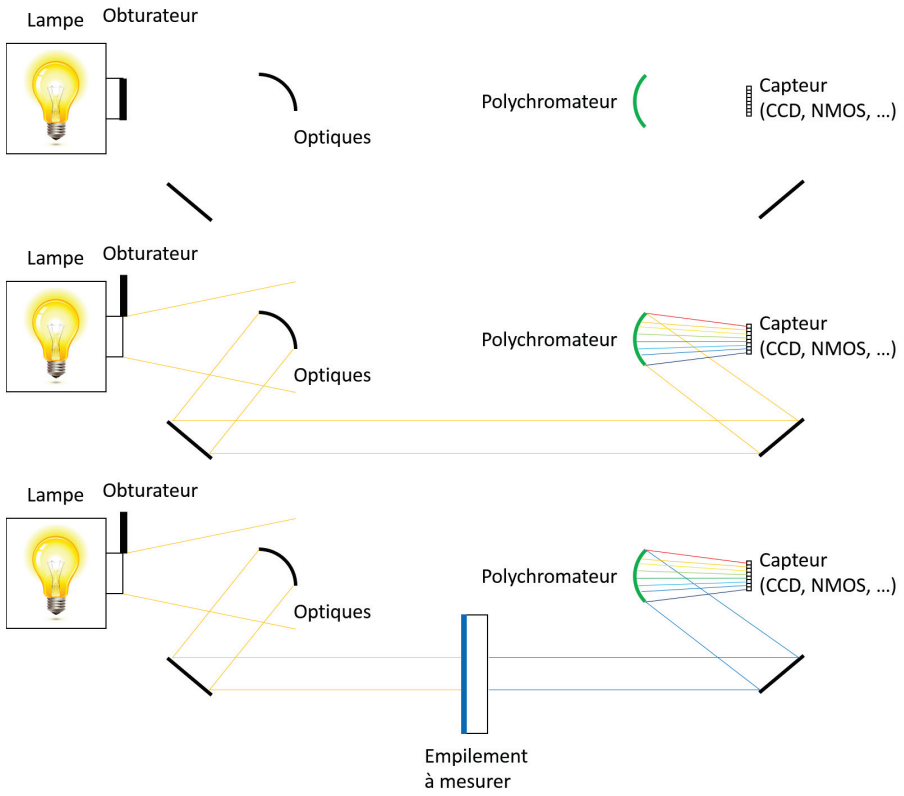


FIGURE 2.37 – Schéma d'un montage optique simplifié pour la mesure spectrophotométrique en transmission d'un échantillon optique. Le premier schéma en haut montre le montage pour la mesure du courant d'obscurité du capteur. Le schéma du milieu montre le montage pour la mesure du plein flux de la lampe. Le schéma du bas montre la mesure de la pièce optique.

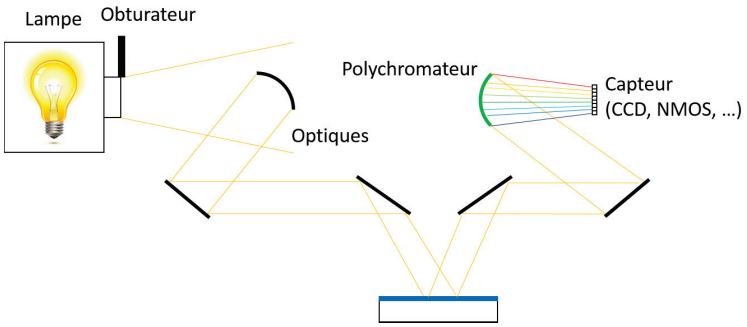


FIGURE 2.38 – Schéma d'un montage optique simplifié pour la mesure spectrophotométrique en réflexion d'un échantillon optique.

En effet, le spectrophotomètre ne mesure pas directement une réflexion ou une transmission en relatif mais convertit une intensité lumineuse en charges électriques selon les pixels (ou la surface sensible) qui composent son capteur. Il en résulte alors un tableau de valeurs une fois les charges converties : un nombre de coups par canal (pixel) qui est proportionnel à la quantité de lumière reçue dans ce canal.
Si on considère un montage simple de mesures spectrophotométriques de pièces optiques

en simple faisceau (une seule voie de mesure), on doit mesurer trois valeurs pour obtenir la réflexion ou la transmission normalisée d'un échantillon :

- Le courant d'obscurité : il s'agit du signal envoyé par le capteur alors que la lampe est obturée et qu'aucune lumière ne l'atteint (Figure 2.37, en haut). On peut ainsi quantifier le bruit du capteur à une température et à un instant donné. Cet ensemble de données sera noté D (comme "dark" en anglais).
- Le "blanc" : il s'agit du signal du capteur lorsque aucun échantillon n'est sur le trajet de la lumière et que la lampe n'est pas obturée (Figure 2.37, au milieu). Il s'agit du signal de référence avec un flux de lumière égal à I_0 à l'instant t et à une certaine température ambiante mais prenant aussi en compte les différentes réponses spectrales des éléments optiques constitutifs du montage spectrophotométrique. Cet ensemble de données sera noté Ref (comme "reference"). Dans le cas d'une mesure en réflexion, à la place du substrat à mesurer on place un miroir à haute réflectivité qui va renvoyer le maximum de lumière (et dont on connaît la réflexion sur la plage spectrale voulue) dans le capteur.
- La mesure proprement dite : on place l'échantillon à mesurer sur le trajet du faisceau lumineux et on mesure le signal du capteur qui reçoit la lumière en transmission (Figure 2.37, en bas). Cet ensemble de données sera noté S (comme "sample").

Une fois ces trois mesures faites, puisque finalement la seule différence dans le signal entre Ref et S proviendra de l'échantillon (car aucun élément du montage ne bouge durant la mesure), il devient rapide de réaliser le calcul qui mènera à la transmission ou la réflexion normalisée :

$$T(ouR) = \frac{S - D}{Ref - D} \tag{2.8}$$

Où T est la transmission de l'échantillon et R sa réflexion.
Puisque chaque mesure réalisée avec le capteur du spectrophotomètre contient la mesure du courant d'obscurité qui est une valeur additive, on doit la retrancher de toutes les mesures composant la calibration.
On obtient donc la valeur normalisée (par rapport au flux total de la lampe au travers du système optique) de la transmission ou de la réflexion de l'empilement avec son substrat.

Dans le cas d'une mesure spectrophotométrique réalisée dans la machine de dépôt, il s'agit du même cas de figure(figures 2.38 et 2.5) : on est dans un montage en simple faisceau (un trajet lumineux unique de la lampe au substrat et au spectrophotomètre) et on cherche la valeur normalisée de la réflexion de l'échantillon à chaque instant au cours du dépôt. La seule différence, de taille, est que dans le premier cas, la mesure se fait sur une table optique à l'abri des vibrations, des variations de température de l'air ambiant,

et ni l'échantillon ni les composants optiques constituant le montage ne bougent durant la mesure.

Dans le cas de la mesure dans la machine de dépôt présentée plus tôt (Figure 2.1), les parois et donc la porte qui maintient le porte-substrat se déforment sous l'effet du vide qui est fait dans l'enceinte, le chauffage de la lampe induit des déformations mécaniques supplémentaires du porte-substrat et des optiques mises dans l'enceinte à vide, et la lampe voit son flux se modifier au cours du temps (temps qui peut être très long car certains dépôts peuvent durer plusieurs dizaines d'heures). Tous ces phénomènes tendent à modifier le signal optique reçu dans le temps ce qui rend inutilisable la formule présentée plus haut (Eq. 2.8).

Dans le cas du système optique dans la machine, la référence est faite (pour des raisons de temps et de commodité) à la pression atmosphérique : c'est-à-dire que le miroir de référence est placé dans le porte-substrats, la porte est fermée (toujours de la même manière afin d'avoir la référence toujours dans le même plan) puis la mesure en énergie du miroir est réalisée. Ensuite, et tout le problème est là, on place le substrat témoin dans le porte-substrat, on met sous vide l'enceinte et on chauffe avec la lampe IR : les déformations introduites plus haut vont faire que le substrat témoin et le miroir de référence ne seront plus dans le même plan, et donc on ne peut plus faire une correspondance directe comme dans l'eq. 2.8.

Ce qui vient ajouter une difficulté supplémentaire, c'est que l'on ne peut plus régler le système optique une fois que l'on a fermé la porte et fait le vide. On ne peut pas non plus voir ce qu'il se passe sur le trajet lumineux à l'intérieur de la machine durant le pompage et la déformation du bâti. Tout ce qu'il nous reste, ce sont les signaux que l'on a acquis à l'air et sous vide tels que l'on peut les voir sur cette figure :

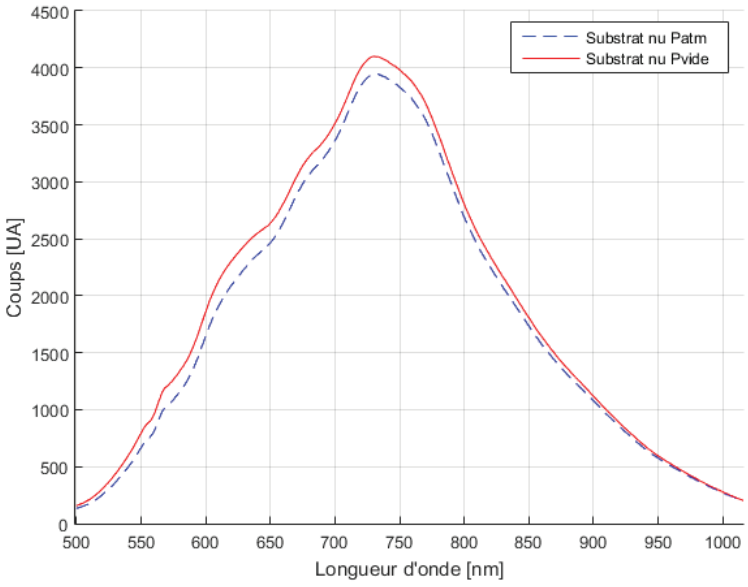


FIGURE 2.39 – Graphique des spectres bruts d'un substrat nu pris à l'air (courbe bleue pointillée) et sous vide à pression de travail (courbe rouge).

On constate que le flux global mesuré change lorsque la machine de dépôt est sous vide (avec des variations allant jusqu'à 20 % à certaines longueurs d'onde). Cela montre que lorsque la pression diminue et que la température augmente, le bâti se déforme changeant ainsi le trajet du faisceau lumineux. Plus précisément, la porte sur laquelle le porte-substrats se situe, se plaque contre le bâti, écrasant son joint, déformant et avançant le plan de dépôt d'environ un à deux centimètres. Cette différence et plus particulièrement le rapport des flux (à l'air et sous vide) est le point de départ d'une calibration qui vise à corriger ces déformations.

2.4.2 La correspondance air/vide

Jusqu'à maintenant, on n'a pris en compte que la face avant de l'échantillon. Cependant, lorsqu'on réalise une mesure en réflexion, il est important de savoir ce qui se passe avec le faisceau lumineux provenant de la face arrière du substrat (Figure 2.40), à savoir si il est collecté ou non par le système spectrophotométrique. Dans notre cas, pour un substrat témoin standard (silice) de 1" de diamètre pour 6/8 mm d'épaisseur, on collecte non seulement le faisceau de la face avant mais aussi celui de la face arrière. La figure 2.41 montre la mesure en réflexion avec le contrôle optique d'un substrat nu de 6 mm d'épaisseur (courbe rouge) et une mesure de ce même substrat avec une de ses faces qui a été sablée (dépolie, courbe bleue, Figure 2.41). La mesure du dépoli donne la moitié de la réflexion du substrat intact, on a donc supprimé le faisceau provenant de la face arrière qui était jusque là, entièrement collecté.
La deuxième vérification, dans notre cas, est de savoir si la rotation du porte-substrat n'induit pas une variation significative du signal optique à l'air d'une part, puis sous vide avec la modification du trajet lumineux : avec le montage de la plaque réglable, on obtient une variation faible et donc satisfaisante (Figure 2.42).

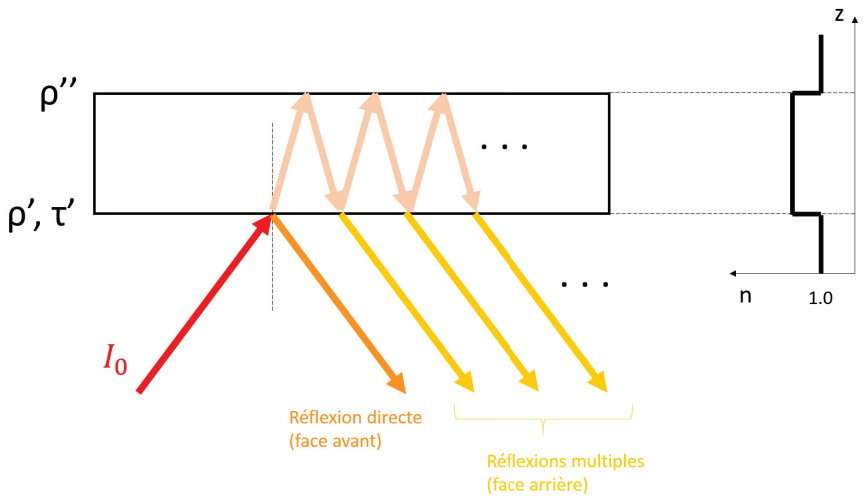


FIGURE 2.40 – Schéma des différentes réflexions induites par l'incidence d'un rayon lumineux à la surface d'un substrat. ρ' et ρ'' sont respectivement : la réflexion en énergie de la face avant et de la face arrière du substrat. τ' est la transmission en énergie de la face avant du substrat. n est l'indice de réfraction du milieu dans la coordonnée z.

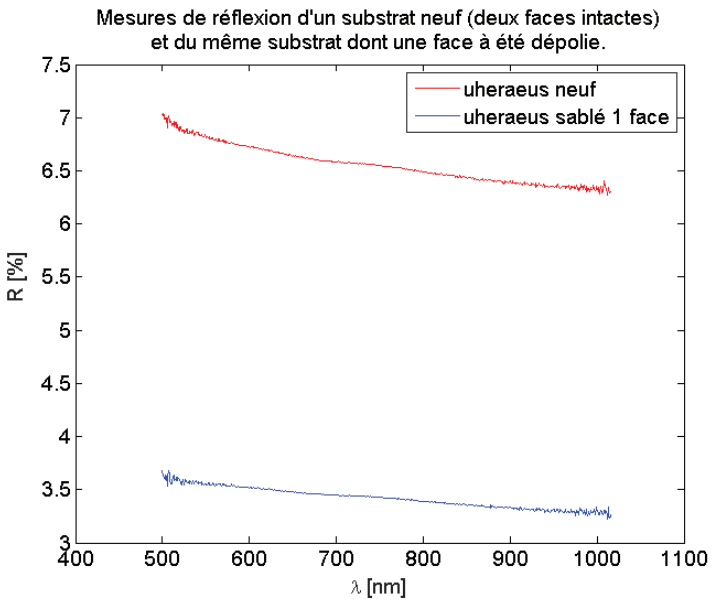


FIGURE 2.41 – Graphique de la réflexion mesurée par le contrôle optique d'un substrat de silice nu neuf et de ce même substrat dont une des faces à été sablée.

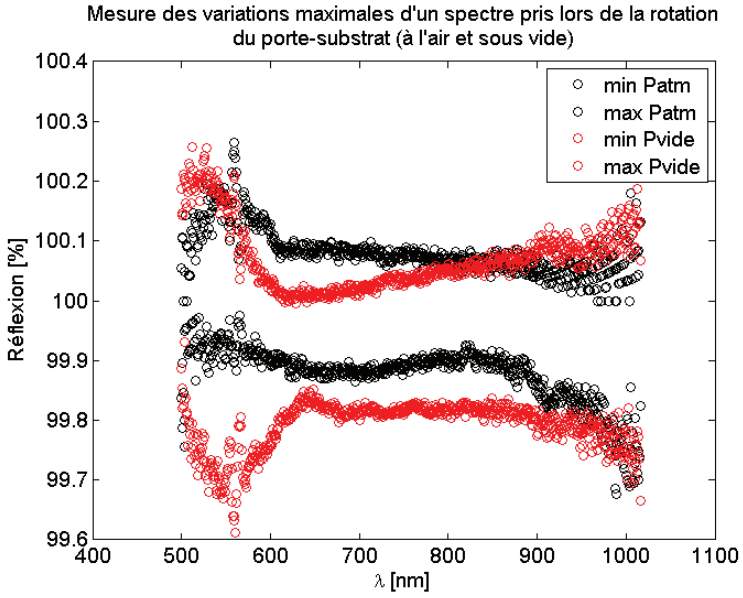


FIGURE 2.42 – Graphique des variations maximales du spectre mesuré dans la machine de dépôt sous vide et à l'air lors de la rotation du porte-substrat.

On peut tirer deux conclusions de ces résultats : d'une part, on collecte bien tout les faisceaux réfléchis entre les deux faces du témoin (face avant et l'ensemble des faisceaux de la face arrière) et d'autre part, cette valeur de flux collectée reste constante au cours de la rotation du porte-substrat. Cela signifie que les variations de flux observées entre la mesure à l'air et sous vide avec le chauffage sont dues exclusivement à la déformation du bâti sous contrainte de la pression extérieure et au chauffage du porte-substrat.
Sachant cela, il est possible de trouver la correspondance entre ces deux signaux.

Dans un premier temps, on pourrait penser qu'un simple coefficient pourrait relier les

deux signaux (air et vide). Cela reviendrait à dire que les deux faces évolueront de la même manière durant tout le dépôt. Ceci n'est pas correct, car cela voudrait dire que le changement de couplage de la lumière revenant de la face avant serait le même que celui de la lumière provenant de la face arrière. Or les deux faisceaux se couplent différemment à cause des déformations de l'ensemble.

Il faut donc traiter les deux faces et donc les flux correspondants indépendamment [10].

On commence par faire la somme des flux de chaque faisceau réfléchi par la face avant (il n'y en a qu'un seul) et de tous ceux de la face arrière (il y en a une infinité).

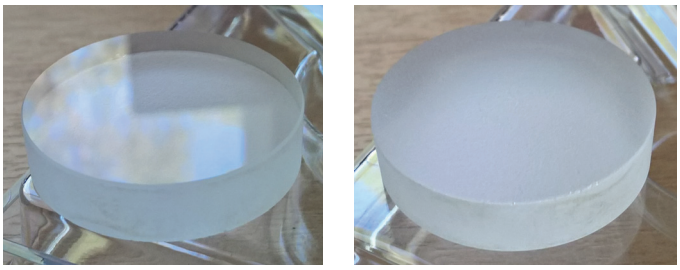


FIGURE 2.43 – Photographies du substrat nu sablé : à gauche, la face avant nette et à droite, la face arrière dépolie.

Si on note ρ' et τ' la réflectivité et la transmission en énergie de la face avant et ρ'' la réflectivité en énergie de la face arrière alors on peut poser la somme suivante :

$$S_0 = \rho' I_0 + I_0 \tau'^2 \rho'' + I_0 \tau'^2 \rho''^2 \rho' + \dots \tag{2.9}$$

Où I_0 est l'intensité du faisceau incident et S_0 est le signal mesuré de tous les faisceaux combinés. Le 1er terme de la somme est l'intensité du faisceau directement réfléchi (i.e. celui de la face avant du substrat) et tous les termes suivants sont les intensités des faisceaux provenant de la face arrière du substrat.
En faisant cette somme on remarque qu'il s'agit d'une suite que l'on peut donc réécrire comme :

$$S_0 = \rho' I_0 + I_0 \rho''(1-\rho')^2 . \frac{1}{1-\rho'\rho''} \tag{2.10}$$

Maintenant, si on représente à partir de cette équation le signal reçu S_c lorsque le vide est fait et que le chauffage est mis, par rapport à celui qui a été mesuré à l'air, il faut appliquer un coefficient à chaque terme de l'équation, α' pour la face avant et α'' pour la face arrière [11] ce qui nous donne :

10. En vérité rien n'est indépendant dans ce problème, le flux de la face arrière dépend de la réflexion de la face avant. Et de toute manière le flux que l'on intègre avec le capteur correspond à la fois au flux de la face avant et celui de la face arrière.

11. En appliquant un seul coefficient α'' à l'ensemble du flux lumineux provenant de la face arrière du

$$S_c = \alpha'\rho' I_0 + \alpha'' I_0 \rho''(1-\rho')^2 . \frac{1}{1-\rho'\rho''} \tag{2.11}$$

En mettant tout au même dénominateur :

$$S_c = \frac{\alpha'\rho' I_0(1-\rho'\rho'') + \alpha'' I_0 \rho''(1-\rho')^2}{1-\rho'\rho''} \tag{2.12}$$

Cette expression du signal reçu lorsque la machine de dépôt est en marche est "transparente" car si il n'y a pas de modification du signal (en posant $\alpha' = \alpha'' = 1$) et que l'on développe simplement l'équation, on obtient :

$$\frac{S_c}{I_0} = \frac{\rho' + \rho'' - 2\rho'\rho''}{1-\rho'\rho''} \tag{2.13}$$

Si on pose $R = \frac{S_c}{I_0}$ où R est la réflexion totale mesurée du substrat nu :

$$R = \rho' + \rho'' - \rho'\rho''(2-R) \tag{2.14}$$

Cette expression correspond exactement à l'expression de la réflexion totale d'un substrat en fonction des réflexions de chacune de ses faces telle que montrée par Z.Knittl [45] (chapitre 11). Cette expression de R montre par la même occasion que la réflexion totale d'un substrat est inférieure à la simple somme des réflexions de chaque face telle que l'on pourrait poser la relation en première approximation.

Maintenant, il reste à chercher α' et α'' pour pouvoir corriger le flux mesuré sous vide et le ramener dans le "référentiel" de l'air. De cette manière, à chaque instant, en utilisant le signal optique reçu sous vide on pourra recalculer le signal équivalent à l'air (là où la référence à 100 % a été faite).

2.4.3 La recherche de α'

La tâche de rechercher le coefficient α' qui s'applique à l'intensité du faisceau directement réfléchi par la face avant d'un substrat témoin en silice est assez simple.
Si dans les équations 2.10 et 2.11 on supprime le deuxième terme ($\rho'' = 0$) alors on aurait plus qu'à faire de ratio entre les deux expressions et en sortir α'.
Expérimentalement, il est assez simple de mesurer cela : il suffit de prendre un substrat de dépolir (projeter du sable sous pression) une des faces du substrat afin d'éliminer par diffusion tout le flux revenant de cette face (qui jouera le rôle de face arrière) (Figure 2.44).

substrat, on considère cette multitude de réflexions se comportant comme un seul et même faisceau.

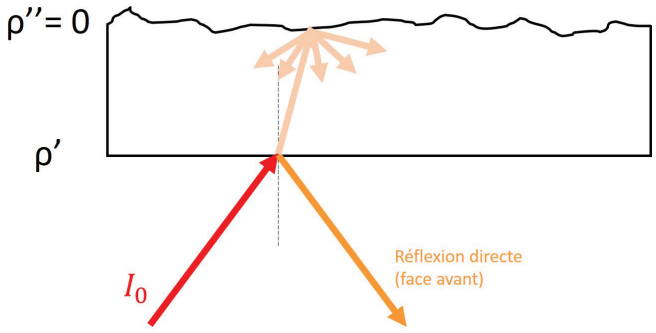


FIGURE 2.44 – Schéma des différentes réflexions induites par l'incidence d'un rayon lumineux à la surface d'un substrat dont la surface arrière a été dépolie. ρ' et ρ'' sont respectivement : la réflexion de la face avant et de la face arrière du substrat.

On réalise ensuite une mesure énergie du substrat à l'air et sous vide puis on fait le ratio des mesures :

$$\left.\begin{aligned} S_0^* &= \rho' I_0 \\ S_c^* &= \alpha' \rho' I_0 \end{aligned}\right\} \qquad \alpha' = \frac{S_c^*}{S_0^*} \tag{2.15}$$

Où S_0^* est le signal brut reçu du substrat dépoli à l'air et S_c^* est le signal but sous vide (et chauffé).

2.4.4 La recherche de α''

La recherche du coefficient α'' est un peu plus compliquée : on ne peut pas simplement s'affranchir de la face avant puisque le faisceau y passe. On fait deux mesures supplémentaires juste avant un dépôt : on prend le substrat nu, cette fois-ci intact des deux côtés et on fait une mesure spectrale brute à l'intérieur de la machine à l'air avec la porte simplement fermée puis lorsqu'elle est sous vide et que l'on a chauffé le porte-substrat. On obtient alors la valeur S_c, puis on suppose que lorsque rien ne s'est encore déposé sur le substrat, on peut dire que

$$\rho' = \rho'' = \rho_{nu} \tag{2.16}$$

ρ_{nu} étant la réflexion en énergie d'une face vierge du substrat. L'équation 2.11 devient :

$$S_c = I_0 . \rho_{nu} \left[\alpha' + \alpha'' . \frac{1 - \rho_{nu}}{1 + \rho_{nu}} \right] \tag{2.17}$$

Ce qui nous donne lorsqu'on fait sortir α'' :

$$\alpha'' = \left[\frac{S_c}{I_0} - \alpha'\right].\frac{1+\rho_{nu}}{1-\rho_{nu}} \tag{2.18}$$

Il nous faut maintenant déterminer l'expression de ρ_{nu} pour exprimer simplement α''. Selon 2.10 et l'hypothèse écrite à l'équation 2.16, on peut écrire que :

$$S_0 = \rho_{nu} I_0 + I_0 \rho_{nu}(1-\rho_{nu})^2.\frac{1}{1-\rho_{nu}^2} \tag{2.19}$$

De là, on en déduit l'expression de ρ_{nu} :

$$\rho_{nu} = \frac{S_0}{2I_0 - S_0} \tag{2.20}$$

Maintenant que l'on a ρ_{nu}, on peut le remplacer dans l'équation 2.18 :

$$\alpha'' = \frac{S_c}{S_0}.\frac{2.I_0 - S_0}{I_0 - S_0} - \frac{\alpha'.I_0}{I_0 - S_0} \tag{2.21}$$

On connaît maintenant α'', il est maintenant temps de s'atteler à la dernière partie du problème : le calcul de la contribution de la face avant à chaque instant du dépôt dans le référentiel à l'air.
Lors du dépôt, la face arrière du substrat témoin reste vierge de tout dépôt, donc $\rho'' = \rho_{nu}$. Si on pose S, le signal reçu à chaque instant du témoin en réflexion lors du dépôt, on écrit sa formulation suivante :

$$S = \frac{\alpha'\rho'(1-\rho'\rho_{nu})I_0 + \alpha''(1-\rho')^2\rho_{nu}I_0}{1-\rho'\rho_{nu}} \tag{2.22}$$

On cherche ρ', on commence donc par simplifier un peu l'équation en posant $R = \frac{S}{I_0}$. Puis on développe 2.22 :

$$R - R\rho'\rho nu = \alpha'\rho' - \alpha\rho'^2\rho_{nu} + \alpha''(1-2\rho'+\rho'^2)\rho_{nu} \tag{2.23}$$

On obtient une équation du second degré à résoudre :

$$\rho'^2(\alpha''\rho_{nu} - \alpha'\rho_{nu}) + \rho'(\alpha' + R\rho_{nu} - 2\alpha''\rho_{nu}) + (\alpha''\rho_{nu} - R) = 0 \quad (2.24)$$

Ce qui nous donne le déterminant suivant :

$$\Delta = (\alpha' + R\rho_{nu} - 2\alpha''\rho_{nu})^2 - 4(\alpha''\rho_{nu} - \alpha'\rho_{nu})(\alpha''\rho_{nu} - R) \quad (2.25)$$

en développant puis en re-factorisant les termes, on obtient alors un expression plus simple :

$$\Delta = (\alpha' - \rho_{nu}R)^2 + 4\alpha''\rho_{nu}(\alpha' - R)(\rho_{nu} - 1) \quad (2.26)$$

Il devient alors possible de calculer les solutions :

$$\rho'^{(1)} = \frac{2\alpha''\rho_{nu} - \alpha' - R\rho_{nu} + \sqrt{\Delta}}{2\rho_{nu}(\alpha'' - \alpha')} \quad (2.27)$$

$$\rho'^{(2)} = \frac{2\alpha''\rho_{nu} - \alpha' - R\rho_{nu} - \sqrt{\Delta}}{2\rho_{nu}(\alpha'' - \alpha')} \quad (2.28)$$

Si l'on essaie de calculer la réponse de la face avant avec la deuxième solution trouvée, on obtient une solution qui donne une réflexion nulle voire négative, ceci n'a aucune signification physique. On prend alors la première solution ce qui nous donne les mesures que l'on verra au dernier chapitre, celui des résultats.

2.4.5 La dérive du flux lumineux au cours du temps

Néanmoins, même à l'aide de cette calibration des mesures faites à l'air et sous vide en condition de dépôt, les spectres en réflexion d'une part déduits de spectres réalisés *ex-situ*, et d'autre part la mesure calibrée de fin de dépôt à l'aide du contrôle optique ne correspondent pas encore. Il manque un élément essentiel dans la procédure de calibration qui est liée à la durée de toute l'opération du dépôt. Toutes les phases constituant un unique dépôt d'un empilement de couches minces sur un substrat dans cette machine, peuvent prendre beaucoup de temps entre la mesure de la référence à 100 % ("le blanc") et la fin du dépôt, où l'on réalise la mesure finale de l'empilement sous vide et à chaud à l'aide du contrôle optique : cela peut durer de quelques heures à plusieurs dizaines d'heures.

De ce fait, l'élément important qui nous manque dans la calibration est la dérive du flux de la lampe du spectrophotomètre au cours du temps. Certaines quantités intervenant dans le calcul de la calibration des flux mesurés en réflexion lors du dépôt doivent être corrigées de cette dérive du flux lumineux de la lampe. Puisque le contrôle optique est réalisé en simple faisceau, celui-ci ne dispose pas d'une voie de mesure du flux de la lampe et on ne peut donc pas mesurer cette dégradation des performances de la lampe au cours d'un dépôt. Il nous faut alors modéliser à l'avance le comportement du flux au cours du temps afin de réutiliser ces données lors d'un dépôt.
De ce fait nous pourrions alors corriger le terme α' calculé un peu plus tôt afin de suivre cette évolution du flux lumineux au cours du temps. En effet, α' corrige la différence de flux entre la mesure faite à l'air et celle faite sous vide, différence présente à cause de la pression qui compresse la porte et déforme le trajet du faisceau lumineux. Mais à partir du moment de la mesure faite sous vide S_c (équation 2.11), le flux reçu continue de dériver et c'est pour cela que l'on doit sans cesse corriger le rapport vide / air représenté par α'.

Nous savons par le constructeur du spectrophotomètre que la lampe est censée être stable dans le temps puisqu'elle est contrôlée en tension par des circuits électroniques. Il nous faut quand même vérifier quelle est la teneur de cette dégradation du flux au cours du temps afin de voir si cela correspond à ce qui a été mesuré hors de la machine et à l'intérieur.

Une première série de mesures est réalisée dans la machine à l'aide du contrôle optique : le miroir de référence servant lors de la calibration à mesurer le niveau de flux maximum de la lampe (le blanc) est installé dans le porte-substrats de la machine puis le vide est fait et le chauffage est lancé, d'autres paramètres de la machine sont modifiés ainsi on se retrouve dans les conditions d'un dépôt classique. Une fois que la pression dans la chambre est stabilisée, on lance une série de mesures spectrales du miroir de référence en réflexion. Les mesures sont des spectres bruts réalisés sur tout le domaine spectral acquis avec le même temps d'intégration que lors d'un dépôt normal.
Pour cette première série de mesures on réalise une acquisition toutes les 5 minutes et ce durant environ 12 heures.

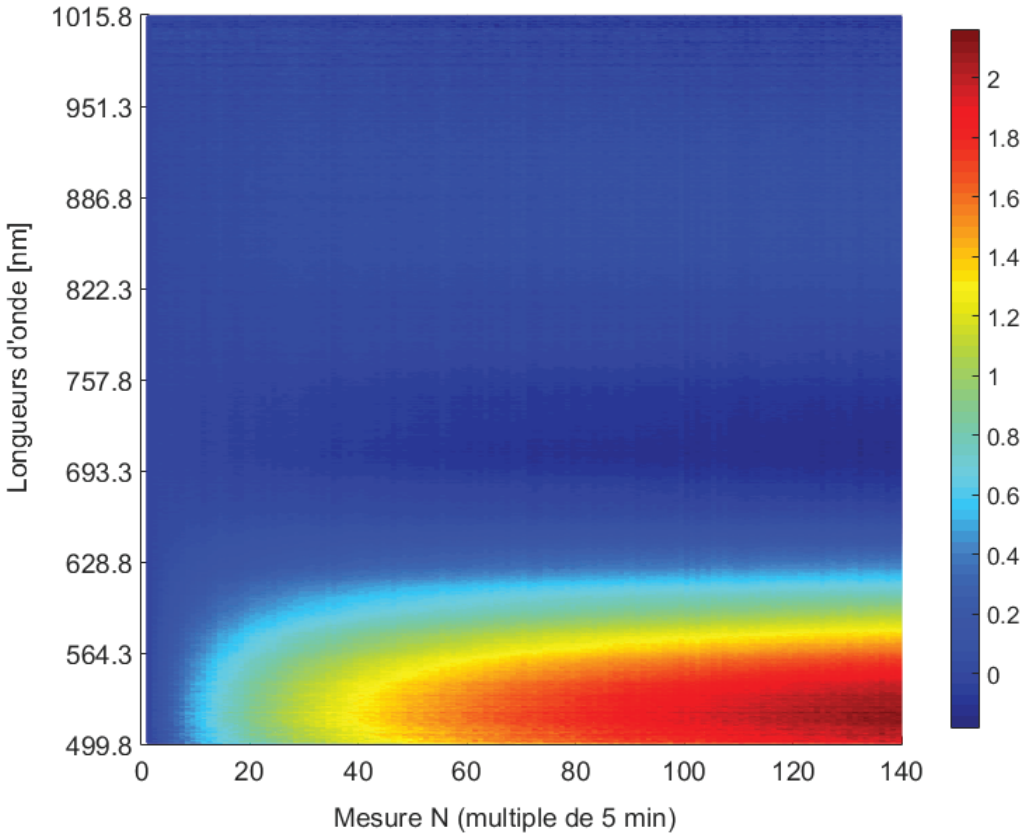


FIGURE 2.45 – Graphique de l'évolution du flux lumineux de la lampe du spectrophotomètre relative à la première mesure de la série. Mesures faites dans la machine de dépôt, en conditions de dépôt.

Afin de voir clairement l'évolution du flux lumineux au cours du temps, on traite cette première série de données en prenant la première mesure comme référence de la série comme suit :

$$DM_i[\%] = \frac{M_i - M_1}{M_1}.100 \tag{2.29}$$

Où M_1 est la 1ère mesure de la série, M_i est la ième mesure de la série et DM_i est la différence relative entre la 1ère mesure de la série et la ième mesure.
Les résultats (Figure 2.45) nous montrent trois choses :

1. La dérive du flux est chromatique : c'est-à-dire qu'au cours du temps la variation de flux lumineux en fonction des longueurs d'onde n'est pas la même, avec un intense changement aux basses longueurs d'onde et un changement beaucoup moins conséquent aux longueurs d'onde plus grandes.
2. L'effet relatif dans le temps est assez fort : un changement de flux d'environ 2 % au bout de 13 heures (certains dépôts peuvent durer jusqu'à 40 heures) est suffisamment important pour devoir être pris en compte dans le calcul de la calibration.
3. On observe que le changement de flux dans le temps est asymptotique à une certaine

valeur en fonction de la longueur d'onde prise en compte. Cet effet est bien plus visible à la figure 2.46, qui est la même que la figure 2.45 mais vu suivant l'axe des mesures.

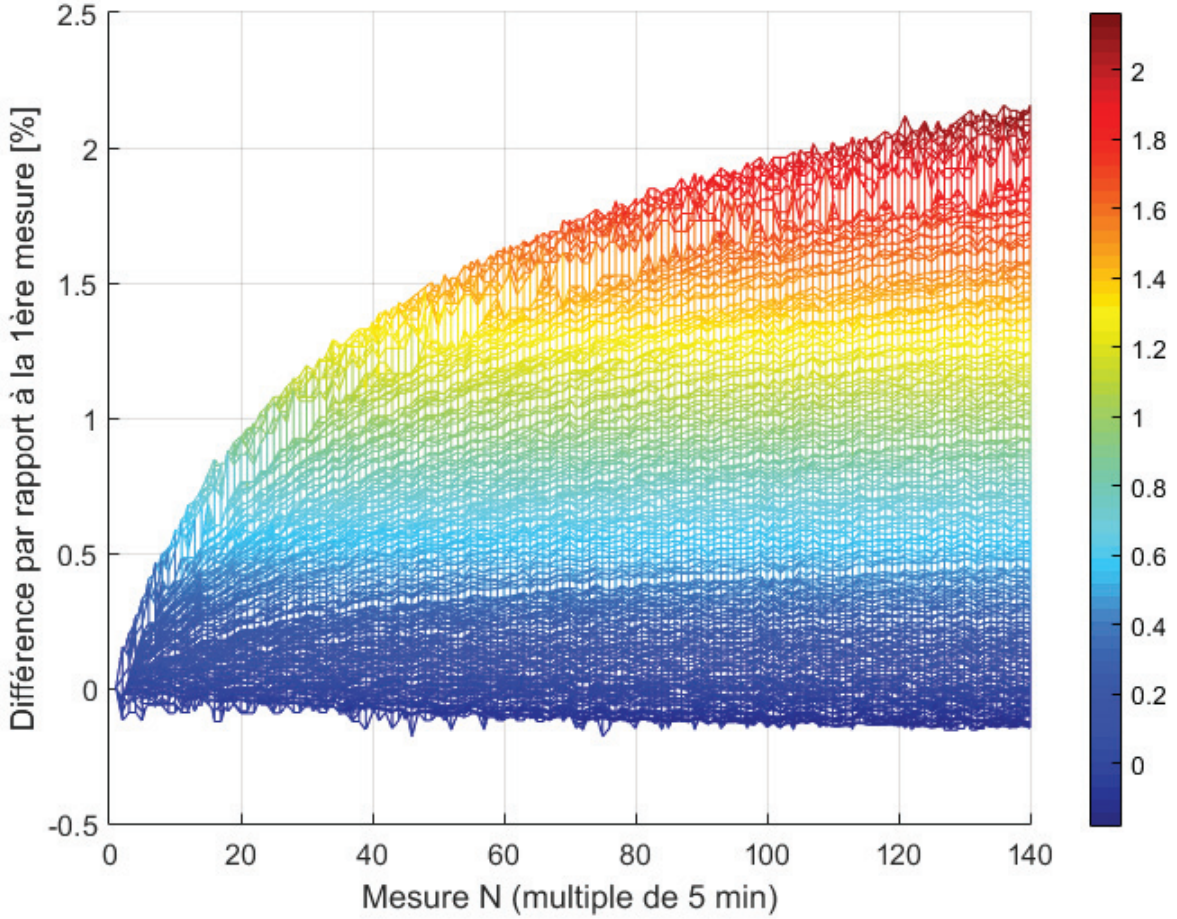


FIGURE 2.46 – Graphique de l'évolution du flux lumineux de la lampe du spectrophotomètre relative à la première mesure de la série. Autre vue de la figure 2.45.

Le sens de changement du flux lumineux (on gagne du flux) au cours du temps et l'amplitude de ce changement ainsi que le caractère chromatique du phénomène, nous a fait dire qu'un phénomène autre que celui associé à la lampe est à l'œuvre ici. Afin d'étayer cette supposition, on réalise la même série de mesures avec le même temps l'intégration et le même matériel avec un montage optique très simple en transmission sur une table optique hors de la machine de dépôt. L'idée est de voir si l'on obtient les mêmes résultats que dans la machine (Figure 2.45).

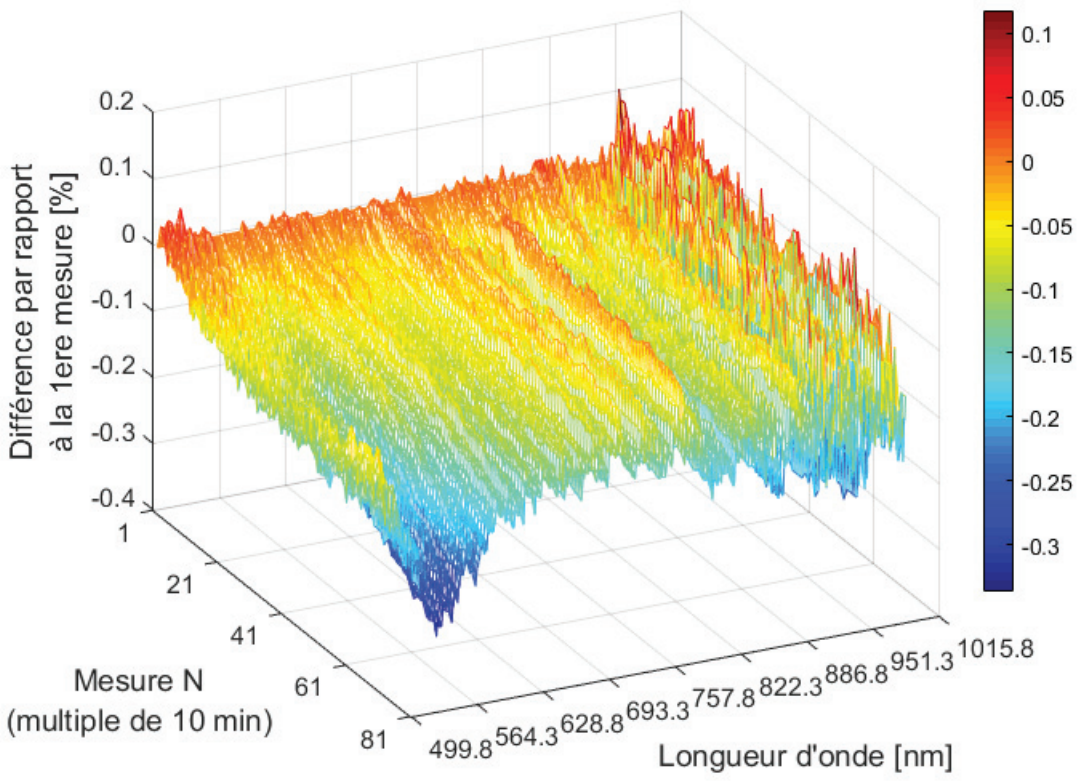


FIGURE 2.47 – Graphique de l'évolution du flux lumineux de la lampe du spectrophotomètre relative à la première mesure de la série. Mesures faites sur une table optique, hors de la machine de dépôt.

Il est clair en comparant les figures 2.47 et 2.45 que les résultats ne sont pas du tout les mêmes : on voit sur la figure 2.47 que l'évolution dans le temps du flux lumineux correspond plutôt à une perte (ce qui semble normal dans le cas du vieillissement d'une lampe lors de mesures dans le temps) et que l'amplitude est très faible, ce qui correspond aussi aux dires du fabricant du spectrophotomètre selon lesquelles la lampe est contrôlée en tension : au bout de 13 heures consécutives de mesure, la lampe a dérivé au maximum sur une de ses longueurs d'onde de seulement 0,3 %, ce qui est assez faible. Dans le cas de la mesure faite dans la machine, on a une augmentation du flux lumineux, ce qui trahit une possible modification du trajet du faisceau lumineux au cours du temps : le trajet lumineux se déplaçant lentement au gré de la déformation lente de la machine à cause de la contrainte mécanique induite par le vide fait à l'intérieur, ne se couple plus dans la fibre de collection de la même manière au début de la mesure qu'à la fin.
En comparant ces deux séries de mesures l'une faite à l'extérieur de la machine et l'autre à intérieur, il est maintenant clair que cette dérive du flux au cours du temps est la somme de ces deux contributions : la dérive naturelle du flux de la lampe (négligeable) conjuguée à ce que l'on pense être une déformation lente du bâti de dépôt (Figure 2.46).

Ces résultats nous apportent une information importante concernant la configuration

du système optique dans la machine : un montage en double faisceau (une voie de mesure échantillon, une voie de mesure du flux lumineux) n'aurait pu régler le problème de la dérive du flux lumineux arrivant dans la fibre de collection que du point de vue de la perte "naturelle" de flux de la lampe. Le problème de la déformation latente du bâti serait restée invisible sur la deuxième voie de calibration d'un tel système.
C'est pourquoi il est nécessaire d'utiliser ces mesures pour modéliser à l'avance le comportement de cette modification de flux afin de pouvoir corriger tout au long d'un dépôt le coefficient α' de cette lente déformation du bâti. Pour ce faire, nous avons réalisé ces mesures en continu durant 50 heures dans la machine de dépôt à partir du moment où l'on est passé en vide secondaire ($< 10^{-4}$ mbar) et chauffé le porte-substrats à la température de dépôt. Les mesures ont été faites sur un miroir argent pour avoir plus de flux durant la mesure. Ce sont ensuite ces données qui servent de correction de la calibration pour les dépôts qui suivent. Toutes les cinq minutes, lors d'un dépôt, le rapport α' est recalculé et corrigé de la dérive à un instant t.

Le schéma de la figure 2.48 qui suit, reprend les étapes dans l'ordre du déroulement d'un dépôt avec les prises des références de la calibration. Le graphique montre la différence relative à la première mesure (équation 2.29) d'une des longueurs d'onde contrôlées (532 nm) au cours du temps. La différence de ce graphe avec les données vues à la figure 2.45 est que les mesures ont été faites depuis le début du pompage dans la chambre à vide.

Avant de continuer, on va s'arrêter le temps de quelques lignes pour ajouter une remarque sur le substrat témoin utilisé pour le contrôle optique. Une idée sera certainement venue en tête du lecteur en voyant le substrat dépoli tel que présenté précedemment (Figure 2.43). On pourrait grandement simplifier toute la procédure de calibration, si l'on utilisait comme témoin, un substrat dont la face arrière aurait été dépolie. De ce fait, on pourrait complètement s'affranchir de la face arrière et n'utiliser que le coefficient α' pour calibrer la mesure spectrale du flux lumineux provenant du témoin.
Ce substrat serait effectivement utile dans le cas où le contrôle du dépôt serait fait de manière indirecte (substrat témoin au centre de la rotation et pièces optiques à traiter tout autour). Mais le témoin est également utilisé pour des caractérisations ex-situ. Notamment, des mesures en transmission dans le spectrophotomètre "de table" à monochromateur Perkin Elmer Lambda 1050 du laboratoire et le dépolissage d'une des faces du témoin rendrait la mesure impossible.
Pour le cas de mesures directes sur la pièce optique à traiter (comme on le verra au chapitre 3), on ne peut évidemment pas détruire l'état de surface de l'optique. On a donc besoin dans ce cas, de tout le traitement mathématique présenté précédemment. Finalement, nous avons choisi de garder toute la procédure et le calcul mathématique afin d'utiliser une méthode générale pour le traitement d'une quelconque pièce optique et/ou mode de contrôle (direct ou indirect)

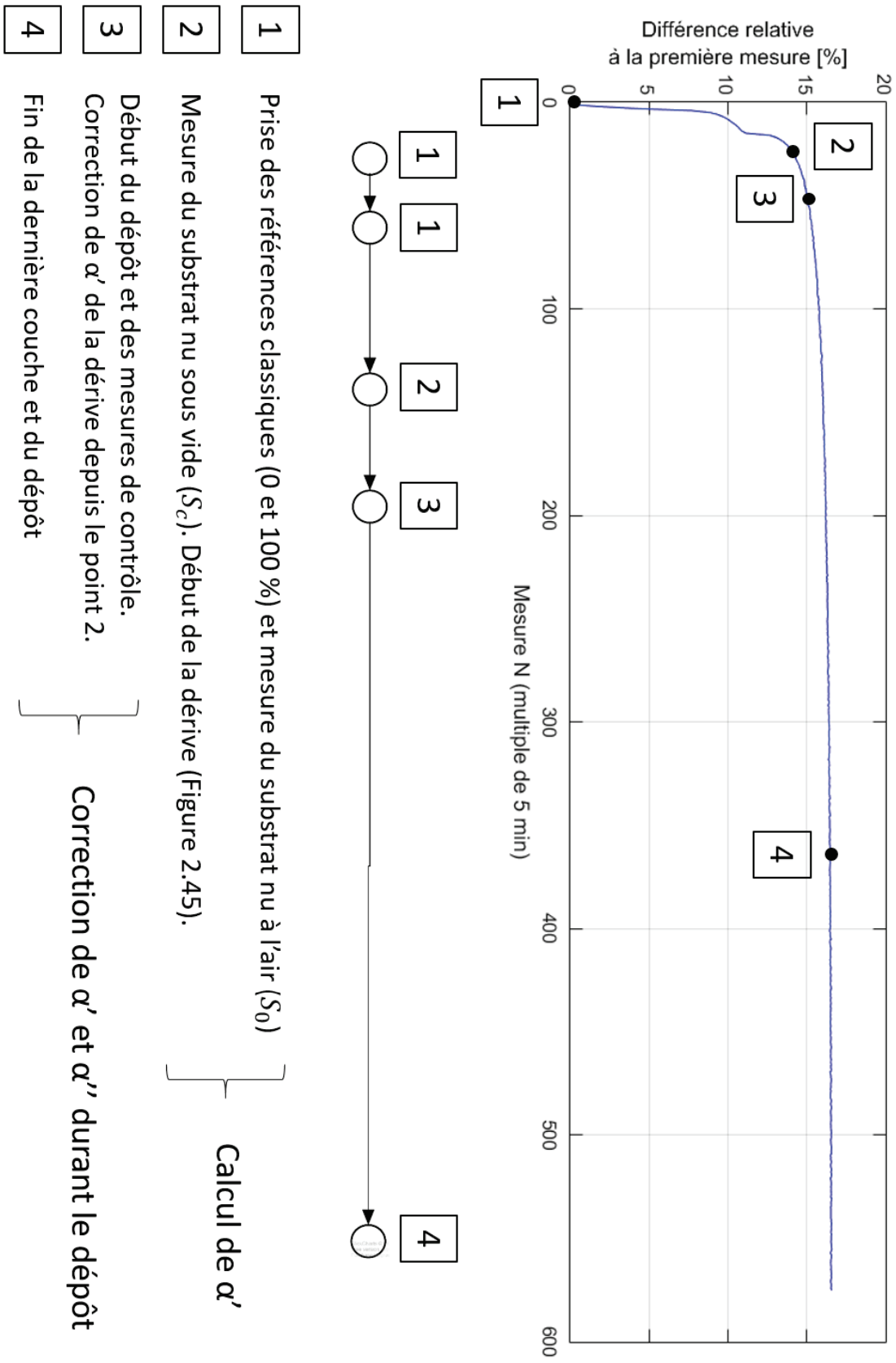


FIGURE 2.48 – Graphique de l'évolution du flux à 532 nm par rapport à la mesure à l'air. Et diagramme de flux du déroulement de la calibration avant et pendant un dépôt de couches minces dans le bâti de dépôt.

2.4.6 Domaines de validité de la calibration

Revenons maintenant sur un point sur lequel on est passé rapidement. Il s'agit du postulat selon lequel la réflexion de la face avant est égale à la réflexion de la face arrière (Equation 2.16). Ceci n'est vrai que si l'on récupère toute la lumière de la face arrière du substrat témoin à chaque instant du dépôt. Dans notre cas, sachant que l'on utilise des substrats de silice fondue de 6 mm d'épaisseur comme témoins pour les dépôts, il n'y a pas de problème.
Deux possibilités se présentent, où l'on ne récupérerait pas toute la lumière provenant de la face arrière du substrat :

— Le substrat est épais et le faisceau revenant de la face arrière est suffisamment décalé par rapport à l'axe optique principal pour ne plus se coupler dans la fibre en réception.
— Les deux faces du substrat témoin ne sont pas parallèles ("wedge"). Le faisceau face arrière est grandement dévié de l'axe optique principal et ne se couple pas dans le système optique.

Dans ces deux situations, il s'agit de mesurer l'équivalent d'un substrat semi-infini. Et si l'on reprend les équations vues pour la calibration, le terme ρ'' est nul et le coefficient α'' n'a plus lieu d'être. On se retrouve alors simplement dans le cas où la calibration consiste à multiplier le spectre en énergie mesuré à chaque instant par le coefficient α'. Bien sûr, le coefficient α' est toujours corrigé de la dérive au cours du temps.

Cela règle les cas où l'on a tout le flux de la face arrière et celui où l'on a rien. Mais dans le cas intermédiaire, où l'on ne reçoit qu'une partie du faisceau revenant de la face arrière du substrat, il faut se demander comment calibrer. Pour ce faire, on désire voir l'influence de l'épaisseur du substrat sur le couplage de la lumière qui revient de la face arrière. Les données du montage optique en réflexion tel qu'il a été fait ont été reprises et une simulation sous ZEMAX de celui-ci a été réalisée. On a fait varier l'épaisseur du substrat (silice fondue) et calculé pour différentes épaisseurs, le taux de couplage de la lumière qui revient de la face arrière. Le résultat est visible à la figure 2.49.
Sur cette figure, on peut voir trois zones du graphe :

— La zone verte, de 0 à 6,5 mm d'épaisseur de substrat, correspond à un taux de couplage de 100 à 99,5 %. Cette zone correspond au cas où tout le flux revenant de la face arrière du substrat est collecté.
— La zone jaune, de 6,5 mm à 28 mm correspond à un taux de couplage entre 99,5 et 0,55 %. Cette zone correspond au cas où le flux revenant de la face arrière du substrat est partiellement collecté.
— La zone bleue, de 28 mm à l'infini en mm correspond à un taux de couplage entre

0,55 et 0 %. Cette zone correspond au cas où le flux revenant de la face arrière du substrat n'est pas collecté.

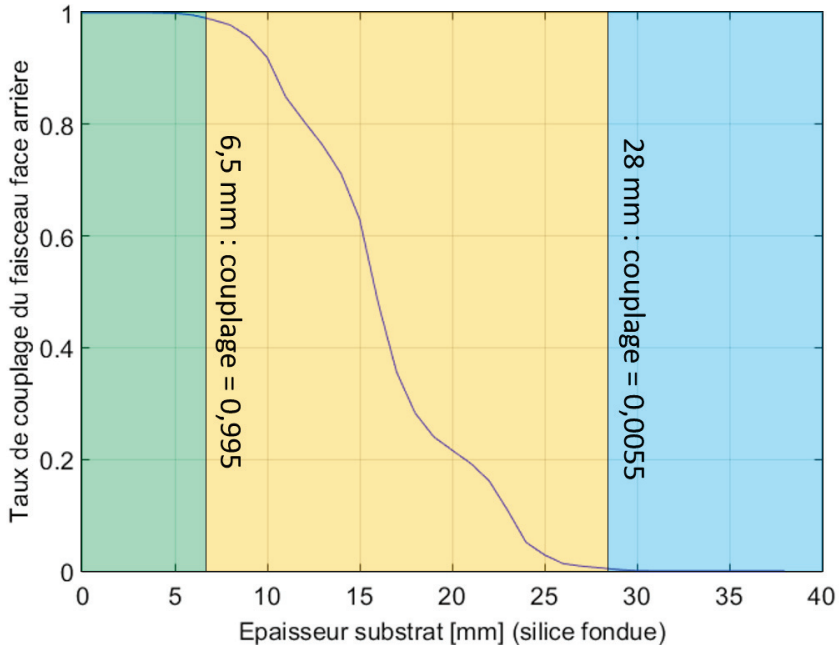


FIGURE 2.49 – Graphique du taux de couplage dans la fibre de collection (diamètre cœur : 980 μm, O.N. : 0,20) du faisceau provenant de la face arrière du substrat en fonction de l'épaisseur du substrat. Le substrat est en silice fondue. Les deux barres verticales correspondent à un taux de couplage de 99,5 % et de 0,55 % pour des épaisseurs de substrat de 6,5 et 28 mm respectivement. L'angle d'incidence du faisceau lumineux est de 10° par rapport à la normale à la surface.

Donc pour récapituler, si l'on reprend la nomenclature de la calibration telle qu'elle a été présentée juste avant on a pour la zone verte :

$$\rho' = \rho'' = \rho_{nu} \tag{2.30}$$

pour la zone jaune :

$$\rho' = A.\rho'' = \rho_{nu} \tag{2.31}$$

où A est le coefficient de correspondance de flux entre la face avant et la face arrière du substrat.

Et pour la zone bleue :

$$\rho' = \rho_{nu} \tag{2.32}$$

$$\rho'' = 0 \tag{2.33}$$

La délimitation des zones est arbitraire et correspond à une limite de perte (zone verte) ou de gain (zone bleue) de 0,5 % de la lumière provenant de la face arrière. Cette perte est suffisamment inférieure aux variations de signal du flux total collecté provenant du témoin lors de la rotation du porte-substrat ($\pm$ 1 %) pour être négligée.

La première observation est que les substrats que l'on utilise comme témoin pour le contrôle optique (silice fondue de 6 mm d'épaisseur) nous permettent de récupérer tout le flux de la face arrière. Ce qui valide le calcul utilisé dans la section précédente.
Ensuite, pour des substrats épais (zone bleue), il faut ignorer la correction avec le coefficient α'' et simplement utiliser α' pour corriger le flux mesuré. Enfin, le cas le plus difficile à gérer est le cas intermédiaire (zone jaune) : suivant l'épaisseur du substrat, il faut calculer le coefficient A (équation 2.31) pour connaître le ratio de flux collecté entre la face avant et la face arrière du témoin. Une fois ce coefficient connu, on peut appliquer cette pondération à la face arrière dans le calcul de la calibration. La manière à la laquelle on pense immédiatement est de mesurer le flux total réfléchi par un substrat vierge de même matériau et épaisseur que le substrat qui sera mesuré durant le dépôt. Puis de dépolir sa face arrière et de le mesurer à nouveau, et enfin de faire le rapport entre les deux mesures ce qui donne A. Mais cela amène une lourdeur non négligeable à tout le processus de dépôt et de contrôle.

Pour le moment, nous n'avons pas eu de substrats qui nous mette dans le cas intermédiaire, nous n'avons donc pas encore adapté le système pour une telle situation. Néanmoins, une piste pour calculer le coefficient A a été trouvée.
En connaissant l'angle d'incidence du faisceau lumineux à la surface du témoin et en connaissant aussi l'indice de ce témoin [12], il est possible de calculer la réflexion théorique sur la première surface. Dans la procédure de calibration, la mesure du flux lumineux total réfléchi par le substrat nu à l'air (en fermant juste la porte de la machine) est réalisée. On pourrait l'utiliser pour calculer la différence entre le flux total mesuré et le flux calculé provenant de la face avant du substrat et en déduire ce qui revient de la face arrière. En faisant le rapport entre le flux calculé revenant de la face arrière et le flux calculé de la face avant, on obtiendrait le coefficient A. A partir de là, on reprend les calculs de calibration avec l'égalité 2.31.
Cette manière de faire aurait l'avantage d'être plus générale que celle qui a été utilisée jusqu'alors puisqu'elle pourrait convenir à toutes les épaisseurs de substrat. Cela n'a pas encore été mis en œuvre pour les raisons évoquées précédemment. Ce raisonnement a pris forme en parallèle des essais qui ont été menés avec le contrôle optique et nous avons préféré pour des impératifs de temps de ne pas lourdement modifier le programme de contrôle.

12. De tout manière, la connaissance exacte de l'indice du substrat est nécessaire afin d'avoir un design d'empilement valide.

2.5 Le capteur

Dans le cadre d'un montage de mesures spectrophotométriques, ce qui joue le rôle de "l' œil" est un capteur qui va convertir les photons arrivant à la surface de celui-ci en charge électrique visible par un circuit électronique attaché à ce capteur. Les performances spectrales caractéristiques de ce capteur dépendront de sa nature : dans le cadre de mesures spectrophotométriques à l'aide d'un polychromateur [13] deux technologies de capteurs sont principalement utilisées, les CCD ou "Charged Coupled Device" et les photodiodes.
Les deux types de détecteurs sont des semi-conducteurs qui comportent une surface photosensible qui par effet de photoémission va convertir (en fonction de son efficacité quantique [14]) un photon en un électron libre sorti de son matériau et qui sera converti en charge électrique (photodiode) ou collecté dans un puits de potentiel (CCD). Les charges électriques sont accumulées avec les autres électrons arrivant durant un temps avant d'être lus par le circuit qui est attaché : ce temps est le temps d'intégration. Ces puits de potentiel dans lesquels les électrons accumulés sont piégés correspondent aux pixels du capteur (pour les photodiodes, chaque pixel est une photodiode) : une fois que la période d'accumulation de ces charges est finie (temps d'intégration), ces charges sont évacuées dans l'ordre des pixels et lus par un circuit électronique qui va restituer à l'opérateur la quantité de charges accumulées par pixels ce qui nous donnera un nombre de coups par canal qui correspondra aux spectres bruts de la mesure spectrophotométrique.

Le type de capteur choisi pour la mesure spectrale dépendra des besoins : pour une application où l'on veut avoir un très bon rapport signal sur bruit avec une source lumineuse qui est intense, on choisira plutôt les photodiodes qui ont un seuil de saturation plus élevé que les CCD mais un seuil de détection plus haut. Pour une mesure spectrale où la source lumineuse est faible voire très faible (comptage de photons) et où l'on a besoin d'une sensibilité du capteur aux photons très élevée (haut taux de conversion photons / charges électriques libres), on choisira plutôt un capteur de type CCD.

Dans notre cas, on veut mesurer par réflexion des empilements de couches minces optiques à la surface de substrats de silice. Il nous est possible de choisir une source lumineuse intense sur une large gamme de longueur d'onde (lumière blanche par lampe halogène) et la

13. Un polychromateur est un réseau dispersif qui à l'instar d'un monochromateur, n'a pas besoin de bouger physiquement afin de renvoyer par réflexion la longueur d'onde désirée. Un polychromateur renvoie par réflexion (d'une lumière blanche) toutes les longueurs d'ondes qui lui sont possibles (suivant son efficacité quantique) à différents angles respectant l'ordre des longueurs d'onde. Il suffit alors de placer le capteur au bon endroit pour que chacun des pixels soient éclairés par une longueur d'onde différente. Un polychromateur est un bon moyen d'avoir une mesure spectrophotométrique très rapide contrairement à monochromateur qui a besoin de pivoter sur lui-même mais au prix d'une résolution spectrale plus faible.

14. L'efficacité quantique d'un capteur photosensible est sa capacité à convertir un nombre de photons donnés en un certain nombre de charges électriques libres au sein du matériau semi-conductif. Typiquement, un capteur photosensible ne convertira pas automatiquement un photon en une charge électrique libre mais aura plutôt une probabilité de libérer une charge électrique libre à l'absorption du photon. La valeur centrale de la probabilité constitue l'efficacité quantique du capteur qui est le taux de conversion moyen d'une certaine quantité de photons absorbés en charges électriques libres.

quantité de cette lumière réfléchie dépendra de l'empilement de couches minces à mesurer. Globalement, sur la large gamme spectrale disponible du capteur, il y aura toujours la possibilité d'avoir un signal important grâce à des taux de réflexion élevés de l'empilement et du substrat. De plus, afin d'assurer un contrôle optique de qualité des couches minces en cours de dépôt la recherche d'un rapport signal sur bruit le plus important possible est un des critères de sélection du capteur servant à faire les mesures spectrales [12] (ceci fera ultérieurement l'objet d'une section dans le manuscrit).

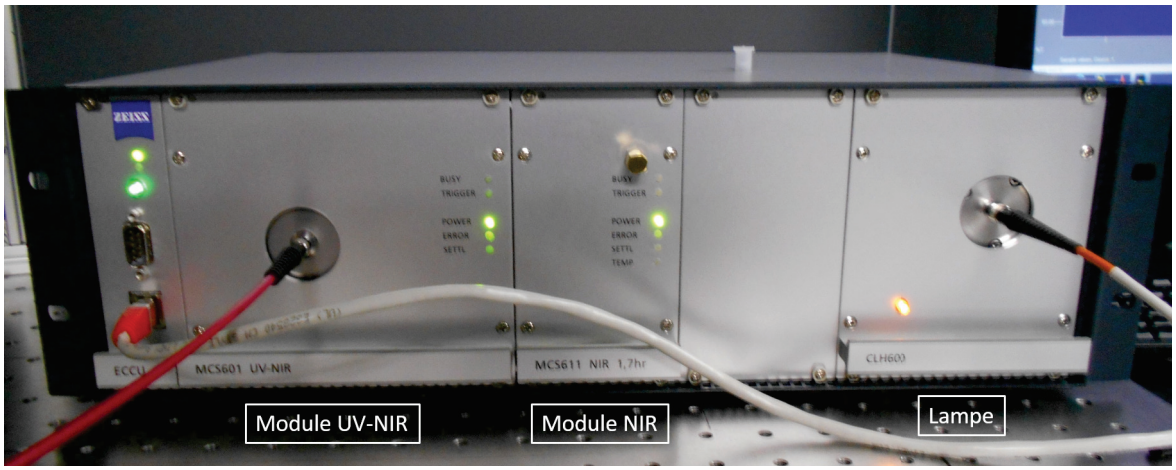


FIGURE 2.50 – Photographie du rack spectrophotométrique Zeiss MCS 600.

Toutes ces considérations nous amènent à choisir un capteur constitué de photodiodes. Le modèle de spectrophotomètre qui a été choisi pour le contrôle optique dans la machine de dépôt est un Zeiss MCS 600 qui est un rack modulaire constituée de cartes électroniques d'acquisition et d'un processeur pour le traitement des données. Dans ce rack, viennent se ficher deux modules spectrophotométriques fibrés couvrant des gammes de longueur d'onde complémentaires. Le premier module, est un module spectrophotométrique (MCS 601 UV-NIR) couvrant la gamme de longueur d'onde allant de l'UV au proche infrarouge et ayant les caractéristiques suivantes :

- Domaine spectral : 190-1015 nm
- Résolution spectrale : 1.3 nm FWHM (Full Width at Half Maximum)
- Précision spectrale : $<$ à 0.5 nm
- Convertisseur ADC : 16 bits (65535 niveaux)
- Capteur : Barrette de 1064 photodiodes Hamamatsu S3904
- Ouverture numérique d'entrée / diamètre optimal fibré : 0.22 / 600 μm
- Temps d'intégration : 12 - 5000 ms

Le deuxième module est un MCS 611 NIR 1.7 HR couvrant une gamme de longueurs d'onde du proche infrarouge et ayant les caractéristiques suivantes :

- Domaine spectral : 950-1700 nm

- Résolution spectrale : 5.5 nm FWHM (Full Width at Half Maximum)
- Précision spectrale : $<$ à 0.5 nm
- Convertisseur ADC : 16 bits (65535 niveaux)
- Capteur : Barrette de 256 photodiodes Hamamatsu G9203-01 refroidi par effet Peltier à un niveau
- Ouverture numérique d'entrée / diamètre optimal fibré : 0.22 / 600 μm
- Temps d'intégration : 0.1 - 3000 ms

Les avantages d'un tel spectrophotomètre sont multiples : les deux modules spectrophotométriques peuvent mesurer en même temps le signal lumineux revenant de l'empilement en cours de dépôt dans la machine : les spectres correspondant à chacun de leurs domaines spectraux sont traités en même temps par l'électronique d'acquisition du rack et "recollés ensemble" pour en sortir un unique spectre. Le domaine spectral couvert par ces deux modules à la fois est très large (190 à 1700 nm). Ce qui procure beaucoup d'informations spectrales sur l'empilement contrôlé avec plus de points dans le domaine du visible là où le spectre lumineux présente le plus d'évolution durant le dépôt d'une couche mince. Ceci donnant ainsi une meilleure précision de la mesure dans ce domaine spectral. Le fait que les deux domaines spectraux (visible et proche infrarouge) soient traités par deux modules séparés donne la possibilité de régler indépendamment le temps d'intégration d'un spectre à l'autre donnant ainsi la possibilité d'optimiser le signal sur bruit par domaine spectral.

Ce spectrophotomètre dispose aussi d'une lampe enfichée dans la carte électronique du rack et qui est contrôlée en tension au cours du temps afin de garantir une dérive minimale du flux selon les longueurs d'onde (Figure 2.47). Voici les caractéristiques de cette lampe (CLH 600) :

- Type : lampe halogène
- Domaine d'émission (optimal) : 380 - 2400 nm
- Puissance : 10 W
- Optimisation couplage fibre : 0.22 O.N., 600 μm

Pour des raisons de commodité par rapport aux tests qui ont été menés avec ce spectrophotomètre, dans un premier temps, seule la partie visible-NIR a été utilisée (module MCS 601 UV-NIR).

2.5.1 Le signal sur bruit (S/B)

Ce paramètre est un des plus importants concernant la caractérisation d'un spectrophotomètre. Il détermine la qualité de la mesure d'un signal en termes de détachement d'un signal d'intérêt (ici la lumière réfléchie par l'empilement de couches minces et son substrat) d'un signal de bruit (bruit de photons, bruit électronique de lecture, etc...) qui gêne la dite mesure. Plus la valeur de ce ratio de signal sur bruit sera élevée, meilleure sera

la qualité de la mesure. Il en découlera de ces mesures, une meilleure qualité du contrôle du dépôt des couches minces (comme on le verra un peu plus loin dans ce chapitre : voir la section 2.5.3). On se propose dans cette partie de mesurer le signal sur bruit du spectrophotomètre couplé au système optique de mesures dans la machine de dépôt.
Pour se donner un point de comparaison avec d'autres spectrophotomètres disponibles sur le marché, on comparera des mesures faites sur le spectrophotomètre Zeiss MCS 600 avec des mesures réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre portable de chez Ocean Optics de modèle HR2000+. Le HR2000+ est un modèle de spectrophotomètre portable destiné à des mesures sur le terrain (géologie, relevés de mesures ponctuels à des endroits difficilement accessibles, etc.). Ce modèle de spectrophotomètre, lui aussi fibré, possède un capteur de type CCD et un domaine de spectral de mesure tout à fait comparable au module UV-NIR utilisé pour les mesures du contrôle optique dans le cadre de cette thèse. Voici les caractéristiques détaillées de ce petit spectrophotomètre portable (Figure 2.51) :

— Domaine spectral : 190-1100 nm
— Résolution spectrale : 0.8 nm FWHM (Full Width at Half Maximum)
— Précision spectrale : $<$ à 0.5 nm
— Convertisseur ADC : 16 bits (65535 niveaux)
— Capteur : Barrette de 2048 pixels CCD Sony ILX511B
— Ouverture numérique d'entrée / diamètre optimal fibré : 0.22 / 400 μm
— Temps d'intégration : 1 - 65000 ms

FIGURE 2.51 – Photographie du spectrophotomètre portable Ocean Optics HR2000+.

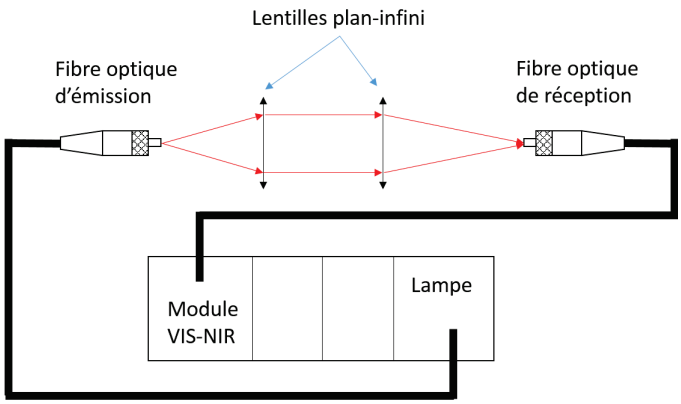


FIGURE 2.52 – Schéma du montage optique réalisé pour les mesures de rapport signal sur bruit.

Ce spectrophotomètre portable était déjà présent au laboratoire au début des travaux de thèse. Il a été acquis afin de réaliser des mesures spectrales d'appoint sur certaines pièces optiques. Il a semblé utile de le comparer au matériel acquis pour le contrôle optique. Le HR2000+ a servi pour réaliser toutes les mesures de signal sur bruit et de dispersion du bruit qui suivent avant que le MCS 600 ne soit acheté. Ces mesures ont servi de base à des simulations de dépôt de couches minces contrôlés optiquement pour voir quel serait la qualité du contrôle si l'on utilisait ce petit spectrophotomètre. Comme on le verra plus loin, le HR2000+ n'est pas suffisant pour avoir un contrôle de qualité et donc sur la base de cette expérience avec ce matériel, nous avons choisi le MCS 600 qui a été caractérisé et dont les mesures sont comparées à celles faites avec le HR2000+
Un montage optique simple a été assemblé (Figure 2.52) afin de réaliser les acquisitions nécessaires à la mesure du rapport signal sur bruit. Ce montage optique consiste en la collimation du cône de lumière sortant d'une fibre optique en émission (reliée à la lampe) et la récupération de ce faisceau dans une lentille de même longueur focale qui recueillera la lumière sur une lentille optique qui est en réception (reliée au spectrophotomètre visible). On aurait pu imaginer un montage optique plus simple, par exemple, simplement placer les deux fibres optiques en vis-à-vis mais on ne récupérerait pas toute la lumière provenant de la fibre optique reliée à la lampe et de ce fait on atteindrait pas les temps minimaux d'intégration disponibles pour chacun des spectrophotomètres utilisés pour ce test.
Concernant ce montage, il n'est pas important que l'on soit en transmission ou en réflexion. La seule quantité qui changerait entre ces deux mesures serait la quantité de lumière qui pourrait être renvoyée dans la fibre de collection (celle qui est reliée au spectrophotomètre) : on peut toujours jouer sur un diaphragme placé entre les deux lentilles afin de régler la quantité de lumière que l'on souhaite faire entrer dans la fibre de collection.

La mesure du rapport signal sur bruit se fait ainsi : on réalise une série d'acquisitions sur un domaine spectral souhaité (ici, pour le spectrophotomètre Zeiss on se place sur la bande d'intérêt d'environ 500 nm à environ 1016 nm et pour le spectrophotomètre HR2000+ on laisse toute la gamme spectrale du capteur pour la mesure) puis l'on traite les données comme suit afin de calculer le rapport signal sur bruit (S/B) :

$$S/B = \frac{\bar{S^n}(\lambda)}{\sigma_S^n(\lambda)} \tag{2.34}$$

Où n est le nombre d'acquisitions, $\bar{S^n}(\lambda)$ est la moyenne des n acquisitions du signal par longueur d'onde et $\sigma_S^n(\lambda)$ l'écart-type du signal sur les n acquisitions par longueur d'onde de la gamme spectrale choisie.
La configuration de la mesure est la suivante :

— Longueurs d'ondes contrôlées : 500 - 1016 nm (MCS 600) / 180 - 1100 nm (HR2000+)

— Temps d'intégration : 12 ms (MCS 600) / 20 ms (HR2000+)
— Moyenne de mesure : 1-10-100 (MCS 600) / 1 (HR2000+)

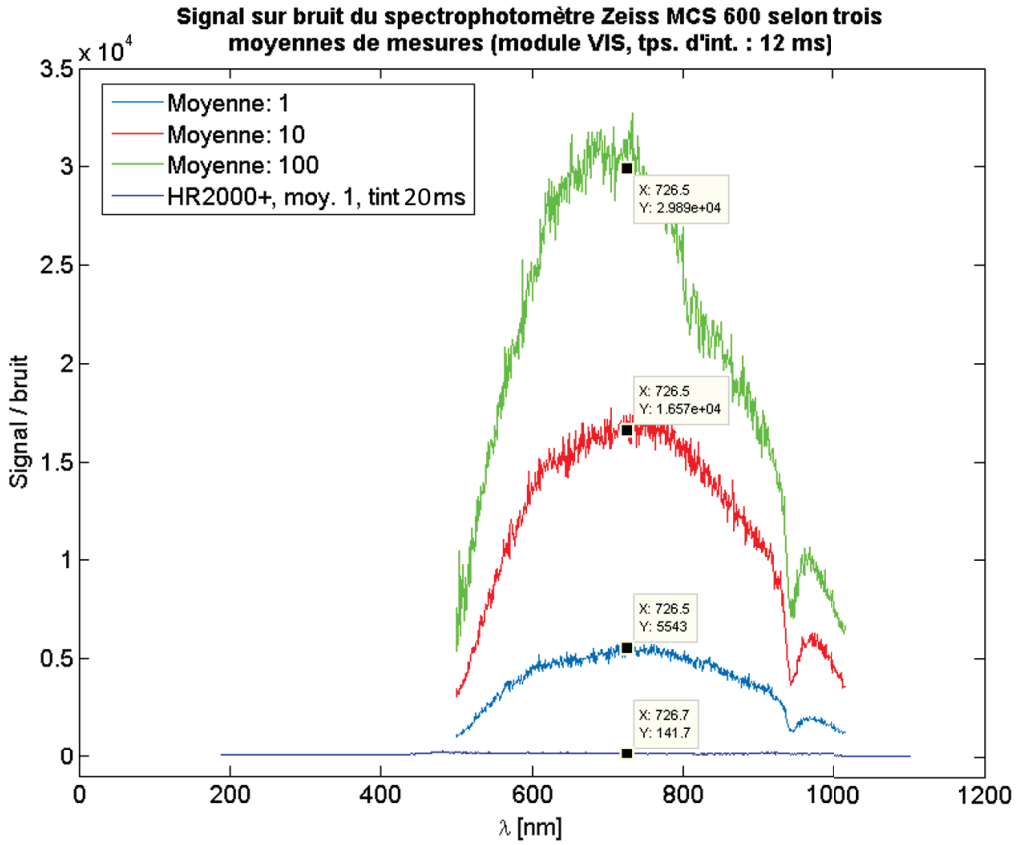


FIGURE 2.53 – Graphique des mesures de rapport signal sur bruit pour les spectrophotomètres Zeiss MCS600 et Ocean Optics HR2000+

Le même nombre de mesures de moyenne n'a pas été appliqué aux deux capteurs car dès la première mesure de moyenne 1 avec le HR2000+ il fut clair que le MCS 600 était bien meilleur.
Une moyenne de mesures est une accumulation dans la mémoire du spectrophotomètre d'acquisitions consécutives dont la moyenne est faite afin de représenter une seule acquisition. De ce faite, il est possible d'augmenter le rapport signal sur bruit proportionnellement à la racine du nombre d'acquisitions faites pour la moyenne (eq. 2.38).

Toutes les mesures ont été réalisées à environ 80/85 % de la dynamique totale du capteur (soit 80 à 85 % du nombre de coups maximal avant saturation du capteur dans les deux cas : MCS 600 et HR2000+). Ce réglage du flux lors de ces mesures correspond à une utilisation normale de ces deux spectrophotomètres. Il faut savoir que généralement lorsqu'on souhaite réaliser des mesures de rapport signal sur bruit d'un spectrophotomètre il faut se placer à la pleine dynamique du capteur (soit un tout petit peu avant la saturation) pour faire les mesures. Mais ce qui nous intéresse ici est le rapport signal sur bruit que l'on peut atteindre lors d'une utilisation normale des appareils.

En regardant le résultat des mesures (Figure 2.53), si l'on compare la courbe du rapport signal sur bruit du spectrophotomètre portable et la courbe du rapport signal sur bruit avec une moyenne de mesure de 1 pour le spectrophotomètre de Zeiss, il est clair que la qualité de mesures avec le MCS 600 est bien meilleure.

$$\frac{S}{B} = \frac{\bar{S}}{\sigma_S} \tag{2.35}$$

$$\frac{S}{B} = \frac{\bar{S}}{\sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(\bar{S} - S_i)^2}} \tag{2.36}$$

$$\frac{S}{B} = \frac{n\bar{S}}{\frac{n}{\sqrt{n}}\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(\bar{S} - S_i)^2}} \tag{2.37}$$

$$\frac{S}{B} = \sqrt{n}\frac{\bar{S}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(\bar{S} - S_i)^2}} \tag{2.38}$$

Maintenant si l'on compare les acquisitions faites à différentes moyennes de mesures, on voit le rapport signal sur bruit s'améliorer. Mesurer 100 fois consécutivement paraît un peu long (1,2 secondes de temps d'intégration total), un bon compromis entre amélioration du rapport signal sur bruit et temps de mesure étant le temps d'intégration total paraît être à une moyenne de mesures de 10 mesures consécutives (120 ms) : on améliore alors le rapport d'un facteur trois environ sans trop allonger le temps nécessaire à l'accumulation des données.

Toujours avec le même montage optique décrit ci-dessus, un autre effet est intéressant à voir : si l'on garde une moyenne de mesures de 1 et que l'on augmente progressivement le temps d'intégration (en réduisant le flux par exemple à l'aide d'un diaphragme entre les deux lentilles) en restant toujours à environ 85 % de la dynamique du capteur (conditions normales d'utilisation), on peut voir (Figure 2.54) que le rapport signal sur bruit augmente. Néanmoins, si l'on compare les courbes à 12 ms et à 120 ms de temps d'intégration, et que l'on compare maintenant le gain entre ces deux courbes à celui créé par le passage d'une moyenne de mesures de 1 à une moyenne de 10, on note que pour un même temps total de mesures le gain est moindre. La courbe de 120 ms de temps d'intégration culmine à une valeur de signal sur bruit d'environ 8000 tandis que celle de la moyenne de 10 mesures à 12ms plafonne à environ 16500 : il y a donc un rapport de 2 entre deux mesures qui prennent le même temps à être faites. **On choisira donc plutôt d'augmenter la moyenne de mesures que d'augmenter le temps l'intégration.**

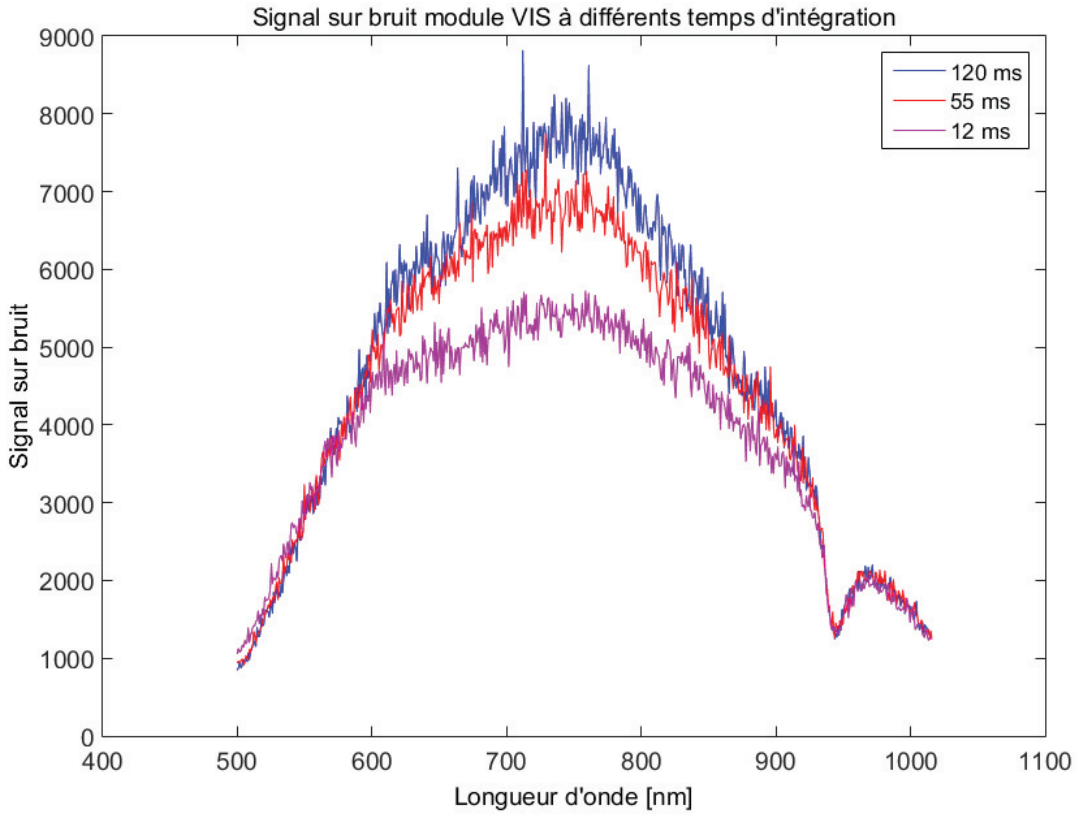


FIGURE 2.54 – Graphique des mesures de rapport signal sur bruit pour le spectrophotomètre Zeiss MCS 600 en fonction du temps d'intégration.

2.5.2 Le bruit de mesure

Une autre donnée essentielle de la caractérisation de la qualité de mesures du spectrophotomètre MCS 600 est la quantification de son bruit de mesure. Le bruit de mesure peut être lié à différents facteurs, aussi bien provenant du capteur que de la lampe utilisée pour illuminer le capteur (multiplication des charges lors de la lecture des pixels, effet de "lag" lors des tours d'horloge, apparition de charges dans les pixels dus aux effets thermiques, petites fluctuations de la lampe lors de mesures, etc.). Tous ces effets physiques tendent à introduire du bruit qui vient ajouter du signal non voulu dans la mesure.
Ce bruit de mesure sera modélisé ici en deux composantes : l'une qui viendra déformer la mesure, le bruit multiplicatif et l'autre qui viendra ajouter aléatoirement du signal dans tous les canaux du capteur (pixels), le bruit additif. Ce qui fait que lorsque l'on voudra réaliser une mesure en réflexion, celui-ci sera modélisé comme suit :

$$R_m(\lambda) = \alpha.R_{th}(\lambda) + \beta(\lambda) \tag{2.39}$$

Où :

— $R_m(\lambda)$ est le signal de réflexion mesuré sur la gamme spectrale.
— $R_{th}(\lambda)$ est le signal de réflexion théorique idéal sans bruit sur la gamme spectrale.
— α est le coefficient de bruit multiplicatif.
— $\beta(\lambda)$ est le bruit additif supposé dépendant des longueurs d'onde.

À cela, il faut ajouter que l'on suppose que les deux coefficients du bruit suivent des lois normales avec chacune leur propre écart type et de moyenne égale à un pour le bruit multiplicatif et de moyenne nulle pour le bruit additif.
Cette supposition de moyenne nulle pour le bruit additif sur une population de mesures suffisamment grande va nous aider pour la détermination des deux coefficients. Il suffit de réaliser une série de nombreuses mesures et de réaliser la moyenne de ces mesures afin de ramener le coefficient β très proche de zéro. On peut alors négliger ce coefficient dans l'équation 2.39 et on peut en déduire le calcul du coefficient α de la manière suivante [12] :

$$\alpha^n = \frac{\frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} R_m^n(\lambda_i)}{\frac{1}{L}\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{L}\sum_{n=1}^{N} R_m^n(\lambda_i)} \tag{2.40}$$

Maintenant que l'on a le coefficient α, il est simple de calculer le coefficient β :

$$\beta^n(\lambda) = R_m^n(\lambda) - \alpha^n.\frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N} R_m^n(\lambda) \tag{2.41}$$

Où :
— n est la nème mesure.
— N est le nombre de mesures réalisées dans la série.
— L est le nombre de points constituant un spectre acquis (i.e. nombre de longueurs d'onde).

On réalise donc des tests en réflexion sur un miroir argent protégé en faisant des séries de mesures consécutives d'acquisition de spectres ni trop courtes pour rester statistiquement significatives, mais pas trop longues pour ne pas subir une éventuelle dérive de la lampe ou du capteur. Les mesures sont faites au même temps l'intégration que lors de mesures de dépôt dans le bâti (12 ms pour le cas du spectrophotomètre MCS 600, 20 ms pour le HR2000+). Cette série d'acquisitions pour chaque spectrophotomètre est répétée pour des moyennes de mesures de 1, 10 et 100 acquisitions cumulées pour faire une moyenne. Au vu du très faible temps d'intégration possible pour le spectrophotomètre MCS 600, on a choisi un nombre d'acquisition totale égal à 300. Au-delà de ce nombre, le capteur du

spectrophotomètre commençait à souffrir d'effets non linéaires sévères dans la lecture des données (bruit de multiplication des charges en fin de barrette du capteur, "lag" dues à une mauvaise évacuation des charges lors de la lecture, etc.). Au vu du temps d'intégration un peu plus élevé du côté du spectrophotomètre portable, des séries de 150 mesures ont été faites pour les limiter dans le temps.

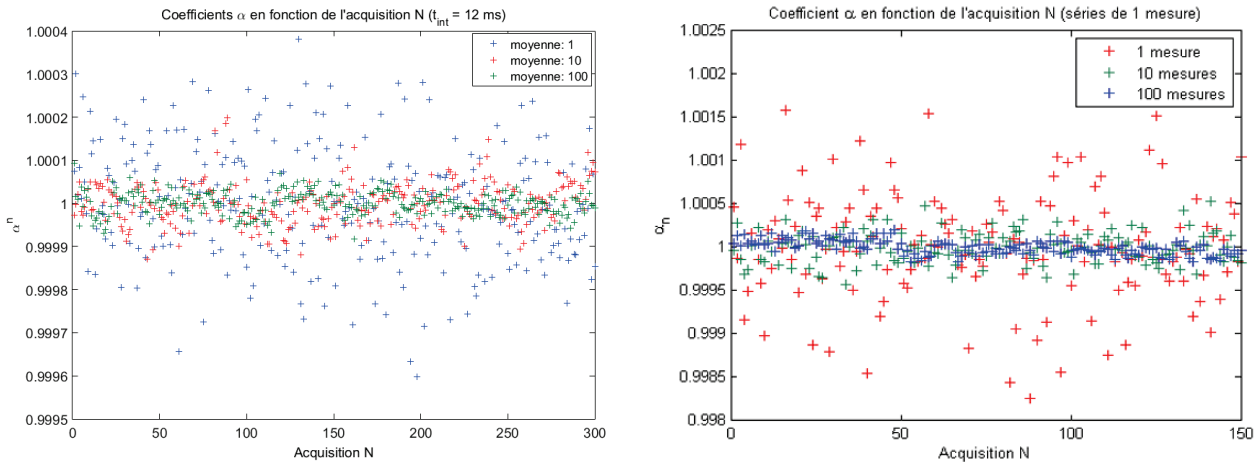


FIGURE 2.55 – Graphiques du coefficient α (bruit multiplicatif) calculé à partir de mesures consécutives sur les spectrophotomètres MCS 600 (à gauche) et HR2000+ (à droite) et sur des moyennes de mesures de 1, 10 et 100.

Le premier résultat visible sur la figure 2.55 est la confirmation de la supposition selon laquelle la valeur centrale d'une série de mesures du coefficient α est effectivement l'unité (et ce pour les deux spectrophotomètres). Le deuxième résultat visible en comparant les deux graphes est que le bruit multiplicatif du MCS 600 est plus bas que celui du spectrophotomètre portable (d'un facteur 10 environ). Le troisième résultat visible est que plus on augmente la moyenne des mesures plus la dispersion des points de mesure du coefficient multiplicatif est basse. Si l'on regarde la différence entre les moyennes de mesures à 10 et à 100 pour le MCS 600, il n'y a pas beaucoup de différence entre les deux : ceci confirme qu'il n'y a pas un grand intérêt à augmenter la moyenne de mesures de 10 à 100.

À partir des mêmes séries de mesures on calcule l'écart type du coefficient de bruit additif selon l'équation 2.41. On peut voir les résultats sur la figure 2.56. Là encore, on constate que le spectrophotomètre MCS 600 a un écart-type de son bruit additif moindre que celle du spectrophotomètre portable. Mis à part les points autour de 500 nm, on constate même qu'une simple mesure faite avec le spectrophotomètre MCS 600 a une meilleure dispersion de son bruit additif que 100 mesures accumulées sur le spectrophotomètre portable.

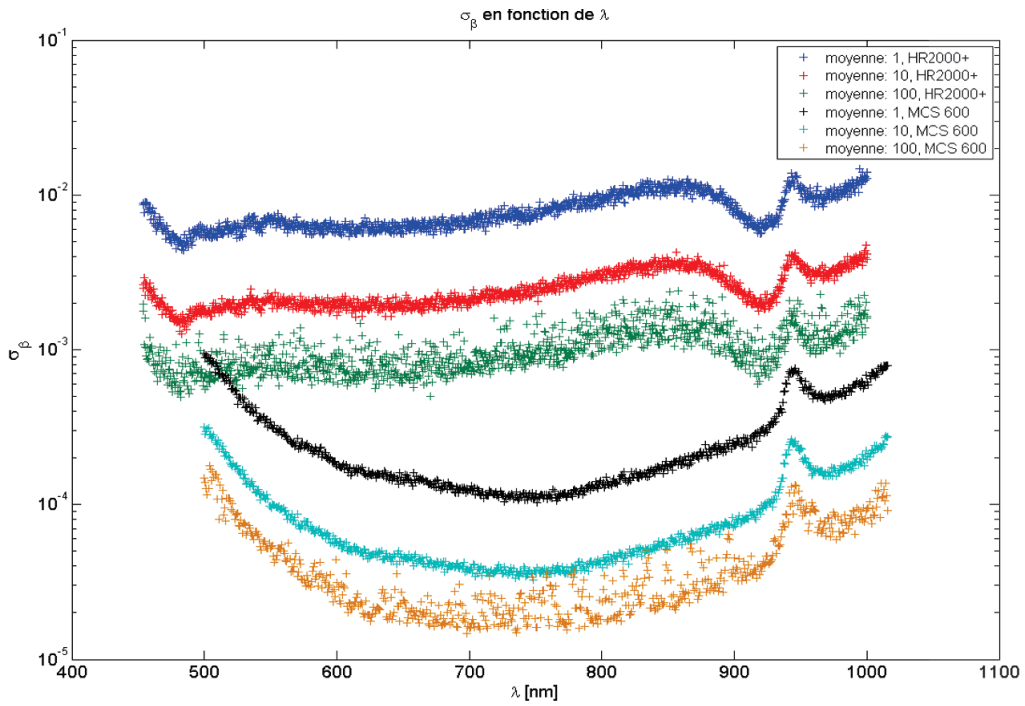


FIGURE 2.56 – Graphique de l'écart type du coefficient β (bruit additif) calculé à partir de mesures consécutives sur les spectrophotomètres MCS 600 et HR2000+, sur des moyennes de mesures de 1, 10 et 100.

Aussi, là encore, on se rend compte qu'il y a un intérêt de passer d'une moyenne d'une mesure à 10 mesures parce qu'on réalise des acquisitions avec le MCS 600 mais que le gain sur le bruit est moindre si l'on force l'accumulation des acquisitions à 100. Sur les deux spectrophotomètres, on voit aux courbes de moyenne de 100 mesures une augmentation évidente de la dispersion des points de celle-ci comparée aux deux autres moyennes de mesures à 1 et 10 : cela trahit le phénomène dont on a parlé rapidement avant, à savoir l'apparition d'effets non linéaires dans l'accumulation des charges dans les pixels de chaque capteur.

2.5.3 L'effet du bruit aléatoire sur le contrôle des dépôts

On a mesuré précédemment pour chaque spectrophotomètre, leurs caractéristiques de rapport signal sur bruit et les composantes des lois normales régissant leurs bruits de mesure. Mais on peut se demander : à quoi peuvent servir ces données à part dire que le Zeiss MCS600 semble être de meilleure facture que son petit homologue portable, le HR2000+ de chez Ocean Optics ? La question est plus précisément : pourrait-on simplement utiliser le petit spectrophotomètre portable qui a un coût modeste afin de contrôler des dépôts au lieu d'utiliser un appareillage sophistiqué (et couteux) comme le Zeiss MCS600 ?
Pour répondre à cela, une simulation de dépôts de couches minces a été créée sous Matlab. Elle a pour but de donner le taux de réussite du dépôt d'un empilement avec les critères de performances optiques aux longueurs d'ondes choisies par l'utilisateur. Les critères de performances peuvent être simples ou multiples, ils dépendent de l'utilisateur et font

appel aux valeurs de réflexion et/ou de transmission comparées à des consignes à l'aide d'une panoplie d'opérateurs booléens. Si le spectre final d'un dépôt simulé ne respecte pas un des critères de succès, il est déclaré raté. Le principe de la simulation est de tester différents paramètres de simulation afin de prévoir le taux de réussite du dépôt d'un empilement. Grâce à la parallélisation des calculs, il est possible de mener un certain nombre de simulations de front et d'en accumuler les résultats afin d'avoir une valeur de taux de succès statistiquement fiable.

Le but de la manoeuvre est finalement le suivant : on utilisera les résultats des mesures effectuées à la section 2.5.2 sur le bruit de mesure de chaque appareil afin de comparer les taux de réussite d'un dépôt simulé et contrôlé par chacun des deux spectrophotomètres mais avec le même design d'empilement.
Tous les paramètres de dépôt et de contrôle seront identiques entre les deux séries de simulations : vitesse de dépôt, indice des matériaux, algorithme de contrôle (fonction de mérite), design d'empilement et fréquence de mesures.

Avant de montrer les résultats, pour la compréhension de l'expérience et des calculs effectués, on effectuera ici un bref détail des différentes étapes de la simulation (Figure 2.57).

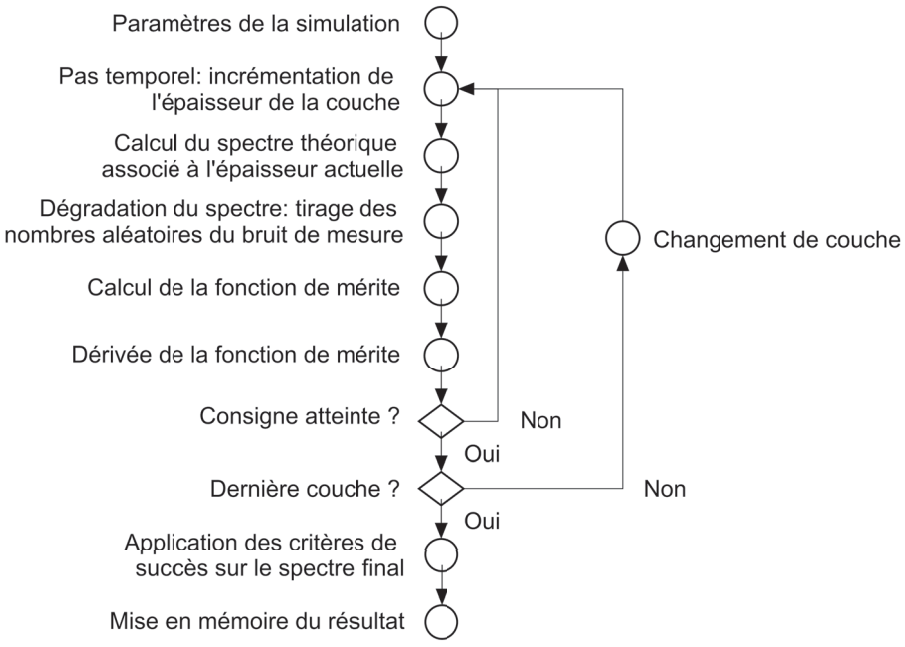


FIGURE 2.57 – Diagramme de flux du fonctionnement de la simulation de dépôts de couches minces.

On entre tout d'abord les paramètres de la simulation de dépôt dans l'interface du programme, paramètres parmi lesquels on retrouve : la vitesse de dépôt pour chaque matériau, les fluctuations des vitesses de dépôt, les indices optiques des matériaux et du substrat, les coefficients α et β du bruit de mesure (voir section 2.5.2) pour chaque spectrophotomètre

(on en parlera peu après), la méthode de contrôle : ici, le calcul à chaque instant de la fonction de mérite entre la mesure à l'instant t et le spectre théorique final de la couche en cours de dépôt, la fréquence des mesures spectrales simulées, le design de l'empilement, etc... La plupart des paramètres viennent de mesures réelles faites sur la machine de dépôt utilisée lors des travaux de thèse. Mais cette simulation peut tout à fait traiter les données d'autres machines.
Une fois démarrée, la simulation va débuter par la première couche de l'empilement en lançant une boucle où à chaque itération on incrémente l'épaisseur de la couche à la surface du substrat grâce à la vitesse de dépôt du matériau en cours de dépôt multipliée par le pas temporel minimal de la simulation. Le pas temporel est le temps qui s'est écoulé (simulé) entre deux itérations.
Une fois l'épaisseur de matière calculée, elle est utilisée pour calculer à cet instant le spectre théorique en réflexion de l'empilement (voir section 1.3.2) avec son substrat. Afin de rendre plus réel la mesure, on ajoute du bruit à ce spectre selon la définition qui en a été donnée juste avant à la section 2.5.2, pour rappel :

$$R_{mes.}(\lambda) = \alpha.R_{th}(\lambda) + \beta(\lambda) \tag{2.42}$$

Où :

- $R_{mes.}$ serait le spectre dégradé tel que l'on pourrait le mesurer avec les valeurs de α et β.
- R_{th} est le spectre théorique de l'empilement avec son substrat à l'instant t.
- α et β sont les coefficients du bruit de mesure tirés aléatoirement selon les lois normales dont les valeurs de moyenne et d'écart-type sont cités et mesurés à la section 2.5.2.

On ne prend pas ici en compte de possibles variations de flux à cause de la précession du faisceau lumineux réfléchi par le substrat témoin, ni de quelconque autres sources de bruit.
C'est ici que tout se joue : suivant les valeurs de α et de β que l'on a entré au début (et donc le spectrophotomètre que l'on a choisi), le spectre dégradé sera caractéristique de l'appareil et non pas du système optique. Ensuite, ce spectre dégradé est utilisé pour le calcul de la fonction de mérite avec le spectre théorique de fin de la couche en cours de dépôt, selon la méthode suivante :

$$\chi_i(t) = \sqrt{\frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[R_{th}(\lambda_j).100 - R_{mes.}(\lambda_j).100]^2} \tag{2.43}$$

Puis on applique le critère d'arrêt qui consiste à voir si la dérivée des deux dernières valeurs du tableau de l'historique de la fonction de mérite est nulle ou supérieure à zéro (et ceci à partir de 90 % de la valeur d'épaisseur de consigne donnée par le quartz, elle aussi simulée avec une erreur de 2 % sur la lecture). Si c'est le cas, on arrête le dépôt de la couche en cours, on met en mémoire la dernière valeur de l'épaisseur de la couche puis on passe à la couche suivante.

Une fois l'empilement terminé, on calcule le spectre tel qu'il pourrait être mesuré avec les épaisseurs finales des couches simulées et on applique dessus les critères de réussite.
L'empilement qui a servi pour les résultats qui arrivent, est un anti-reflets de quatre couches centré à 1064 nm. Le seul critère appliqué aux résultats de simulation est que, à la longueur d'onde de 1064 nm, on ait une réflexion inférieure à 60 ppm soit 0,006 %, ce qui représente actuellement au laboratoire un bon objectif en matière d'anti-reflets déposés sur des optiques destinées à des applications laser de puissance.
En ce qui concerne les valeurs des coefficients α et β utilisées pour les simulations, pour rappel les voici (ce sont celles mesurées à la section 2.5.2) :

— Pour α (moyenne = 1) :
  $\sigma_\alpha^1 = 6,15.10^{-4}$ (HR2000+)
  $\sigma_\alpha^{10} = 1,77.10^{-4}$ (HR2000+)
  $\sigma_\alpha^{100} = 1,13.10^{-4}$ (HR2000+)
  $\sigma_\alpha^1 = 1,32.10^{-4}$ (MCS600)

— Pour β (moyenne = 0) :
  Les données sont celles présentées dans la figure 2.56, les quatre courbes du haut correspondant aux moyennes de mesure de 1, 10 et 100 pour le HR2000+ et à la moyenne de mesure de 1 pour le MCS600.

Les taux de réussite associés sont respectivement de : 37,5 %, 65 %, 84 % et 100 %. Si on compare ces résultats, on voit clairement l'impact du faible bruit de mesure du spectrophotomètre MCS600 par rapport au modèle HR2000+ étant donné que dans tous les cas, on a atteint le critère de succès. On voit aussi que plus on augmente le nombre de mesures pour la moyenne avec le HR2000+, meilleur est la chance de réussir le dépôt avec le critère demandé. Mais pour avoir une chance de réussite un tant soit peu acceptable (et cela dépendra de l'aspect critique du substrat à traiter), il faut accumuler une grande quantité de spectres avant d'en faire la moyenne. Ceci prend du temps et est incompatible avec, par exemple dans notre cas, un dépôt en rotation planétaire où le substrat témoin passe durant environ 500 ms dans le faisceau lumineux car le temps d'accumuler 100 spectres avec le HR2000+, environ 2 secondes se sont écoulées là où seulement 12 ms ont été nécessaires pour le MCS600 et pour un résultat sans équivoque.

2.6 Le traitement du signal

Une partie du traitement du signal a déjà été évoquée à la section 2.4 ("La calibration"). Mais cette partie déjà évoquée ne concerne que le traitement du spectre brut et de sa correspondance entre les mesures faites à l'air et à vide. Une fois le spectre calibré vient ensuite toute la partie de traitement du signal qui permet de corriger les imperfections du système optique et de surtout (et c'est ça qui nous intéresse in-fine) déterminer le moment où l'on doit arrêter le dépôt d'une couche d'un empilement.

2.6.1 L'algorithme de contrôle des dépôts

L'algorithme de contrôle de dépôt utilisé est celui de la fonction de mérite décrite dans le premier chapitre bibliographique. Pour rappel, il consiste à mesurer à chaque acquisition d'un spectre en réflexion du substrat témoin en cours de dépôt, la distance entre ce spectre et le spectre théorique calculé de l'empilement de couches minces sur ce substrat à la fin de la couche en cours de dépôt :

$$\chi_i(t) = \sqrt{\frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[R_{th}(\lambda_j).100 - R_{mes.}(\lambda_j).100]^2} \tag{2.44}$$

Où :

- i est la couche en cours de dépôt
- L est le nombre de points constituant l'intervalle spectral de contrôle
- j est le numéro de la longueur d'onde contrôlée
- $R_{th.}$ est la réflexion théorique de l'empilement à la fin de la couche i en pourcentages.
- $R_{mes.}$ est la réflexion mesurée de l'empilement à l'instant t en pourcentages.

Le choix de cet algorithme comme point de départ des calculs servant au contrôle du dépôt des couches minces dans la machine sous vide a été aiguillé par les avantages que présente cette technique de contrôle.
L'algorithme de la fonction mérite est simple et très facile à implémenter dans une solution logicielle. Sa simplicité fait aussi que le temps de calcul nécessaire pour un ordinateur moderne pour trouver la solution à cette équation est infinitésimal, permettant de ce fait d'avoir un résultat au contrôle du dépôt après chaque acquisition même si celle-ci est extrêmement rapide. De plus, celui-ci dispose aussi de l'effet partiel d'auto-compensation des erreurs de dépôt d'une couche à l'autre tel qu'expliqué au premier chapitre de ce manuscrit.
Finalement, le point le plus compliqué dans ce traitement de l'information est le calcul correct de l'allure du spectre théorique à la fin du dépôt d'une couche d'un empilement.

La partie la plus critique de ce calcul est sans aucun doute la détermination des indices de réfraction des matériaux utilisés dans les empilements de couches minces optiques réalisés dans la machine de dépôt.

2.6.2 La mesure de l'indice de réfraction ex-situ

Un élément important à connaître pour cette partie et même plus globalement, pour l'ensemble de ce manuscrit est que les matériaux qui sont utilisés dans les machines de dépôt sous vide afin de réaliser le traitement des surfaces des optiques ont une absorption extrêmement faible (moins d'une partie par million) dans la gamme des longueurs d'onde allant du visible au proche infrarouge (gamme utile du contrôle optique actuellement : 500-1016 nm). On négligera donc dans tous les calculs, l'absorption dans les couches minces réalisées au laboratoire.

Afin de déterminer l'indice de réfraction des matériaux constituant un empilement de couches minces déposées dans la machine de dépôt, on réalise des monocouches de matière sur des substrats en silice fondue (Suprasil Heraeus) dont la qualité est telle que l'on peut dans ce cas aussi, négliger l'absorption dans les gammes de longueur d'onde correspondant à celle du contrôle optique. On mesure alors le spectre en transmission à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda 1050.
Le spectre est réalisé sur une bande spectrale commençant à 400 nm (car les matériaux des couches minces commencent à absorber en dessous de cette longueur d'onde) et l'on peut prolonger la mesure jusqu'au proche infrarouge aux limites maximales atteignables par le contrôle optique c'est-à-dire 1600 nm.
La technique utilisée pour la détermination de l'indice de réfraction des matériaux constituant les couches minces est une méthode [46] qui utilise les enveloppes supérieures et inférieures du spectre en transmission (ou parfois en réflexion [47], [48], [49]) de ces monocouches. Cette technique a été transcrite dans un programme permettant d'analyser et de calculer automatiquement à partir des données du spectre réalisé en transmission les informations recherchées [50]. Le procédé se développe en quatre étapes :

1. La recherche des extrema du spectre.
2. La création des enveloppes passant par les extrema.
3. Le calcul de l'épaisseur estimée moyenne de la monocouche.
4. Le calcul de l'indice de réfraction.

La première étape est triviale. La deuxième étape utilise la position en longueur d'onde des extrema trouvés lors de la première étape. Une interpolation polynomiale d'Hermite cubique (qui présente moins d'oscillation qu'une spline cubique) est réalisée sur ces points afin de créer les enveloppes. À partir de ces enveloppes, il est possible d'utiliser les équations de Swanepoel :

$$n_c = \sqrt{E + \sqrt{E^2 - n_{air}^2.n_{sub}^2}} \tag{2.45}$$

Où n_c est l'indice de réfraction de la monocouche, n_{air} et n_{sub} sont respectivement les indices de réfraction de l'air du substrat et E est un terme qui est calculé à partir des valeurs de transmission à la même longueur d'onde des enveloppes supérieures et inférieures (T_M et T_m) :

$$E = 2.n_{air}.n_{sub}\frac{T_M - T_m}{T_M.T_m} + \frac{n_{air}^2 + n_{sub}^2}{2} \tag{2.46}$$

On réalise ensuite une estimation de l'épaisseur de la couche au moyen du calcul suivant :

$$e_c = \frac{\lambda'.\lambda''}{2(\lambda'.n_c'' - \lambda''.n_c')} \tag{2.47}$$

Où les symboles $'$ et $''$ indiquent deux maxima ou minima adjacents. Ce calcul est répété autant de fois qu'il est possible sur tout le spectre et une épaisseur moyenne de la couche mince est calculée à partir de toutes les valeurs trouvées.
Les valeurs de l'indice de réfraction de la monocouche vont servir pour la recherche des coefficients de la loi de Cauchy qui va nous servir à modéliser l'indice de réfraction :

$$n_c = a + \frac{b}{\lambda^2} + \frac{c}{\lambda^4} \tag{2.48}$$

Le spectre théorique T_{th} est ensuite optimisé par rapport au spectre mesuré en transmission T_{mes} par minimisation de la fonction de mérite suivante en utilisant comme point de départ les valeurs des coefficients de la loi de Cauchy et de l'épaisseur calculées précédemment :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^{L}[T_{mes}(\lambda_i) - T_{th}(\lambda_i, a, b, c, e_c)]^2 \tag{2.49}$$

avec L étant le nombre de points sur lesquels l'optimisation est faite. La transmission théorique d'une monocouche déposée sur un substrat (non absorbant) est calculée comme suit [21] :

$$T_{th} = \left(\frac{1}{T_a} + \frac{1}{T_b} - 1\right)^{-1} \tag{2.50}$$

Où T_a et T_b sont respectivement la transmission de la monocouche (et de la première face du substrat), et de la face arrière du substrat. T_a est calculé avec le formalisme matriciel (voir section 1.3.2) et T_b est la transmission substrat-air :

$$T_a = \frac{4.n_{air}.n_{sub}}{(n_{air}.B + C)(n_{air}.B + C)^*} \tag{2.51}$$

$$T_b = \frac{4.n_{air}.n_{sub}}{(n_{air} + n_{sub})^2} \tag{2.52}$$

Tous ces calculs nous permettent d'obtenir les coefficients de la loi de Cauchy qui seront utilisés pour calculer l'indice de réfraction des matériaux utilisés pour fabriquer les couches minces dans les machines de dépôt sous vide.
Cette méthode des enveloppes constitue donc un point de départ pour la minimisation qui suit de l'indice de la couche mince suivant la loi de Cauchy et de son épaisseur. D'autres méthodes de mesure de l'indice d'une couche mince optique ont été développées et font appel à des mesures en transmission et en réflexion de la couche, et ceci afin d'augmenter la précision sur la partie imaginaire de l'indice. Couplé à cela, des modèles physiques de la couche mince permettent de donner un ensemble de paramètres supplémentaires dans l'optimisation de l'indice de la couche ainsi que de sa dispersion [51]. Ces méthodes de détermination de l'indice d'un matériau déposé en couche mince permettent de mesurer précisément des matériaux même absorbants. Néanmoins, dans notre cas, nous utilisons des oxydes (Ta_2O_5 et SiO_2) dont la dispersion dans la bande spectrale du contrôle optique (500 - 1016 nm) est quasi-nulle et dont l ?utilisation de la loi de Cauchy afin d'en modéliser l'indice reste suffisante sur la gamme spectrale demandée. Cette méthode de caractérisation ex-situ de l'indice des matériaux utilisés au laboratoire a toujours montré de bons résultats quant à leur utilisation pour l'étude des différents designs optiques des empilements à réaliser. Ceci pourrait certainement changer lorsque on commencera à utiliser le deuxième module spectrophotométrique NIR qui couvre la gamme de longueurs d'onde 950 - 1700 nm. Dans ce domaine spectral, la loi de Cauchy devient insuffisante pour correctement modéliser l'indice des matériaux et l'emploi de techniques de détermination de l'indice telles que vues juste avant devront certainement être intégrées.

2.6.3 Le traitement des acquisitions

Avant un dépôt, les spectres théoriques en réflexion de chaque fin de couche de l'empilement sont calculés automatiquement par le logiciel de contrôle à l'aide de la formule optique de l'empilement. Le calcul est réalisé suivant le formalisme matriciel montré à la section 1.3.2. Ces spectres sont ensuite mis en mémoire pour le reste du dépôt et sont réutilisés dans le calcul de la fonction mérite afin de déterminer l'instant précis où arrêter le dépôt. Ces spectres sont calculés à partir des lois d'indice de réfraction des matériaux qui ont été modélisés ex-situ auparavant sur la gamme de longueurs d'ondes disponibles sur le système spectrophotométrique du contrôle optique.

Afin de déterminer l'instant où il faut arrêter le dépôt d'une couche, différentes étapes de calcul et de traitement du signal sont nécessaires (Figure 2.58) avant de pouvoir obtenir une valeur unique dont le passage à un état précis donnera le moment où stopper le dépôt d'une couche d'un empilement.
Tout d'abord, l'acquisition en réflexion de l'empilement en cours de dépôt est faite (mesure en énergie). Ce spectre est alors calibré afin d'obtenir la valeur de réflexion à toutes les longueurs d'onde de la manière qui est décrite à la section 2.4. Ce spectre calibré est alors utilisé dans le calcul de la fonction de mérite avec le spectre théorique final (section 1.3.4) et dont le calcul se résume à :

$$\chi_i(t) = \sqrt{\frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[R_{th}(\lambda_j).100 - R_{mes.}(\lambda_j).100]^2} \tag{2.53}$$

Étant donné que le signal optique n'est pas parfait en termes de couplage dans la fibre en collection à cause des déformations mécaniques à l'intérieur du bâti de dépôt, il est nécessaire de traiter les valeurs successives de la fonction mérite afin de pouvoir l'exploiter.

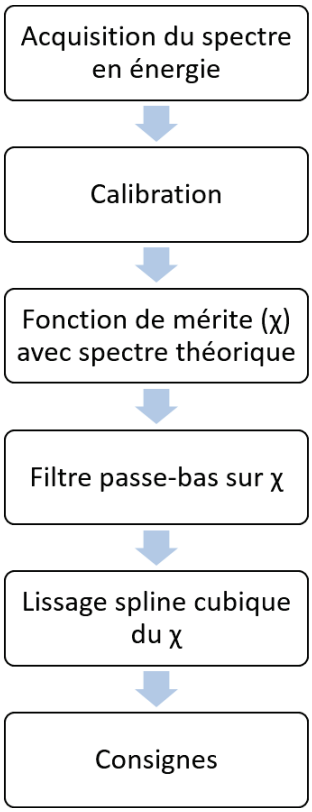


FIGURE 2.58 – Diagramme de flux du traitement des spectres énergie acquis en réflexion lors d'un dépôt.

Le filtrage fréquentiel

En effet, la rotation du porte-substrat induit (voir effets du "faux-rond" à la section 2.3), malgré toutes les précautions prises lors de la conception du système optique et de son réglage, une précession du faisceau lumineux réfléchi autour de son axe optique principal (Figure 2.59) ce qui résulte en une légère variation du couplage du faisceau lumineux dans la fibre de collection.

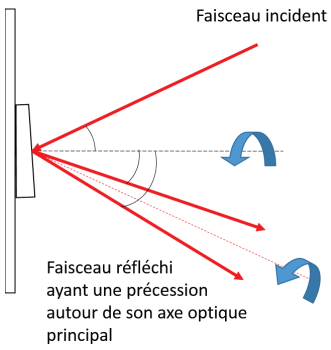


FIGURE 2.59 – Schéma de la précession du faisceau lumineux réfléchi par le substrat en rotation dans la machine de dépôt sous vide.

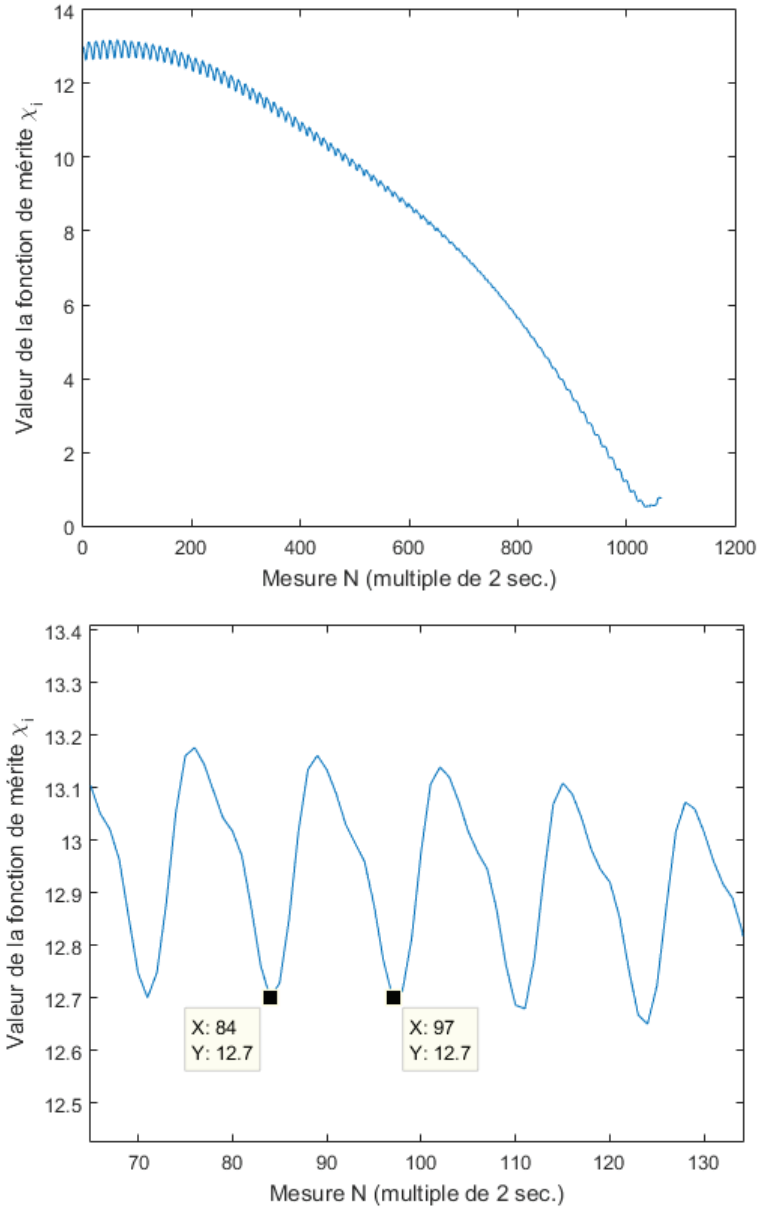


FIGURE 2.60 – En haut, un graphique de l'évolution de la fonction de mérite durant le dépôt d'une couche mince. En bas, un zoom sur la partie "dentelée" de la courbe à gauche. Sont indiqués sur la figure du bas deux points dont l'écartement entre eux correspond à une période de l'oscillation du signal.

Lorsqu'on regarde l'historique des valeurs de la fonction de mérite au cours du dépôt d'une couche d'un empilement (Figure 2.60), on s'aperçoit que la courbe présente deux tendances. Une tendance lente, qui correspond à l'allure générale du graphique et qui traduit le rapprochement entre le spectre mesuré en réflexion à l'instant t et le spectre théorique de la fin de couche. Mais il y a aussi de petites oscillations qui correspondent à la précession du faisceau lumineux en réflexion depuis le substrat témoin autour de son axe optique principal.

Lorsqu'on regarde de plus près ces oscillations rapides (rapide dans le sens où leur période est courte devant la durée de dépôt de la couche, figure 2.60, en bas) on peut voir qu'elles

gardent une fréquence constante durant le dépôt et que cette période est de 26 secondes (13 points séparés chacun de deux secondes d'intervalle).
Dans un premier temps, en voyant ces résultats, la question avait été de savoir qu'est-ce qui causait cette oscillation du signal avec une période aussi claire. La réponse a vite été donnée par des mesures de la période de rotation du porte-substrats. Ces mesures consistaient à connaître le temps qui séparait deux déclenchements d'un capteur placé sur la rotation : sur une moyenne de 100 tours environ, la période est estimée à 26,2 secondes. Ce qui correspond évidemment, à l'échantillonnage de mesures près, à la période vue sur la courbe de la fonction mérite.

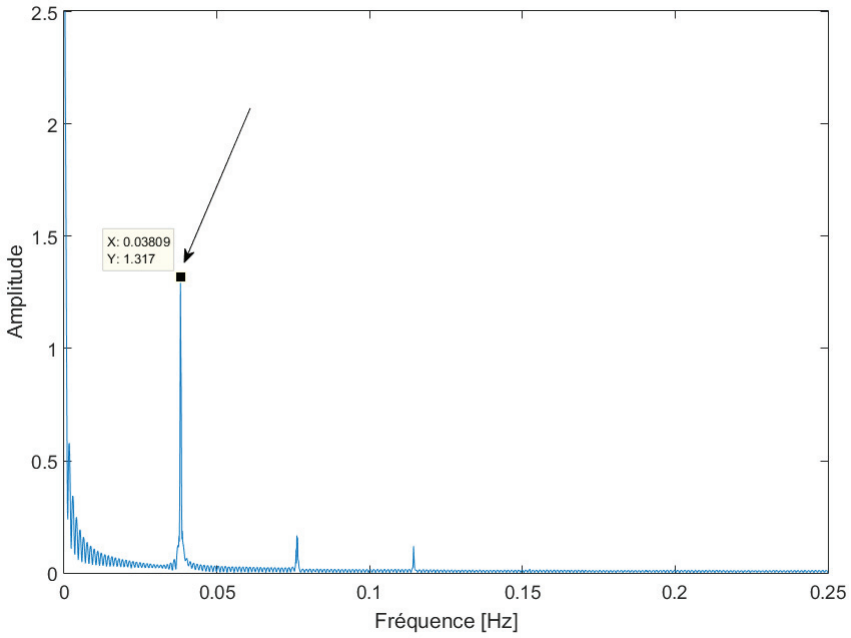


FIGURE 2.61 – Graphique de la transformée de Fourier de l'historique des valeurs de la fonction de mérite durant un dépot d'une couche mince.

Étant donnée la nature évidente des oscillations dans la courbe de la fonction mérite au cours du dépôt, il serait plus précis de réaliser une transformée de Fourier de cette courbe. Une telle courbe est visible sur la figure 2.61, la montée de la courbe aux alentours de 0 Hz contient, entre autres, l'évolution très lente de la valeur de la fonction de mérite durant un dépôt. Un pic apparaît (Figure 2.61, pointé par la flèche) à la fréquence de 0,03809 Hz, ce qui correspond à une période de 26,25 secondes (les autres petits pics visibles plus loin sur le graphique, ne sont que les harmoniques de la fréquence de base représentée par ce premier pic).
La transformée de Fourier confirme donc que les oscillations rapides vues dans la courbe de la fonction de mérite correspondent bien à la période de rotation du porte-substrat de la machine de dépôt.

Étant donné que l'on connaît la fréquence d'oscillation de la valeur de la fonction de

mérite, qui est bien plus rapide que l'évolution lente due au dépôt de matière à la surface du substrat, il nous est possible d'appliquer sur l'ensemble de la courbe à chaque instant un filtre passe-bas.

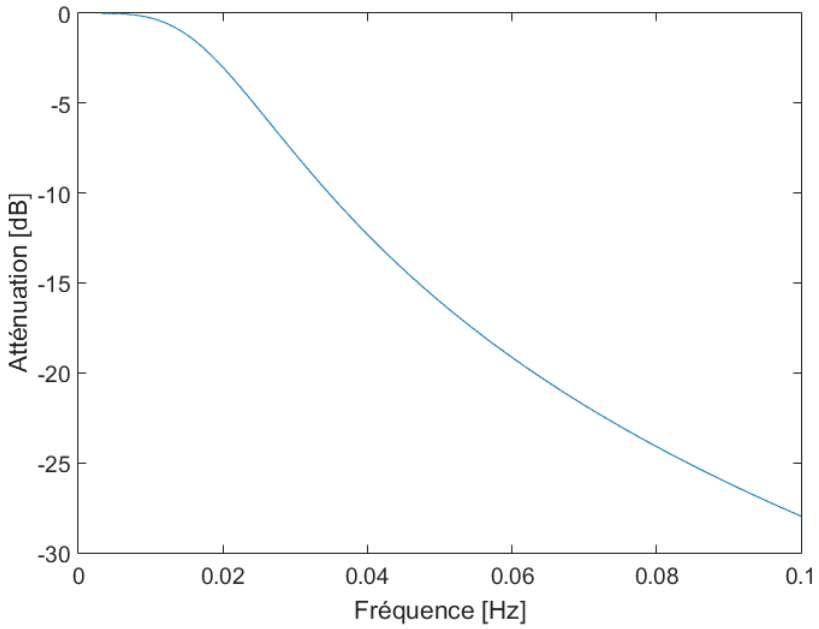


FIGURE 2.62 – Graphique de la réponse en atténuation d'un filtre passe-bas de Butterworth d'ordre 2 coupant à 0.01 Hz.

Le principe d'un filtre passe-bas (aussi bien en électronique, en traitement du signal ou en optique) est de laisser passer toutes les composantes d'un signal ayant une fréquence basse et de couper (d'atténuer au maximum) les composantes de plus haute fréquence (Figure 2.62). Si on considère que l'amplitude du signal non filtré (se situant dans la plage de fréquences où le filtre passe-bas ne coupe rien) est de 100 %, alors la fréquence de coupure est définie comme la fréquence à laquelle l'atténuation du filtre a fait baisser la valeur de l'amplitude du signal à 70,7 %. Si l'on raisonne en termes de puissance (la puissance étant proportionnelle au carré de l'amplitude), à la fréquence de coupure le signal a perdu la moitié de sa puissance.
Différents types de filtres passe-bas existent, dont les plus utilisés sont : Butterworth, Chebychev 1 et 2 et Elliptique. Le but ici n'est pas de décrire précisément chaque filtre avec leurs caractéristiques de réponse en fréquence mais de faire une comparaison rapide entre eux. On peut voir sur la figure 2.63 une superposition des réponses en atténuation suivant les fréquences des différents filtres cités ci-dessus. Toutes les réponses qui ont été calculées dans cette figure ont la même fréquence de coupure à 0,01 Hz échantillonnées sur 4096 points. On constate que le filtre de Butterworth présente l'atténuation de signal la plus homogène : dans la plage de fréquence de 0 à 0,01 Hz le filtre a une réponse uniforme puis décroît d'une manière lente. Les autres filtres ont une réponse plus variante dans la gamme de fréquences où ils sont censés laisser passer le signal à 100 % de sa valeur.

Puis, (mis à part le filtre Chebychev 1) ces autres filtres ont une réponse dans la plage de fréquence stop-bande (plage de fréquences où le filtre est censé atténuer le signal) très variante.

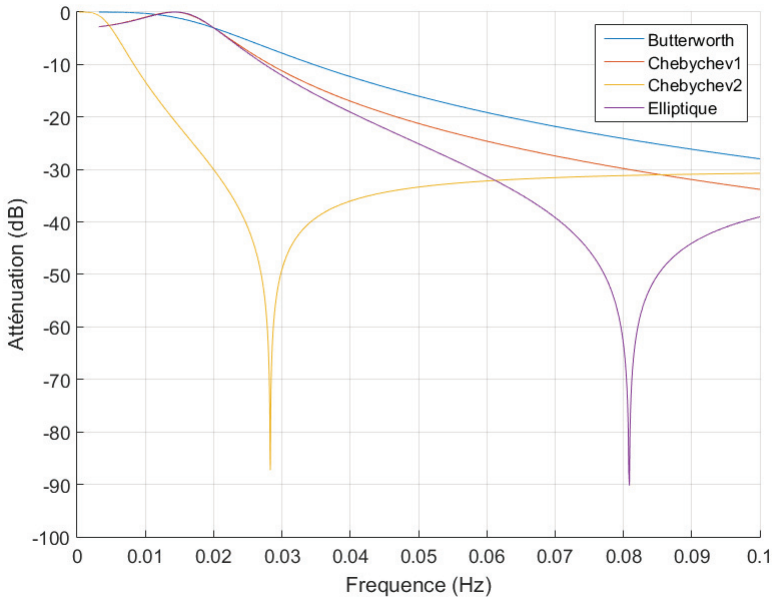


FIGURE 2.63 – Graphique de comparaison entre les principaux filtres passe-bas ayant tous une fréquence de coupure à 0.01 Hz et étant tous d'ordre 2.

En raison de l'homogénéité de la réponse en fréquence du filtre de Butterworth, celui-ci a été choisi pour filtrer la courbe de la fonction mérite à chaque instant.

Suivant les paramètres de fréquence de coupure, de fréquence d'échantillonnage et d'ordre du filtre il est possible d'atténuer grandement les oscillations de la fonction de mérite au cours du temps mais aussi avec de mauvais paramètres, de déformer le signal. Si l'on regarde sur la figure 2.61, la transformée de Fourier de la fonction de mérite, on peut voir que si l'on applique une fréquence de coupure trop basse on risque de toucher toute la partie du spectre des basses fréquences et donc de l'évolution lente du signal. Si l'on met la fréquence de coupure trop haute, on risque de ne pas assez atténuer les oscillations du signal. Il y a donc un compromis à faire : placer la fréquence de coupure de telle manière que l'on garde les informations importantes et que l'on coupe le bruit dans le signal.

Dans notre cas de figure il est facile d'atténuer grandement les oscillations mais de déformer le signal. C'est pourquoi la fréquence de coupure a été laissée volontairement plus grande (0.035 Hz), quitte à laisser des oscillations visibles mais atténuées dans le signal et d'ajouter une deuxième étape au traitement du signal.

Le lissage des données

Si l'on veut pouvoir utiliser la dérivée de la fonction de mérite afin d'indiquer le moment où arrêter le dépôt d'une couche mince, il faut ajouter une étape supplémentaire au traitement du signal. Car malgré le filtrage fréquentiel, la fonction de mérite reste toujours parcourue d'oscillation qui peuvent donner une dérivée qui s'annule au mauvais moment. Pour cela on utilise une minimisation par une spline cubique sur la courbe filtrée de la fonction mérite et on joue sur les paramètres de cette spline afin de lisser les données. Le choix d'une minimisation par une spline vient de la capacité de cette méthode à lisser des données sans en déformer l'allure générale. Deux paramètres sont configurables afin de jouer sur la qualité de lissage de la minimisation.
Le premier paramètre est le paramètre d'équilibrage p dont la valeur est comprise entre 0 et 1. Lorsque le paramètre d'équilibrage est nul, la minimisation est linéaire et lorsque celui-ci est égal à un, la spline se superpose parfaitement à la courbe minimisée et il s'agit alors là d'une interpolation.
Le deuxième paramètre est un paramètre de lissage L, en plus du paramètre d'équilibrage il est possible en chaque point de cette courbe de réaliser une moyenne glissante sur un nombre de points voisins déterminés par ce paramètre de lissage. On obtient ainsi un deuxième paramètre sur lequel on peut jouer afin de lisser la courbe filtrée de la fonction mérite.

Lors d'un dépôt, à chaque nouvelle mesure spectrale de l'échantillon témoin on calcule la valeur de la fonction mérite. Cette valeur de la fonction mérite est stockée dans un tableau de longueur dynamique. Ce tableau constitue en quelque sorte l'historique des valeurs de la fonction mérite durant le dépôt. C'est sur ce tableau que sont réalisées les opérations de filtrage puis de lissage qui sont répétées (à chaque mesure réalisée avec le système du contrôle optique).

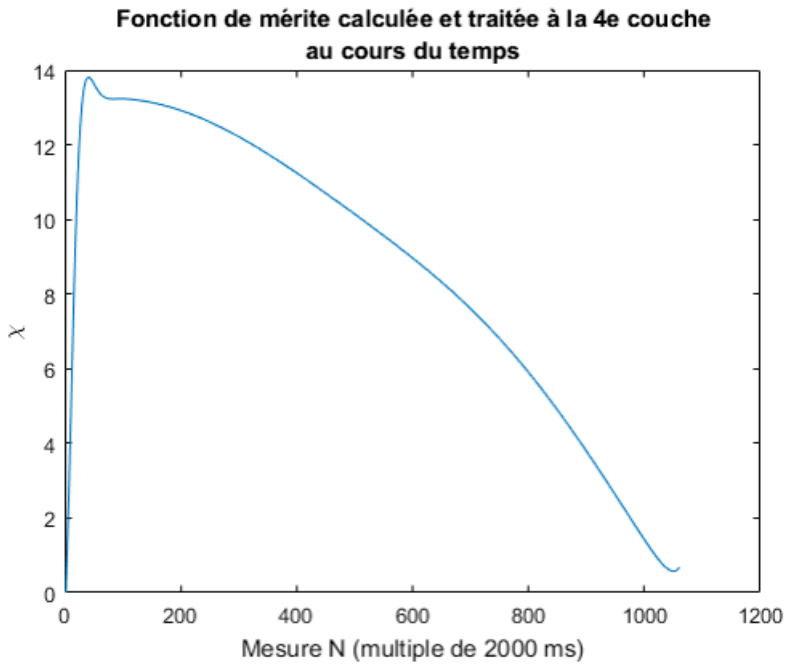


FIGURE 2.64 – Graphique de la fonction de mérite d'une couche mince déposée qui a été filtrée puis minimisée par une spline cubique de paramètres $p = 0.1$ et $L = 50$.

On peut voir le résultat d'un tel lissage à la figure 2.64. Si l'on compare cette figure avec la figure 2.60 (figure du haut), on peut voir que la courbe filtrée et lissée est clairement débarrassée de ses oscillations gênant un éventuel calcul de sa dérivée. Sur la figure 2.64, à gauche on peut voir une déformation nette de la fonction de mérite avec une montée brusque de sa valeur puis d'un "rebond". Cette déformation est due au fait que dans les premiers temps du dépôt de la couche mince il n'y a pas suffisamment de points sur la courbe de la fonction de mérite pour que le filtre passe bas soit efficace.
Cela révèle une faiblesse de cette technique : ce traitement est complètement inefficace dans le cas du dépôt d'une couche très mince. Néanmoins dans notre cas, la machine de dépôt utilisée a des vitesses de dépôt extrêmement faibles (quelques fractions d'Angströms par seconde) et donc malgré le temps nécessaire à ce que le filtre puisse se recaler, il s'est déposé une couche de matière extrêmement fine.

À partir de là, il est possible de réaliser la dérivée de cette courbe afin de déterminer l'instant précis où arrêter le dépôt. La figure 2.65 montre une telle courbe de dérivée calculée tout au long de la prise des mesures lors du dépôt d'une couche mince (dérivée de la courbe de la figure 2.64). Mais le contrôle exercé par le système optique n'est pas effectif durant tout le dépôt de la couche, celui-ci ne s'exerce qu'à partir de 90 à 95 % (suivant l'épaisseur totale de la couche à déposer) de la valeur de consigne d'épaisseur, valeur retournée par le contrôle quartz (voir la section 1.3.4).

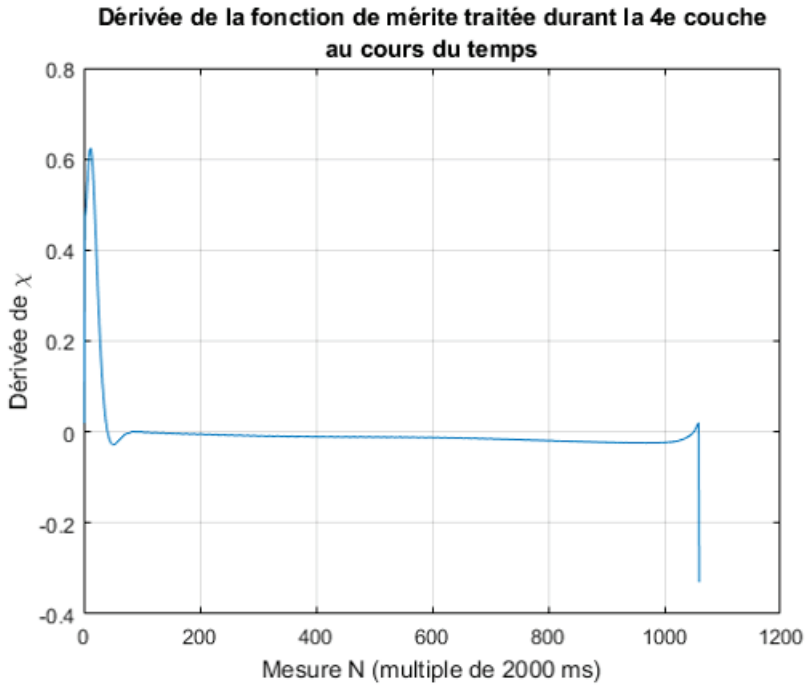


FIGURE 2.65 – Graphique de la dérivée de la fonction de mérite filtrée et lissée.

On peut voir à la fin de la courbe de la figure 2.65 que la dérivée de la fonction de mérite passe par zéro indiquant ainsi le moment où fermer l'écran dans la machine de dépôt.

Ces traitements des données de la fonction de mérite au cours du dépôt conjugués à la consigne de la dérivée ont permis d'obtenir les résultats présentés au prochain chapitre sur des traitements anti-reflets.

2.6.4 Le traitement du signal revu et corrigé

Toutes les techniques de mesures optiques présentées précédemment ainsi que les traitements de signaux développés pour le contrôle des dépôts de couches minces dans la machine sous vide ont été faits à l'aide du système de réglage d'inclinaison du porte-substrat témoin tel que présenté à la section 2.3. Dans le cas de la rotation simple, cela signifie que l'on place un substrat témoin au centre de la rotation sur lequel le système optique viendra réaliser des mesures tout au long du dépôt d'une couche mince. Et tout autour de ce substrat témoin on place les véritables pièces optiques à traiter (Figure 2.66). Néanmoins cette configuration ne permet de traiter que des pièces dont le diamètre n'excède pas les 2 ou 3 pouces. Évidemment, cette grande machine de dépôt n'a pas été initialement conçue afin de réaliser que des dépôts sur de si petites pièces optiques.
Il a donc été décidé d'essayer de réaliser un dépôt contrôlé avec le système optique sur un substrat témoin toujours placé au centre mais cette fois-ci sans support de réglage de l'inclinaison à l'arrière de celui-ci. On a alors tous les défauts de la mécanique qui ressortent et l'effet de "faux-rond" qui s'accentue de manière importante. On est donc dans le cas

où le système du contrôle optique aurait à mesurer "une vraie pièce optique".

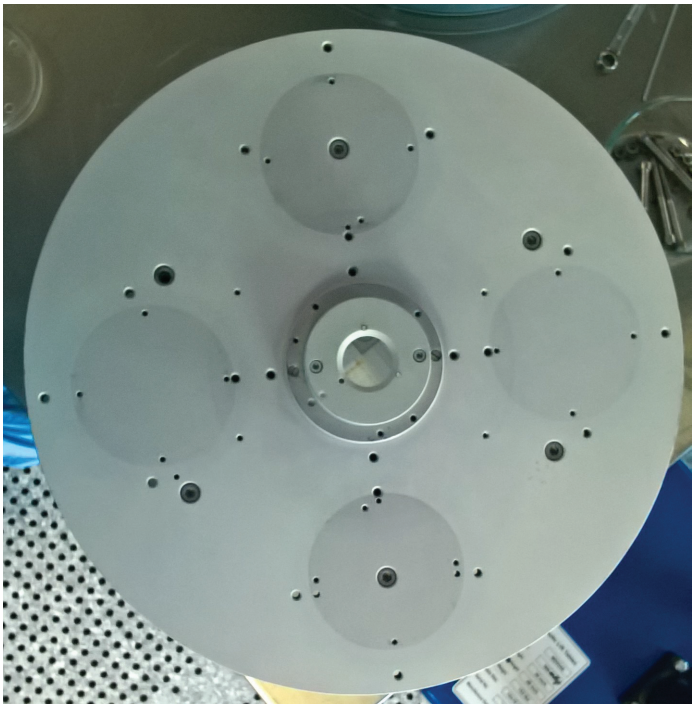


FIGURE 2.66 – Photographie du porte-substrat vu de face pour la rotation simple. Au centre, on peut voir le miroir de référence dans sa monture et tout autour les emplacements disponibles pour les autres pièces optiques à traiter.

À cause de cet effet de faux-rond, le faisceau lumineux réfléchi a un mouvement de précession autour de son axe optique principal avec une grande amplitude (voir figure 2.59). On s'attend donc à ce que lors du dépôt de couches minces dans le bâti, le signal reçu par le système optique varie beaucoup en amplitude du fait qu'à chaque instant, la lumière focalisée sur la fibre optique de collection ne se couple pas entièrement dans celle-ci.
Et en effet, lors du dépôt on a mesuré des valeurs de réflexion variant en amplitude de plus ou moins 10 % ce qui constitue des variations extrêmement importantes du signal. La monture utilisée pour ce test n'était pas une monture standard utilisée pour les dépôts. Cette monture était alors composée de différentes entretoises afin de mettre la première surface du substrat témoin dans le même plan de dépôt de référence. Cet assemblage hétéroclite a très certainement causé ces instabilités dans le signal. Les énormes variations de flux dans les mesures que l'on a vu durant ce dépôt ne sont pas du tout représentatives des variations que l'on aurait si l'on utilisait une monture monolithique sans la plaque de réglage (décrite dans la section 2.3.4). Par la suite, des arrangements mécaniques au niveau du porte-substrat ont permis d'utiliser directement une monture pour le témoin sans utiliser la plaque de réglage. Les données recueillies durant le dépôt qui est présenté ici ont permis de voir les limites du traitement du signal utilisé jusqu'alors et de trouver une autre manière, plus robuste, de traiter le signal.

Le traitement mathématique évoqué précédemment a été appliqué à la courbe de la fonc-

tion mérite lors de ce dépôt. Est reportée la courbe de la fonction mérite de la première couche de l'empilement à la figure 2.67. On peut voir sur cette courbe qu'il y a une évolution très importante du signal optique reçu lors du dépôt à chaque instant. Mais comme dans le cas où l'on utilise la plaque de compensation du faux-rond pour le substrat témoin, on discerne deux tendances : une rapide qui crée l'élargissement de la valeur de la fonction mérite et une autre, plus lente, qui crée l'allure générale de la courbe (allure correspondant à l'évolution de l'épaisseur de la couche).

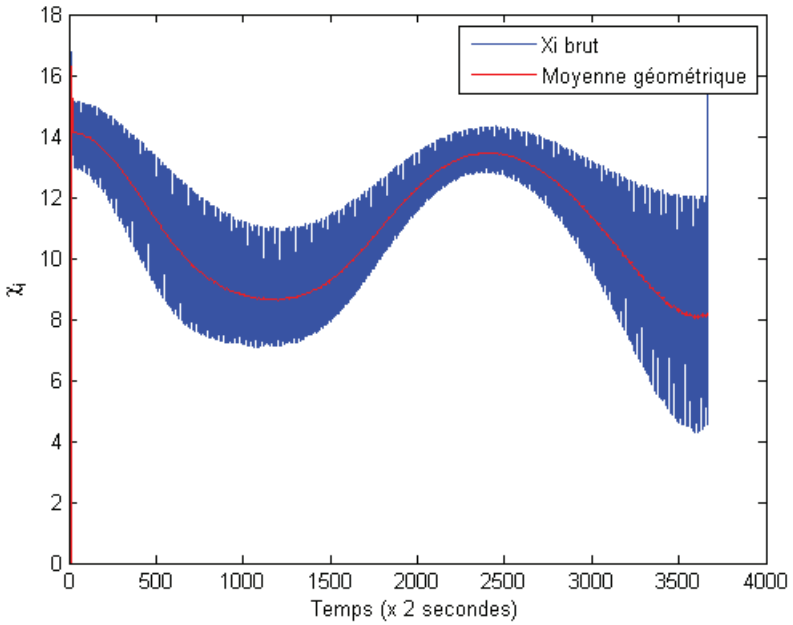


FIGURE 2.67 – Graphique de l'évolution de la fonction mérite au cours du temps pris lors du dépôt d'un empilement.

Un agrandissement de la courbe de la fonction mérite (Figure 2.67) peut être vu à la figure 2.69. On y voit clairement les oscillations quasi sinusoïdales dues à la précession du faisceau réfléchi autour de son axe principal (de fréquence 0,035 Hz).

L'empilement qui a été choisi pour ce dépôt est un empilement anti-reflets à 1064 nm dont la formule optique est la suivante : 1,8715H 1,2425B 1,5094H 0,7089B.
Le dépôt entier a été réalisé puis le substrat témoin a été mesuré en transmission à l'aide du spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda 1050. De la rétro-ingénierie a été effectuée sur les épaisseurs des couches déposées à l'aide du logiciel de calcul de couches minces TF-Calc. Les épaisseurs de chacune des quatre couches de l'empilement ont été optimisées et les valeurs en épaisseurs quart-d'onde en ont été tirées. Ces épaisseurs sont les suivantes : 1,9021H 1,2639B 1,5359H 0,8064B.
On peut voir au premier abord que l'on a globalement déposé trop de matière à toutes les couches du dépôt. Ceci montre que le contrôle a été inefficace pour arrêter le dépôt de chaque couche au moment voulu.

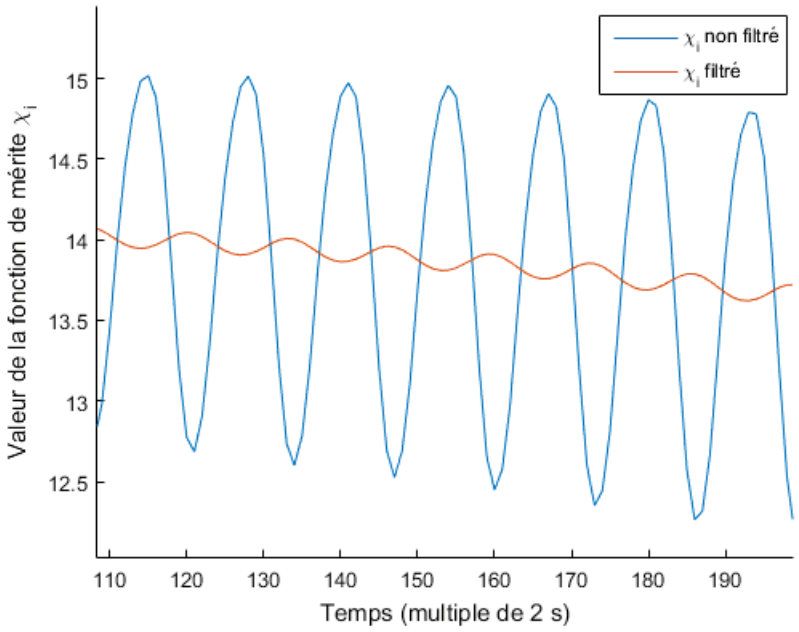


FIGURE 2.68 – Graphique de l'évolution de la fonction mérite au cours du temps pris lors du dépôt-test d'un empilement anti-reflets. Il s'agit d'un agrandissement de la courbe. La courbe bleue est la fonction de mérite "brute" et la courbe rouge est la version filtrée en fréquence. Les paramètres du filtre sont : fréquence de coupure = 0,035 Hz, ordre = 2, échantillonnage = 2 secondes.

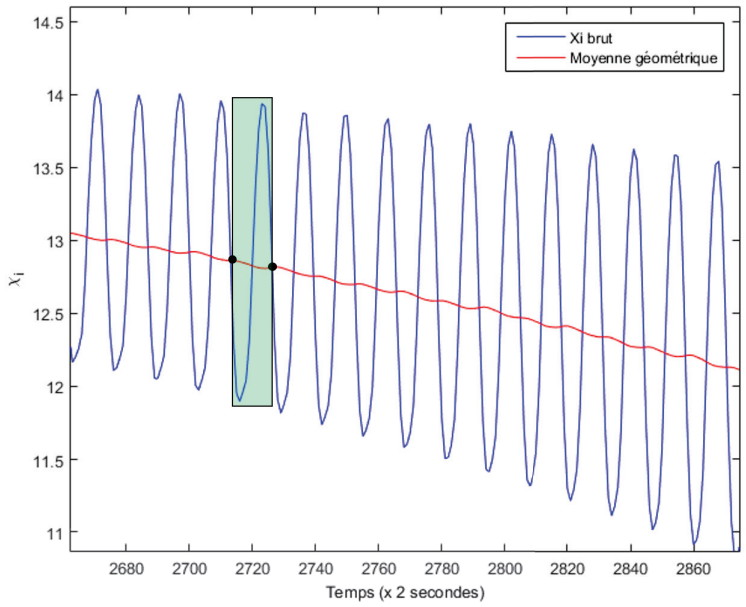


FIGURE 2.69 – Graphique de l'évolution de la fonction mérite au cours du temps pris lors du dépôt d'un empilement. Il s'agit d'un agrandissement de la courbe vu à la figure 2.67. Les deux points noirs délimitent la largeur de la fenêtre sélectionnant les points intervenant dans la moyenne géométrique. La largeur de cette fenêtre est égale à une période d'oscillation.

Cette incapacité du contrôle optique à arrêter le dépôt au moment voulu a plusieurs origines : après vérification des données du dépôt, le filtrage de la courbe de la fonction mérite s'est correctement passé. Celui-ci a clairement diminué l'amplitude des oscillations (Figure 2.68) permettant une minimisation par la spline cubique plus robuste.

Un effet visible qui est difficile à retranscrire ici est que lors du dépôt si l'on observe la courbe lissée de la fonction de mérite filtrée (minimisation par la spline cubique) on voit un effet "serpent". En effet, à chaque nouvelle mesure du système optique et donc à chaque nouveau point de la fonction de mérite ajouté au tableau dynamique de celui-ci, les derniers points de la courbe minimisée changeaient de valeur. Cet effet donne l'impression de voir un serpent dont la tête se tortille puisque la très grande majorité des points de cette courbe sont fixes et que la toute dernière portion des 5 à 6 derniers points changent de valeur en augmentant et en diminuant.
Cet effet très visible (Figure 2.70) lors du dépôt des couches de l'empilement optique montre que lors d'oscillations d'amplitude très importante (montrant ainsi que le filtrage n'était peut-être pas très efficace) la minimisation à l'aide de la spline cubique échoue à lisser les données sans les déformer.

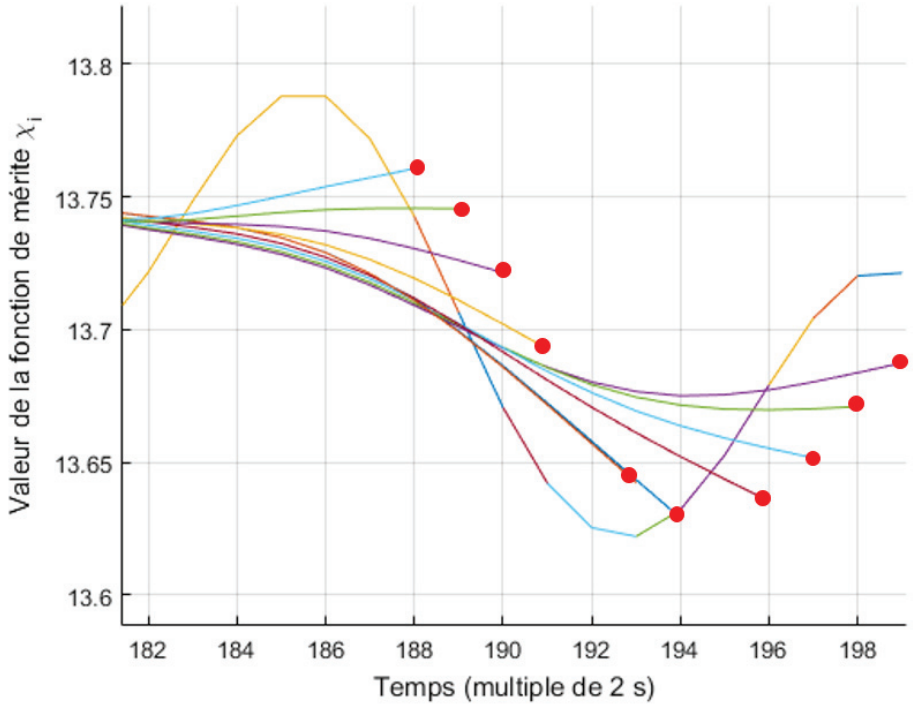


FIGURE 2.70 – Graphique de l'évolution de la fonction mérite au cours du temps pris lors du dépôt d'un empilement. Il s'agit d'un agrandissement de la courbe sur les derniers points. La courbe sinusoïdale est la fonction de mérite filtrée et toutes les autres courbes sont les interpolations par spline cubique à chaque instant, tous consécutifs. Les points rouges sont à chaque instant, la position du dernier point de la spline cubique.

Un autre effet qui a certainement contribué à l'échec du contrôle optique à assurer le

dépôt d'un empilement optique performant réside dans la manière dont les mesures de référence ont été prises avant le dépôt.
En effet, avant le dépôt on réalise des mesures sur le miroir de référence ainsi que sur le substrat nu avant pompage et pendant le pompage qu'une seule fois chacun. Étant donnée la nature dynamique du signal dû aux instabilités mécaniques, il serait plus judicieux de prendre des moyennes de mesures de chacune de ces références au cours d'une période de rotation du porte-substrats. Ainsi, on prendrait en compte les variations maximales et possibles du signal lors d'un tour du porte-substrats.

Dans un premier temps néanmoins, il est nécessaire de modifier le déroulement du traitement du signal car les deux étapes correspondant au filtrage et au lissage des données se sont révélées insuffisantes pour assurer un contrôle de dépôt de qualité.
Un petit programme a été créé pour tester les fonctions mathématiques appliquées aux données réelles du dépôt avec le même logiciel de contrôle du système optique (Labview). Le principe de la simulation est le suivant : on recrée l'arrivée des données en temps réel (que l'on peut aussi accélérer pour des raisons pratiques) sur lesquelles on teste différents traitement mathématiques jusqu'à trouver celui qui convient.
À chaque pas de cette boucle temporelle (Figure 2.71), on va appliquer deux étapes de traitement du signal comme auparavant. La première étape sera de diminuer grandement l'amplitude des oscillations tout en gardant l'allure générale de la courbe (il s'agit là de sauvegarder l'évolution lente de la courbe de la fonction mérite) et la deuxième étape sera de lisser les données afin de permettre la dérivation de celle-ci pour déterminer l'instant précis où arrêter le dépôt.

Le filtrage des données de la fonction de mérite par un filtre passe-bas ne peut plus être utilisé. Celui-ci était efficace dans le cadre d'oscillations de faible amplitude car on réussissait encore à trouver un équilibre entre la conservation de l'allure générale de la courbe de la fonction de mérite au cours du temps et la coupure des fréquences des oscillations rapides. Dans le cas présent (oscillations de période identique mais d'amplitude beaucoup plus grande) on pourrait augmenter l'ordre de filtrage ou changer la fréquence de coupure mais cela se ferait au détriment de la forme de la courbe.
C'est pourquoi une méthode de remplacement est utilisée et qui consiste en une moyenne géométrique glissante.

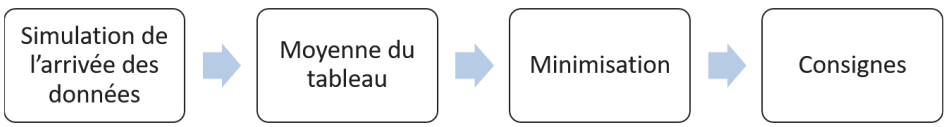


FIGURE 2.71 – Diagramme de flux de la simulation des données réelles du dépôt test.

Suivant le temps d'échantillonnage des mesures spectrophotométriques lors du dépôt (temps séparant deux mesures successives), on crée une fenêtre sur les derniers points de la courbe de la fonction de mérite qui sélectionne un nombre de points constituant une période de l'oscillation rapide du signal. On réalise alors une moyenne géométrique sur ces points, le résultat devient alors le dernier point de la courbe de la fonction mérite (Figure 2.69).

Contrairement au filtrage, la moyenne a l'avantage de ne pas déformer les données puisque dans notre cas on applique cette moyenne sur une seule période de l'oscillation.
On peut voir sur la figure 2.72 les courbes brutes des fonctions de mérite de chaque couche de l'empilement anti-reflets ainsi que la moyenne correspondante. Il semble que la moyenne suit très bien la tendance générale de chaque courbe de la fonction de mérite χ.

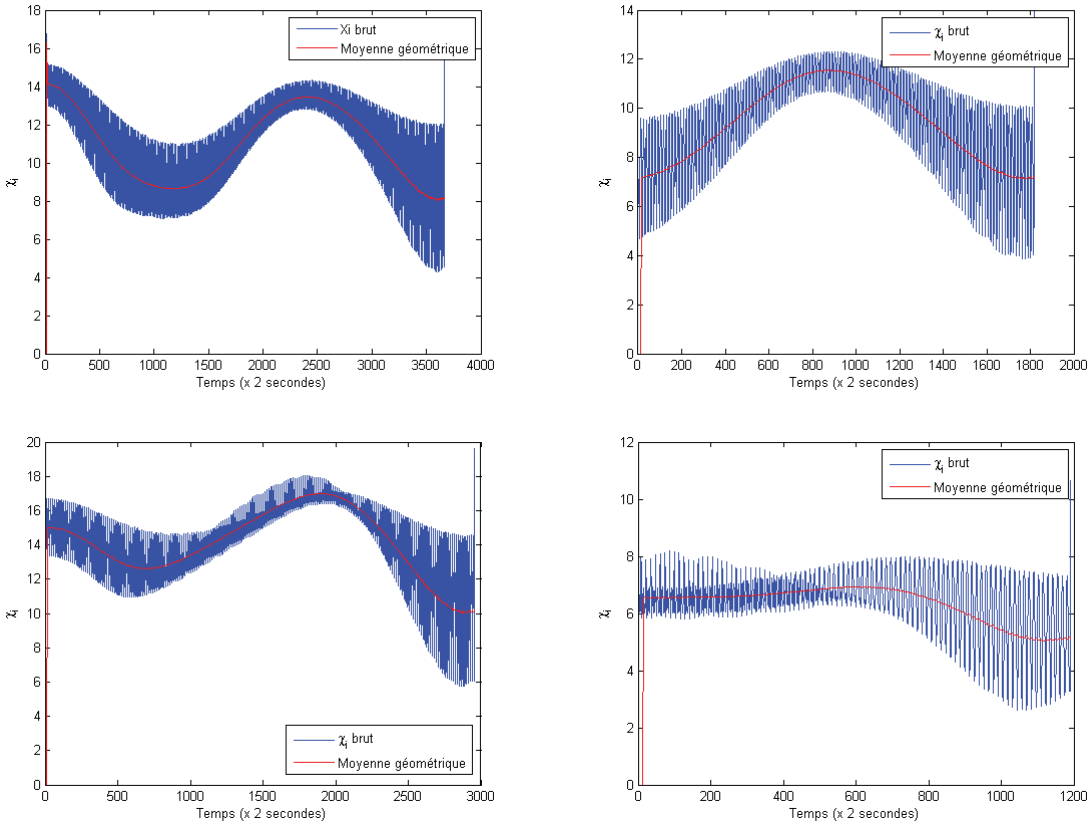


FIGURE 2.72 – Quatre graphiques représentant les évolutions des fonctions de mérite calculées lors du dépôt des quatre couches d'un empilement anti-reflets avec leur moyenne. Dans l'ordre, de gauche à droite et de haut en bas, sont les couches une à quatre.

La deuxième étape de modification de traitement du signal est celle du lissage pour les raisons évoquées précédemment. Au lieu d'utiliser une minimisation par spline cubique dont on fait varier les paramètres jusqu'à ce qu'elle devienne quasiment une interpolation, on choisit plutôt une minimisation par un polynôme.
L'avantage de cette technique est qu'elle est bien moins impactée par les oscillations toujours présentes dans la moyenne de la fonction mérite, les derniers points constituants la

courbe polynomiale varient très faiblement dans le temps. Cette minimisation polynomiale intervient dans les derniers instants du dépôt de la couche : aux alentours de 80 à 85 % de l'épaisseur totale de la couche (suivant l'épaisseur totale de la couche). Ceci afin qu'avant la prise effective de contrôle du système optique sur le contrôle quartz, il y ait suffisamment de points à minimiser pour avoir une courbe polynomiale stable à la dérivée lisse (voir figure 2.74).
On utilise une fonction polynomiale du troisième ordre afin d'épouser le plus parfaitement possible la forme de la courbe de la fonction de mérite dans ses derniers instants, courbe qui au premier abord ne semble pas présenter de symétrie particulière (Figure 2.73).

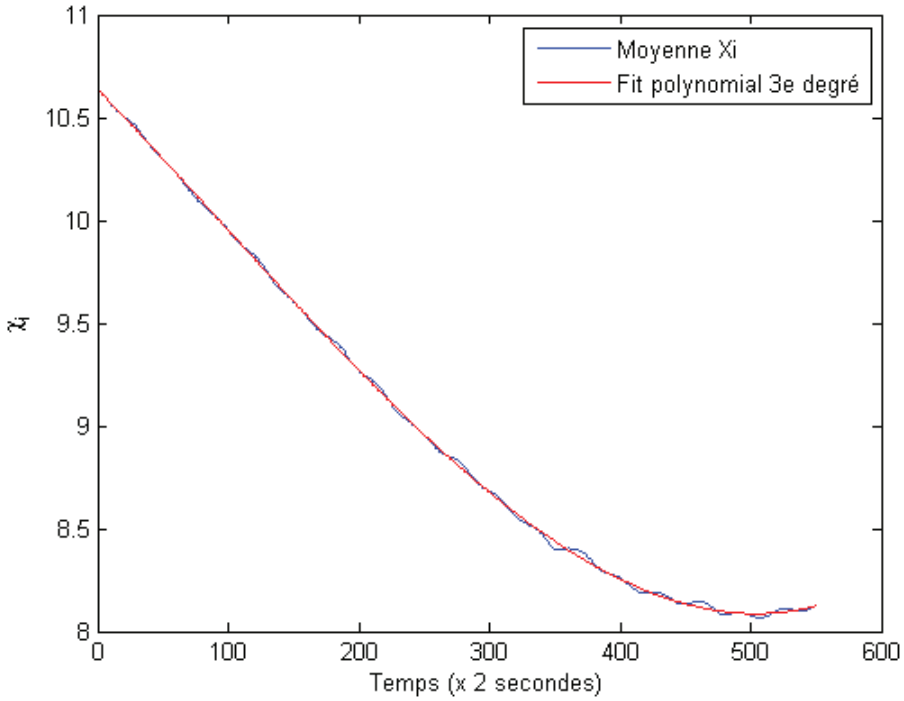


FIGURE 2.73 – Minimisation à l'aide d'un polynôme du troisième degré de la fin de la fonction de mérite moyennée. Ici, l'origine de l'échelle des temps se situe à 80 % de la durée totale du dépôt de la couche.

La dernière étape du traitement du signal consiste en la dérivation de la courbe de la fonction de mérite moyennée et lissée (Figure 2.74). On peut voir à la figure 2.75 les résultats des minimisations polynomiales des moyennes de la courbe de la fonction de mérite pour les quatre couches de l'empilement anti-reflets réalisé pour le test.

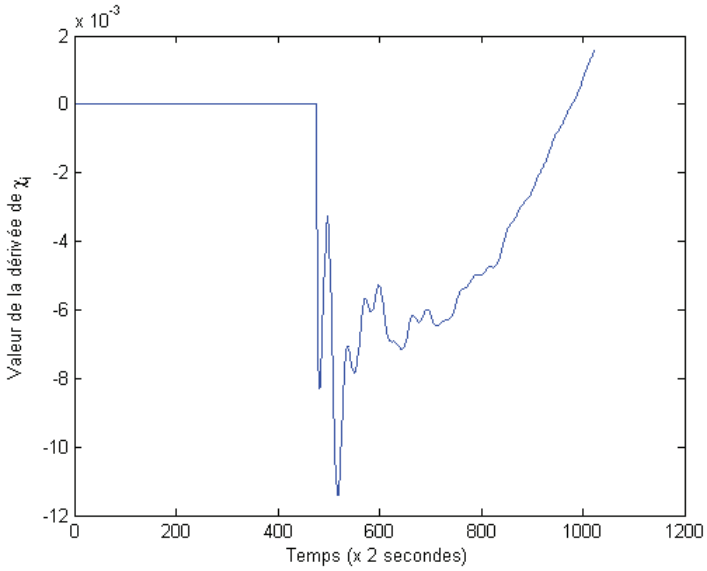


FIGURE 2.74 – Graphique de la dérivée de la minimisation polynomiale du troisième degré d'une fin de couche. Ici, l'origine des temps correspond au début du dépôt de la couche, la dérivée n'est calculée qu'à partir du moment où la minimisation commence (80 à 85 % de l'épaisseur totale de la couche).

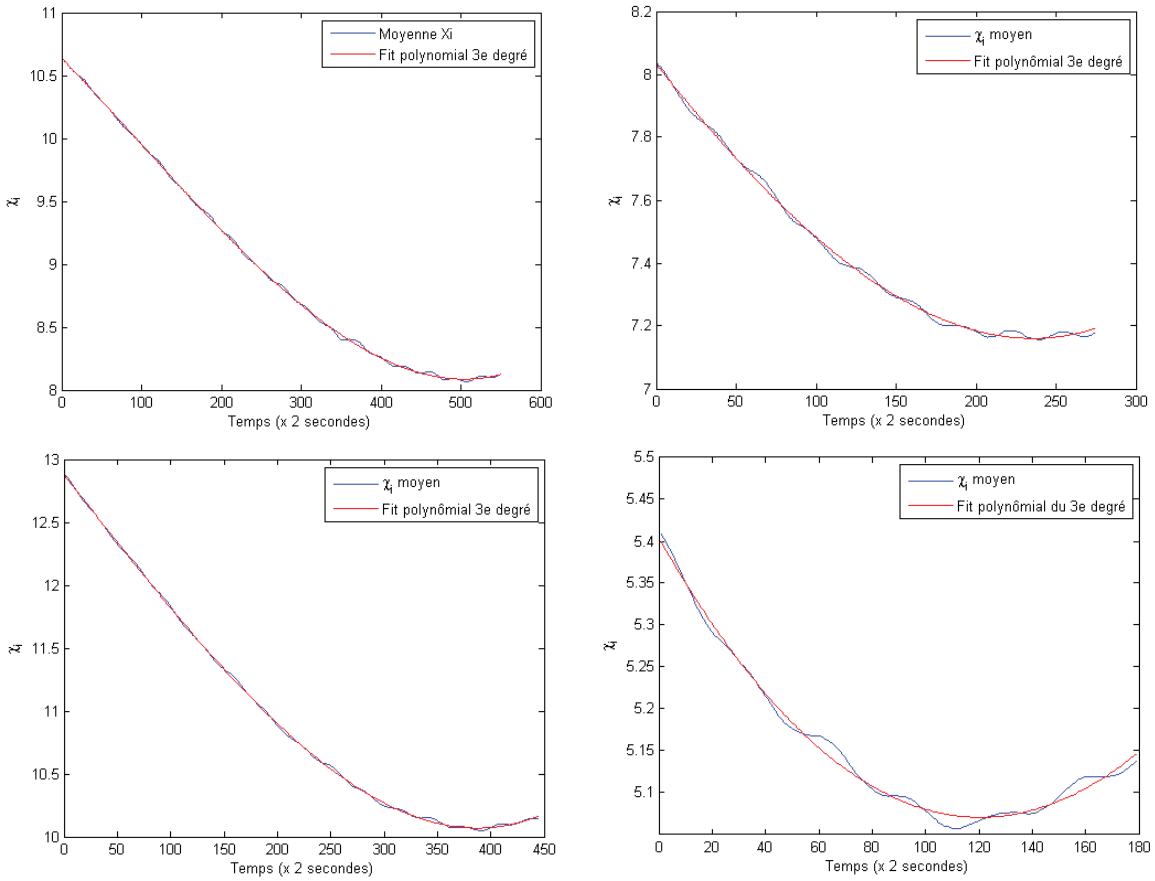


FIGURE 2.75 – Quatre graphiques représentant les minimisations des moyennes des fonctions de mérite des couches une à quatre d'un empilement anti-reflets réalisé dans la machine de dépôt. De même qu'à la figure 2.76, les origines de chaque graphique correspondent à 80 % de la durée totale de chaque couche.

Il est clair que cette méthode de lissage de la moyenne suit très bien la tendance générale de la courbe en faisant disparaître les oscillations dans celle-ci.

Revenons maintenant au problème qui nous animait depuis le début, à savoir le fait que le traitement de signal n'a pu arrêter le dépôt d'aucune couche au bon moment. Avec la nouvelle façon de faire, et les données de la fonction de mérite de chacune des couches qui ont été déposées pour le dépôt test, il devrait être possible de retrouver dans ces données le moment exact où le dépôt aurait dû s'arrêter.

À l'aide du logiciel simple qui a été décrit un peu avant, on "re-déroule" le dépôt test et on regarde le résultat des minimisations polynomiales. On peut voir à la figure 2.76 le résultat de la minimisation sur les 20 derniers pour cent de l'épaisseur totale de la couche.

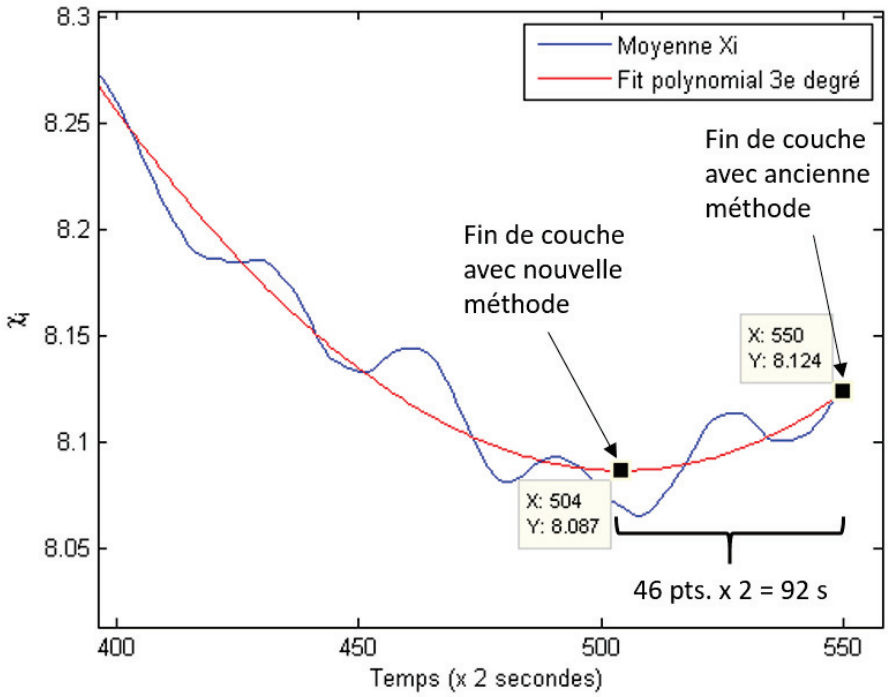


FIGURE 2.76 – Agrandissement de la figure 2.73. Il s'agit ici d'un agrandissement sur la partie finale de la courbe de la première couche.

Chose importante à noter, la fin de la courbe dénote la fin des mesures réalisées lors du dépôt d'une couche de l'empilement. Les courbes des fonctions de mérite de chaque couche commencent à la première mesure disponible dans le bâti de dépôt (au premier instant où l'écran ne coupe plus le faisceau lumineux) et s'arrêtent lorsque l'écran est fermé. Autrement dit, le dernier point de la courbe de la fonction mérite est le dernier instant où le substrat témoin a reçu de la matière.

Étant donné qu'à la figure 2.76 on se trouve dans les derniers instants du dépôt de la

couche, le minimum de la courbe minimisée indique le moment où le dépôt aurait dû s'arrêter. On voit très clairement que cela n'a pas été le cas avec le précédent traitement du signal et que l'on s'est arrêté bien plus tard.
Si l'on reprend les données des épaisseurs des couches qui ont été précisées un peu plus haut, et que l'on fait la différence avec les épaisseurs théoriques de celle-ci on obtient les épaisseurs de matière sur-déposées suivantes (dans l'ordre des couches depuis le substrat) : 0,0306H 0,0214B 0,0265H 0,0975B.

Maintenant, si l'on veut convertir ces valeurs en épaisseurs physiques il nous faut appliquer la relation suivante :

$$e = QWOT.\frac{\lambda}{4n} \tag{2.54}$$

Où :

- e est l'épaisseur physique de la couche en nanomètres.
- λ est la longueur d'onde de centrage du dépôt (ici 1064 nm).
- $QWOT$ est l'épaisseur quart-d'onde de la couche ("QWOT").
- n est l'indice de réfraction du matériau de la couche à la longueur d'onde de centrage.

Dans notre cas, comme la longueur d'onde de centrage est à 1064 nm, on a les valeurs d'indice suivantes pour les matériaux de haut et bas indice (respectivement, l'oxyde de tantale et la silice) : $n_H = 2{,}0861$ et $n_B = 1{,}4423$. On n'en déduit donc les valeurs des épaisseurs physiques qui ont été sur-déposées en nanomètres (Table 2.2).

Couche	Δe
1	3,9
2	3,9
3	3,4
4	17,98

TABLE 2.2 – Tableau des épaisseurs sur-déposées lors du dépôt test. Les épaisseurs sont en nanomètres.

Pour chaque courbe minimisée, on peut essayer de voir si en comptant le nombre de points qui séparent la fin de la courbe (dernier point de la courbe) du point qui représente son minimum et en multipliant ce nombre par le temps d'échantillonnage des mesures (ici 2 secondes) et enfin par la vitesse de dépôt connue pour chaque matériau, on ne retrouve pas les valeurs indiquées dans le tableau ci-dessus (Table 2.2).
On obtient donc après calcul pour chaque couche les épaisseurs sur-déposées calculées dans le tableau qui suit (Δe_{calc}) :

Couche	Δe	Δe_{calc}
1	3,9	2,8
2	3,9	4,4
3	3,4	3,4
4	17,98	7

TABLE 2.3 – Tableau des épaisseurs sur-déposées lors du dépôt test avec les épaisseurs physiques sur-déposées calculées avec la nouvelle méthode de traitement du signal. Les épaisseurs sont en nanomètres.

On voit que pour les trois premières couches, les épaisseurs calculées à partir des courbes minimisées sont en bon accord avec les épaisseurs qui ont été calculées à partir de la minimisation du spectre en transmission de l'empilement. La dernière couche cependant ne présente pas un bon accord. Si l'on regarde la courbe de la fonction mérite de la quatrième couche à la figure 2.72, on se rend compte que la forme de celle-ci (et surtout dans les derniers instants du dépôt) ne correspond pas aux trois autres couches. Il a certainement dû y avoir des optiques qui ont peut-être bougé ou bien la monture contenant le substrat témoin s'est détendu sous l'effet de la chaleur et a légèrement bougé changeant ainsi le trajet optique.
Néanmoins, ces conditions extrêmes lors de la mesure du substrat témoin durant ce dépôt ont permis de mettre en lumière la faiblesse de la précédente version du traitement du signal. Cette manière de traiter le signal pourrait certainement convenir à une bonne partie des cas de dépôts qui pourraient se présenter mais pour certains cas particuliers comme on a vu, la deuxième version semble être plus précise.

2.7 Conclusion du Chapitre 2

Dans cette partie, nous avons vu la conception et la construction du système optique servant à faire les mesures spectrophotométriques dans le bâti de dépôt. Nous avons aussi vu l'adaptation du système optique aux contraintes mécaniques de la machine de dépôt et les mesures prises mathématiquement pour palier au problème du mauvais couplage du faisceau réfléchi dans le système optique de réception. Deux choses n'ont pas été abordées dans cette partie mais auraient pu y figurer : une simulation de dépôt de couches minces et le logiciel de pilotage du contrôle optique.
Le pilotage du contrôle optique se fait à l'aide d'un logiciel entièrement conçu et codé au laboratoire à partir de zéro (sous Labview). Celui-ci pilote le spectrophotomètre et utilise les mesures pour arrêter le dépôt au bon moment en communicant les instructions d'arrêt au PC process qui lui pilote l'ensemble de la machine de dépôt sous vide (source d'ions, quartz, rotation, écran de protection, etc ...). Le logiciel de contrôle optique, permet à l'opérateur de suivre en direct à l'aide de divers affichages, le déroulement du dépôt. Il permet aussi d'agir en direct sur les différents paramètres du traitement du signal si le besoin s'en fait sentir.

La simulation de dépôt a été succinctement introduite dans ce chapitre à la sous-section 2.5.3 et a été utilisée pour quelques résultats dans le chapitre qui suit. L'idée derrière cette simulation est de pouvoir l'utiliser afin de prévoir les taux de réussite de designs d'empilement. Le principe est de réaliser une simulation de dépôt en reprenant exactement le déroulement des opérations lors du contrôle optique ainsi que des données réelles caractéristiques de la machine de dépôt utilisée (vitesse de dépôt, variation de vitesse de dépôt, vitesse de fermeture de l'écran, etc...). Cela marcherait dans l'esprit des travaux initiés sur le VDP, "Virtual Deposition Process" par l'équipe de Detlev Ristau [52], [53] du Laser Zentrum Hannover puis plus tard repris par Tatiana Amotchkina et Alexander Tikhonravov sur le "Computational Manufacturing Experiments" (CME) [54],[55],[56],[57],[58],[59]. Mais étant donné que la réception du spectrophotomètre fut tardive et que l'emploi du temps de la machine était très chargé, il ne restait plus beaucoup de temps pour installer le système optique, le régler, l'apprivoiser et parallèlement développer le logiciel de contrôle, le tester et l'utiliser. Le développement de la simulation fut laissé de côté pour se concentrer sur l'essentiel : assembler un système de contrôle optique fonctionnel et performant.
Cet outil de prédiction qu'est la simulation de dépôts reste donc à finir et à améliorer en croisant les données réelles de dépôt afin d'obtenir des résultats de simulations les plus proches de la réalité.

Comme il sera possible de voir au chapitre suivant, le système de contrôle optique tel qu'il est à l'heure actuelle est de bonne facture et permet d'obtenir des dépôts de couches minces aux performances satisfaisantes mais aussi de manière reproductible. Néanmoins, il

reste des améliorations substantielles à faire afin de faciliter son utilisation et sa qualité. Il serait possible, en assemblant un deuxième montage optique, identique à celui présenté ici, d'avoir un montage à l'intérieur de la machine qui soit unique, sans devoir démonter l'armature pour passer de la rotation simple à la rotation planétaire (section 2.2) et s'épargner les réglages optiques. Une autre amélioration serait d'utiliser le deuxième module de spectrophotométrie disponible sur le MCS600. Cela pourrait permettre de contrôler une plus large gamme de longueurs d'onde, augmentant ainsi la quantité d'informations concernant un empilement en cours de dépôt et augmentant de même la qualité du contrôle en diminuant l'effet du bruit aléatoire de la mesure. Pour cela, il faudrait, par exemple, coupler la fibre optique qui ressort de la machine de dépôt et qui va au spectrophotomètre à un bundle de fibres optiques en Y qui partagerait la lumière en parts correspondant à la sensibilité de chaque module de mesure.

Il aurait aussi été intéressant de mesurer *in situ* pendant le dépôt, l'indice de réfraction des matériaux déposés. Ceux-ci sont calculés par la mesure *ex-situ* par le spectrophotomètre du laboratoire. Il semble qu'ils aient été pertinents pour les tests qui ont été menés et qui sont présentés au chapitre suivant. Ceci surement grâce à la stabilité et aux énergies mises en jeu dans le processus de dépôt IBS tel qu'utilisé au laboratoire qui crée des couches minces denses, homogènes et stables dans le temps. Néanmoins, dans un souci de précision, il serait mieux d'avoir une mesure de l'indice sous vide et à chaud afin d'accorder le design d'empilement à calculer pour le contrôle optique.

Chapitre 3

Résultats

3.1 Dépôts tests : anti-reflets

Le premier design d'empilement à avoir été testé est un anti-reflets à 1064 nm constitué de quatre couches. Historiquement, il s'agit du premier design d'anti-reflets qui a été testé pour le traitement des premières optiques de Virgo. La longueur d'onde de 1064 nm est la longueur d'onde de fonctionnement du laser principal de l'interféromètre gravitationnel Virgo (et aussi celui de LIGO), c'est pourquoi ce centrage a été choisi. Les matériaux utilisés ainsi que les épaisseurs optiques de chaque couche sont visibles dans le tableau de la figure 3.1.

Couche	Epaisseur quart-d'onde (centrage : 1064 nm)	Matériau
1	1.852	$Ti : Ta_2O_5$
2	1.2425	SiO_2
3	1.49367	$Ti : Ta_2O_5$
4	0.7089	SiO_2

TABLE 3.1 – Tableau des épaisseurs quart-d'onde de l'anti-reflets 4 couches. La dénomination $Ti : Ta_2O_5$ indique que l'oxyde de tantale est dopé avec du titane.

L'importance des anti-reflets

Dans des expériences où les montages optiques comptent des dizaines de composants optiques utilisés en transmission, il est important que ceux-ci soient traités anti-reflets. Dans le cas de substrats en silice fondue, on a typiquement une réflexion d'une face nue comprise entre 3 et 5 %. On comprend que si le faisceau lumineux traverse de nombreuses surfaces telles que celles-ci, on perd rapidement du signal. En prenant l'exemple d'un banc de mesure utilisé pour l'expérience Virgo, on peut compter sur la table une cinquantaine d'optiques utilisées en transmission. Cela représente 100 surfaces à traverser pour la lumière (laser). Si on ne prend que 25 d'entre elles (on estimera que le reste des surfaces est traitée avec d'autres empilements aux fonctions différentes : haute-réflectivité, passe-bande, polariseur, etc...) cela représente une perte par réflexion estimée grossièrement (première réflexion) à 64 % du flux lumineux en entrée du système. Avec, par exemple, un traitement anti-reflets à 0,1 % de réflexion à 1064 nm (spécification assez simple à atteindre), on tombe à environ 2,5 % de perte à cette longueur d'onde. Il y a donc un intérêt important à traiter les optiques avec un anti-reflets afin de garder un bon signal en bout de chaîne.
De cette manière, on limite aussi les réflexions parasites qui pourraient injecter un signal non voulu à certains endroits de l'expérience.

Les dépôts

Parmi les huit dépôts "test" qui sont présentés ci-après, les deux premiers ont été des essais afin de voir la qualité de contrôle du système optique (C16058 et C16060). Les trois

suivants (C16084, C16085 et C16086), quant à eux, sont des dépôts sur des pièces optiques critiques (le C16084 est un essai aussi) qui sont les miroirs des cavités Fabry-Perot du prototype d'interféromètre de Michelson de 10 mètres AEI [60]. Celui-ci est en cours de construction à Hanovre en Allemagne, au moment où ces lignes sont rédigées (Septembre 2016). Cet interféromètre doit servir de modèle réduit pour développer et tester de futures améliorations du détecteur d'ondes gravitationnelles, GEO600 situé en Allemagne [61]. Mais de manière plus générale, les recherches et les développements qui seront faits sur l'interféromètre AEI profiteront à toutes les prochaines générations de détecteurs d'ondes gravitationnelles dans le monde (LIGO, Virgo et bientôt Kagra au Japon).

Enfin, les trois derniers dépôts présentés sont : un test sur un substrat de 1" de diamètre (C16092) et deux dépôts (C16093 et C16094) sur des pièces optiques de recyclage PRM et SRM du détecteur d'ondes gravitationnelles Kamioka Gravitational Wave Detector (Kagra) en cours de construction au Japon [62]. L'interféromètre Kagra est identique aux interféromètres Virgo (Italie) et LIGO (USA) : il s'agit d'un interféromètre de Michelson dont les deux bras contiennent chacun une cavité Fabry-Perot afin d'en augmenter la sensibilité. La différence par rapport à ses semblables est que celui-ci est enterré sous une montagne, dans la mine de Kamioka-cho et que ses miroirs de cavités des bras seront placés à température cryogénique afin de diminuer certains effets thermiques.

Simulations de dépôt

Ce design d'anti-reflets a été abandonné car il présente de sérieux soucis quant à sa tolérance aux erreurs aléatoires de dépôt, propres au contrôle quartz (unique contrôle des dépôts utilisé au laboratoire jusqu'alors). Pour s'en faire une idée, deux simulations de 5000 runs de dépôt de ce design ont été réalisées. Les deux séries de runs ont été simulées avec un contrôle quartz où l'erreur de lecture a été mise respectivement à 1 % et 2 %, avec une loi aléatoire uniforme. Les résultats de ces séries de simulation sont visibles aux figures 3.1 et 3.2. Les enveloppes (lignes noires et bleues) sont les variations maximales en réflexion des spectres finaux des empilements simulés et la ligne rouge est le spectre nominal de l'empilement. On voit sur l'agrandissement (figure 3.2 que la dispersion des performances en réflexion des empilements simulés a tendance à rapidement augmenter. Un critère de réussite ou non du dépôt est qu'à la longueur d'onde de 1064 nm la réflexion de l'empilement soit inférieure à 100 ppm soit 0,01 %. Si on applique ce critère aux deux séries de simulations, on obtient respectivement 40 % et 29,7 % de taux de réussite avec des erreurs aléatoires de 1 % et 2 % sur les épaisseurs des couches. Ces taux de succès sont très faibles et on comprend aisément pourquoi le design a été abandonné.

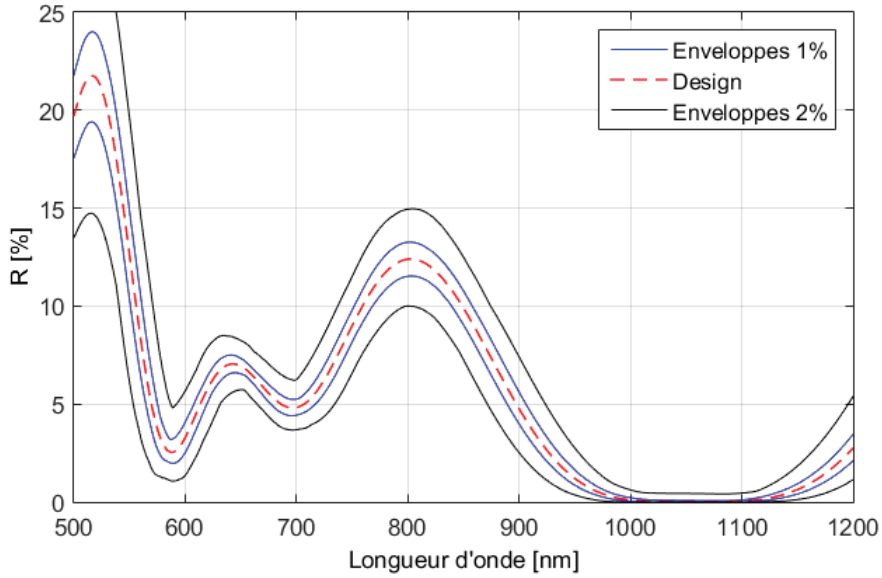


FIGURE 3.1 – Graphique de la simulation de dépôt d'un anti-reflets 4 couches par contrôle quartz. L'erreur de lecture du quartz est de 1 % pour les enveloppes bleues et 2 % pour les enveloppes noires, aléatoire uniforme. 5000 runs simulés ont été réalisés afin d'obtenir les enveloppes.

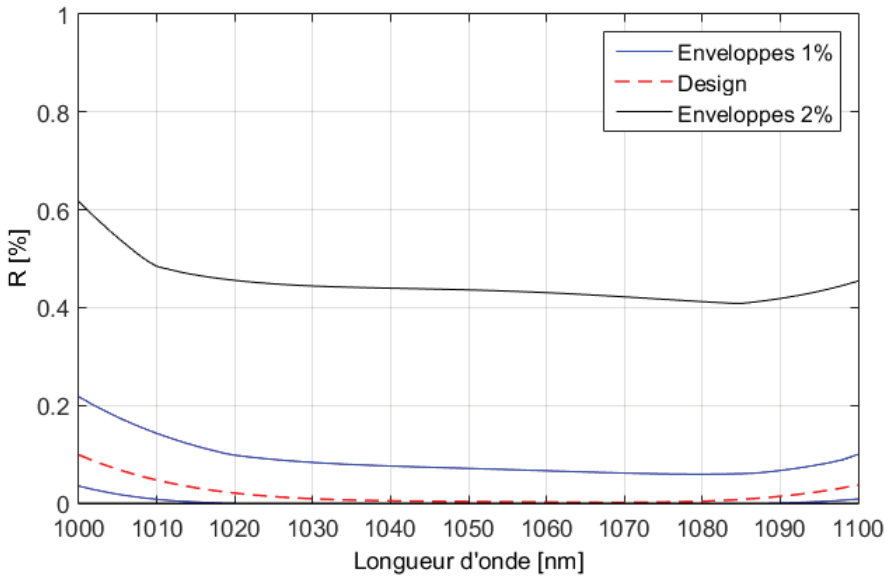


FIGURE 3.2 – Zoom de la figure 3.1.

Pire encore, si on prend en compte l'évolution des demandes de performances sur les AR faites au laboratoire, un critère de 50 ppm serait plus juste. Dans ce cas, les taux de réussite tombent à 22,2 % et 14,5 % pour les erreurs de contrôle quartz de 1 % et 2 %. Il serait alors dans les deux cas, bien risqué d'essayer de traiter avec ce contrôle et ce design d'empilement, une pièce optique précieuse comme celles qui sont suspendues dans les tours des expériences Virgo et LIGO.

Tests grandeur nature et résultats

Naturellement, ce design d'anti-reflets a été choisi pour tester deux choses : la capacité du contrôle optique à réaliser le dépôt d'un design d'empilement normalement inaccessible au contrôle quartz et par le biais de plusieurs tentatives, de tester la reproductibilité du système. Encore une fois, cette machine de dépôt est très demandée au laboratoire et donc on ne pouvait la bloquer trop longtemps pour de nombreux tests. Pour avoir un ordre d'idée du temps nécessaire à la réalisation de l'anti-reflets quatre couches : il faut tout d'abord réaliser la mesure des références (100 % et subtrat nu à l'air), puis atteindre les conditions de dépôt dans la machine (chauffage du substrat, pré-pulvérisation, etc...) et réaliser le dépôt (environ 4 h pour cet anti-reflets). Une fois que le dépôt est fait, il faut décharger la machine et faire subir un traitement thermique à l'échantillon (pour diminuer l'absorption et les inhomogénéités) pendant une dizaine d'heures dans un four. La réussite n'est connue qu'après la mesure de la réflexion à 1064 nm, soit deux jours après avoir débuté l'opération. Cela prend donc du temps pour réaliser un dépôt dans cette machine et avoir les résultats. C'est pourquoi, la reproductibilité n'est jugée que sur huit dépôts du même design AR. Cela peut paraître faible pour être statistiquement significatif mais cela peut néanmoins donner une idée de la qualité du système de contrôle optique. Etant donné que les dépôts ont été réalisés dans différentes conditions, comme on va le voir tout au long de ce chapitre, on se fera aussi une idée de la flexibilité du système installé.

Les deux premiers essais de contrôle qui suivent sur des dépôts AR sont les tout premiers essais menés avec le système optique fraîchement installé. Les dépôts ont eu lieu en rotation simple sur des substrats de 1" de diamètre et avec la plaque de réglage de la monture du substrat témoin décrite à la section 2.3.4.
Les deux premiers résultats sont incomplets dans la mesure où il manque pour ces deux dépôts (nommés C16058 et C16060), les données de la fonction de mérite prises durant le dépôt. Ces deux premiers dépôts ont été faits avec une version très rudimentaire du programme de contrôle optique qui certes, prenait les informations concernant les spectres en réflexion, les traitait et calculait la fonction de mérite afin d'arrêter le dépôt au bon moment mais n'enregistrait pas toutes les données et parmi elles, la fonction de mérite au cours du temps. Par contre, les trois dépôts qui ont suivis ont été réalisés avec un programme de contrôle nettement plus abouti et là, en plus de pouvoir enregistrer les spectres en réflexion calibrés, on a aussi la valeur de la fonction de mérite au cours du temps.

Les figures 3.3 et 3.4 montrent les spectres finaux des quatres couches des empilements anti-reflets.

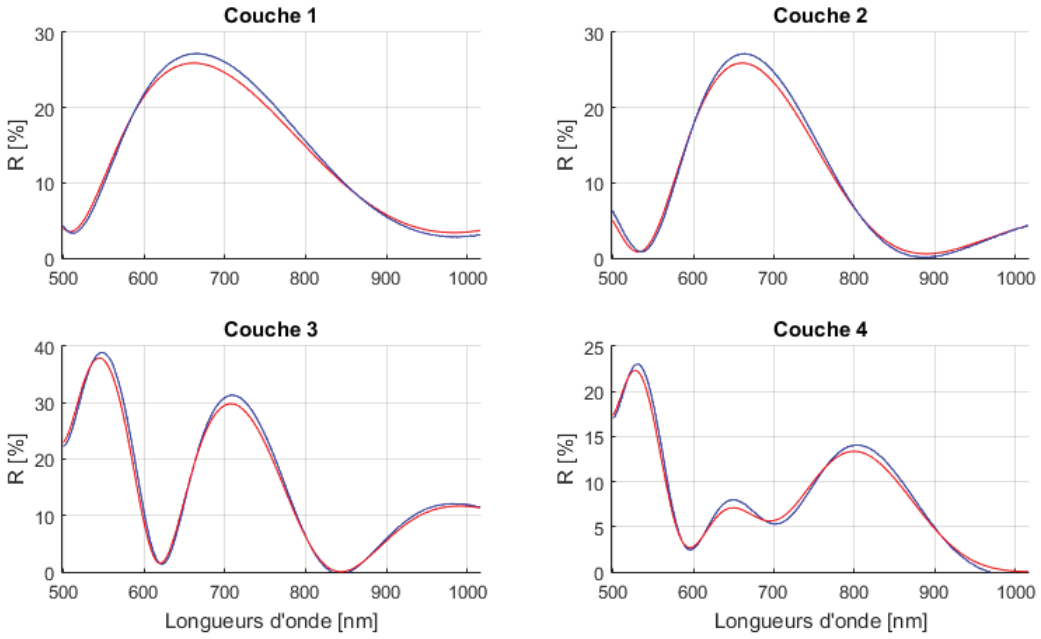


FIGURE 3.3 – Graphiques des données du 1er dépôt (C16058) d'un AR 4 couches sur substrat de silice. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés à 10° en réflexion et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche.

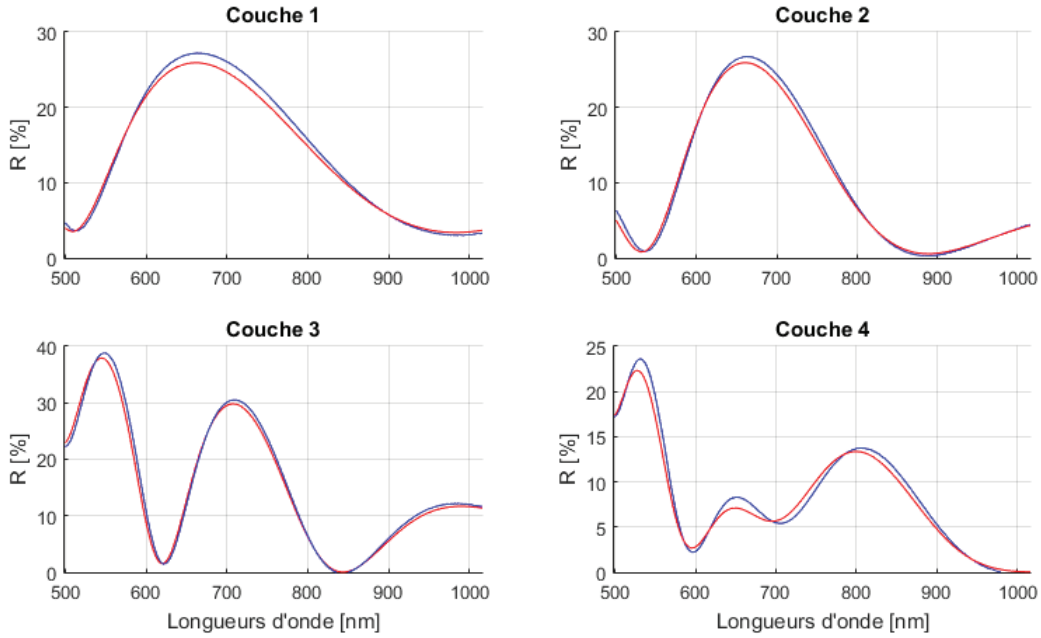


FIGURE 3.4 – Graphiques des données du 2e dépôt (C16060) d'un AR 4 couches sur substrat de silice. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés à 10° en réflexion et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche.

Les courbes rouges sont les spectres théoriques finaux de chaque couche de l'empilement et les courbes bleues sont les derniers spectres acquis lors du dépôt de chaque couche. Si on regarde les courbes, on voit que le spectre mesuré final est assez similaire au spectre

théorique dans chaque cas. Pour les différences, deux phénomènes concourent : le premier est la précession du faisceau réfléchi tel qu'expliqué auparavant. La lumière n'est pas complètement couplée dans la fibre de collection et provoque une variation du flux d'environ ± 1 %. Donc au moment où le spectre a été acquis, il se peut qu'une partie des longueurs d'ondes ne se soit pas couplées correctement. Néanmoins, on voit bien qu'à chaque couche, le "cliché d'arrivée" n'est vraiment pas loin du spectre théorique. Preuve que la calibration présentée au Chapitre 2, à la section 2.4 marche correctement.
Le deuxième phénomène est la déformation du spectre due aux erreurs d'épaisseurs des couches déposées précédemment. Bien que le contrôle optique par fonction de mérite possède cette capacité d'auto-compensation des erreurs (Chapitre 1, section 1.4), l'accumulation des erreurs de compensation déforme le spectre couche après couche.
Mais ce qui prouve réellement que le dépôt a réussi et que le contrôle a bien marché, est la mesure de la réflexion à 1064 nm. Cette mesure est effectuée non pas avec le spectrophotomètre du laboratoire, qui n'aurait pas la sensibilité nécessaire pour mesurer moins de 100 ppm (0,01 %) de réflexion mais avec un banc de mesure laser appelé CASI.
Ce banc est un diffusomètre (Figure 3.5) qui permet de mesurer un flux de lumière diffusée dans différentes directions par une pièce optique. Il est composé d'une monture réglable verticalement et horizontalement (motorisée) ainsi qu'en inclinaison, dans laquelle on place l'optique à mesurer. Un laser dont la longueur d'onde peut être sélectionnée (633 nm, 1064 nm et 10,6 μm) vient frapper la surface de l'optique. Un bras sur lequel est installé un puissance-mètre vient tourner autour de l'optique et mesure l'intensité du flux lumineux diffusé suivant les différents angles de placement. Il est ainsi possible de cartographier en diffusion une optique jusqu'à 550 mm de diamètre. Ce banc de mesure peut aussi servir à mesurer de faibles réflectivités (ce qui nous intéresse ici) et transmissions spéculaires.

FIGURE 3.5 – Deux photographies du diffusomètre CASI. L'image de gauche montre la monture ainsi que le bras vertical qui peut se déplacer autour. L'image de droite est une vue un peu plus large montrant le coffret du laser et des optiques de focalisation.

Les mesures obtenues en réflexion sur les deux échantillons test C16058 et C16060 (substrats de silice fondue de 1" de diamètre et de 6 mm d'épaisseur) sont respectivement

de 49 et de 22 ppm (soit 0,0049 et 0,0022 %) à 1064 nm. Si l'on compare au critère que l'on s'était fixé, qui est une réflexion inférieure à 100 ppm (0,01 %) alors on peut dire que le contrat est rempli et que les deux dépôts sont des succès. Néanmoins, le fait que le premier dépôt ait une réflexion quasiment deux fois supérieure au deuxième dépôt vient d'une erreur du PC process qui a arrêté en urgence le dépôt peu de temps avant que le contrôle optique n'en donne l'ordre.

Forts de ces résultats, il a été décidé de poursuivre l'aventure en réalisant le traitement anti-reflets de véritables pièces optiques : les miroirs des cavités de l'interféromètre AEI (comme expliqué plus haut).
Un premier dépôt-test (C16084) contrôlé avec le système optique a été réalisé comme calibration avant les véritables dépôts. Car entre temps, le logiciel de pilotage du contrôle optique avait beaucoup changé et le montage optique à l'intérieur de la machine a été réglé de nouveau de manière à pouvoir se passer de la plaque de réglage d'inclinaison du substrat témoin. Utiliser le réglage de la monture du substrat témoin est pratique mais il ne sera pas possible d'utiliser ce subterfuge pour de grandes optiques qui prendront la place de ce montage. C'est pourquoi le réglage du système optique dans la machine a été optimisé afin d'obtenir une variation de flux comparable à ce qui avait été observé durant les dépôts C16058 et C16060 (soit $\pm$ 1 %). Des mesures de stabilité du flux collecté durant la rotation du porte-substrats ont donc été réalisées avant chacun des trois dépôts concernant l'expérience AEI (C16084, C16085 et C16086). Les résultats de ces mesures sont visibles aux figures 3.6, 3.7 et 3.8.

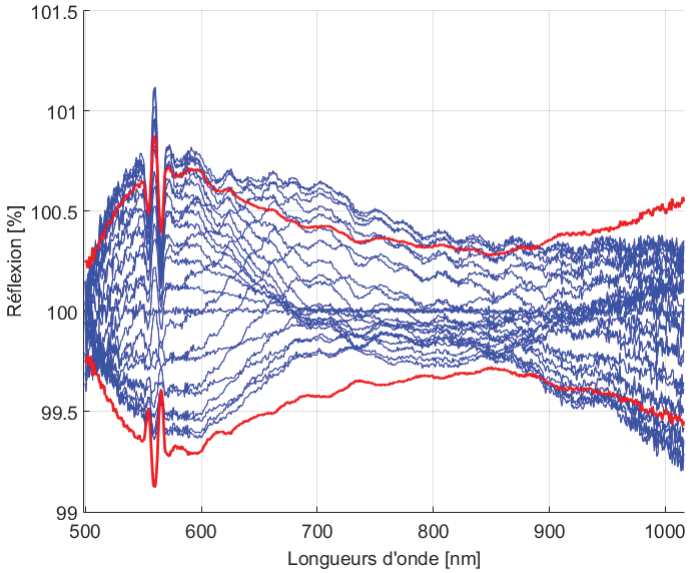


FIGURE 3.6 – Graphique de la série de mesures du spectre calibré du miroir de référence lors de la rotation du porte-substrats. Les courbes bleues sont les mesures, les courbes rouges sont les variations maximales, symétrisées et centrées sur 100 %, par longueur d'onde. Série de mesures réalisée avant le dépôt C16084.

Les mesures de stabilité du flux collecté durant la rotation du porte-substrats se déroulent ainsi : on place dans une monture sur le porte-substrats le miroir de référence pour la prise de mesure à 100 % de flux.

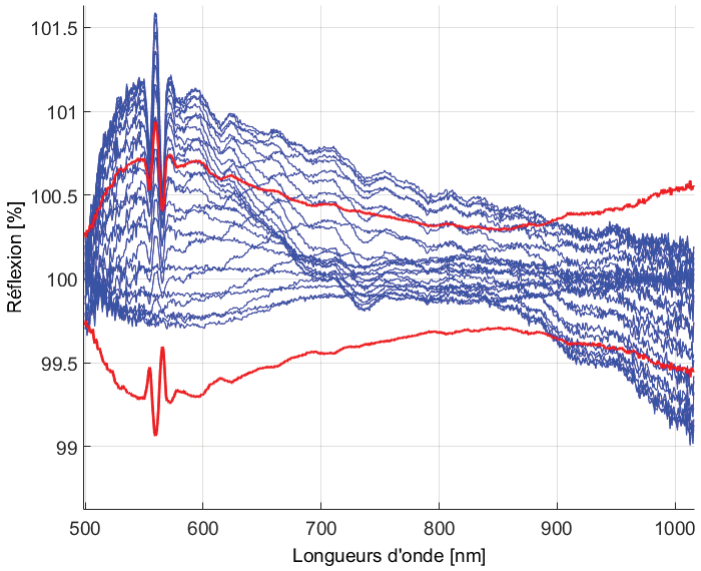


FIGURE 3.7 – Graphique de la série de mesures du spectre calibré du miroir de référence lors de la rotation du porte-substrats. Les courbes bleues sont les mesures, les courbes rouges sont les variations maximales, symétrisées et centrées sur 100 %, par longueur d'onde. Série de mesures réalisée avant le dépôt C16085.

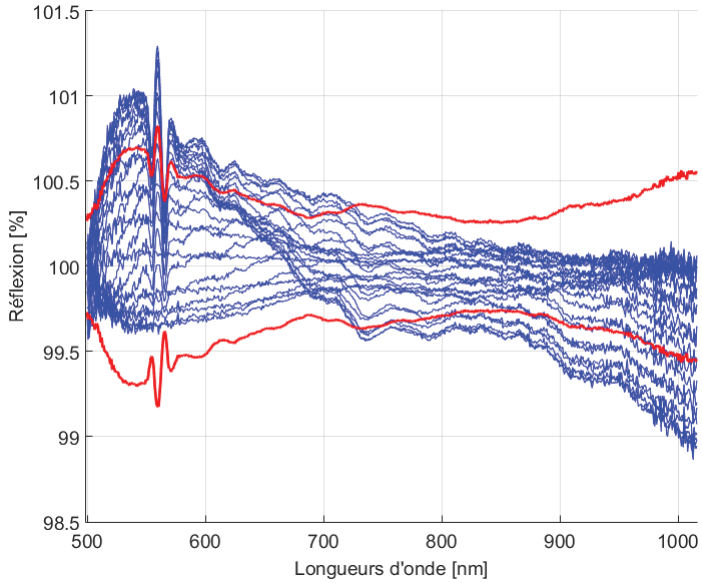


FIGURE 3.8 – Graphique de la série de mesures du spectre calibré du miroir de référence lors de la rotation du porte-substrats. Les courbes bleues sont les mesures, les courbes rouges sont les variations maximales, symétrisées et centrées sur 100 %, par longueur d'onde. Série de mesures réalisée avant le dépôt C16086.

On réalise alors la calibration avec ce même miroir de référence, ce qui veut dire qu'on a

100 % du flux à toutes les longueurs d'onde (on rappelle ici le rapide calcul) :

$$R[\%] = \frac{S - D}{Ref. - D}.100 \tag{3.1}$$

où :

- R est la réflexion calibrée du miroir en pourcentage du flux total
- S est la mesure en énergie du miroir
- D est le courant d'obscurité du spectrophotomètre
- $Ref.$ est la mesure en énergie du miroir de référence

Or ici S et $Ref.$ sont la même chose donc $R = 100$ %.

On met ensuite en rotation le porte-substrats et on réalise une acquisition toutes les secondes durant 26 secondes, durée d'un tour du porte-substrats. On analyse ensuite les spectres et on trouve par longueur d'onde les variations maximales de flux. On réalise la différence à chaque fois et on divise par deux. La valeur ainsi calculée par longueur d'onde est ajoutée et retranchée à 100 pour former les courbes rouges qui forment les variations max. et min. du signal par longueur d'onde.
Les mesures réalisées ont un biais visible à chaque série réalisée et la raison en est simple : lorsqu'on effectue la calibration, on prend la référence pour une position du miroir sur son axe. Lorsqu'on réalise ensuite le calcul de calibration, on se base sur le flux mesuré sur ce point qui serait différent pour une autre position du miroir. C'est pour cela que l'on recentre les données pour avoir ces enveloppes rouges afin d'avoir une meilleure idée de la variation min. et max. du flux mesuré.

Le dépôt-test C16084 de calibration, dont les informations sont visibles à la figure 3.9, fût lui aussi un succès : 3,5 ppm (soit 0.00035 %) de réflexion sur le substrat témoin et 12 ppm (0.0012 %) sur les témoins en périphérie (pour la disposition géométrique des témoins sur le porte-substrats voir la figure 2.66) là où seront placées les vraies pièces optiques par la suite : cette petite différence peut s'expliquer par un indice optique légèrement différent entre les deux positions et/ou une uniformité d'épaisseur différente entre les deux positions. Néanmoins, il s'agit là d'une réussite quant au critère voulu (R $<$ 100 ppm à 1064 nm). Les deux dépôts nécessaires (C16085 et C16086) pour traiter l'ensemble des optiques AEI furent lancés consécutivement. Leurs résultats sont visibles aux figures 3.10 et 3.11. Les valeurs relevées de la fonction de mérite à l'arrêt de chaque couche sont visibles à la table 3.2 de la page 171.

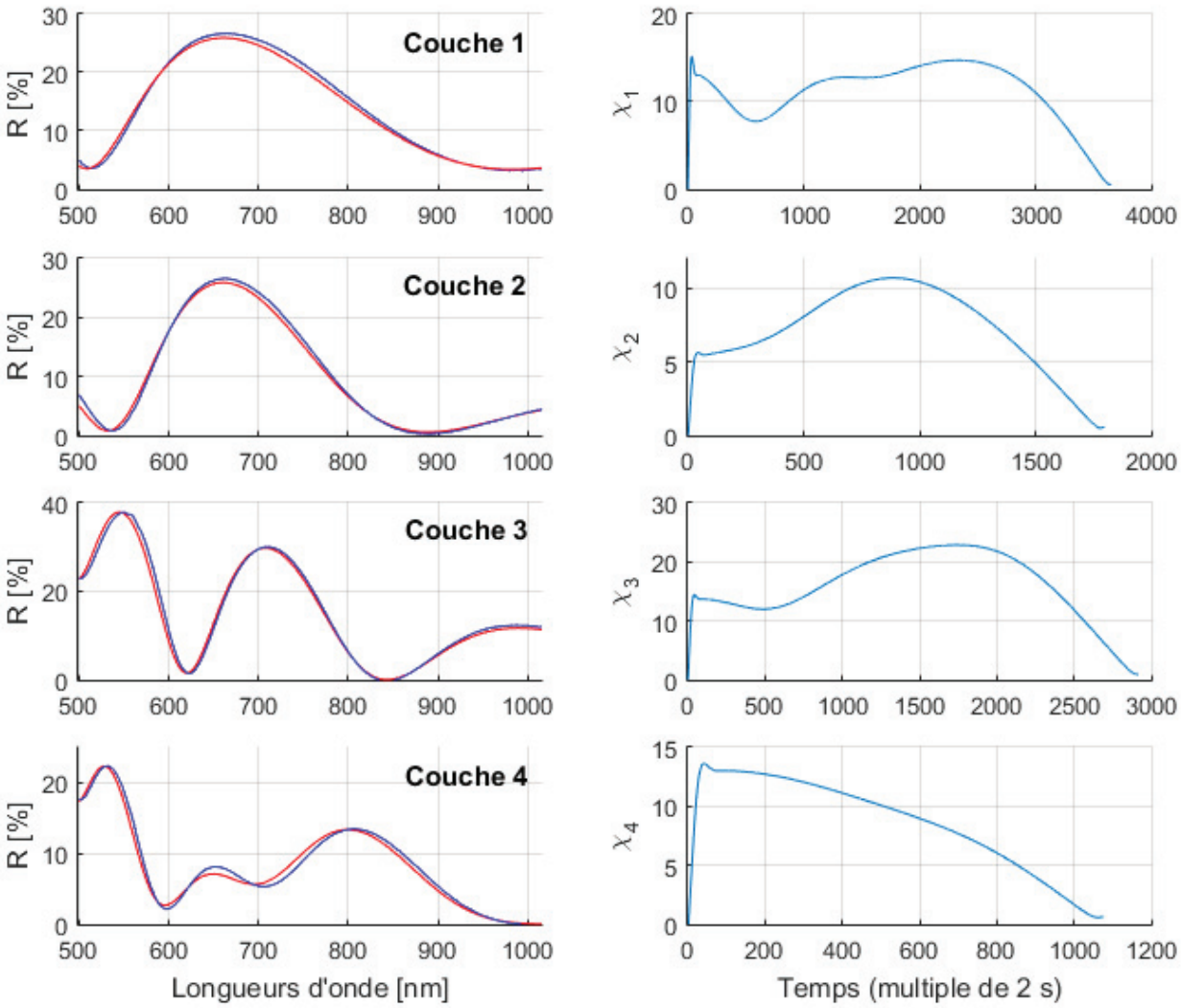


FIGURE 3.9 – Graphiques des données du 3e dépôt d'un AR 4 couches (C16084) sur substrat de silice Suprasil Heraeus. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés à 10° en réflexion et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche. Les quatre graphiques de droite sont les fonctions de mérite relevées durant le dépôt des chaque couche.

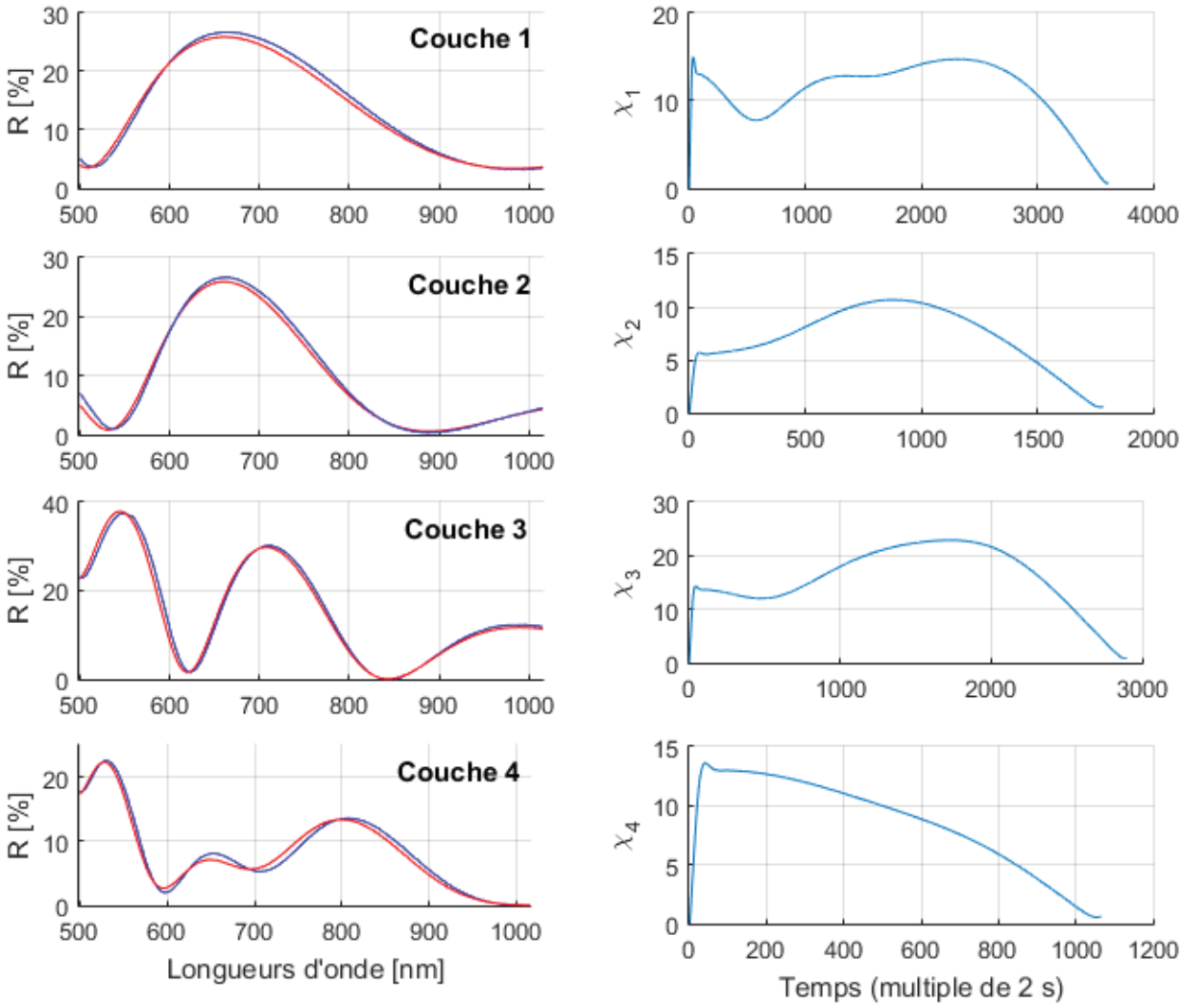


FIGURE 3.10 – Graphiques des données du dépôt d'un AR 4 couches (C16085) sur substrat de silice Suprasil Heraeus pour l'interféromètre gravitationnel AEI. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés à 10° en réflexion et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche. Les quatre graphiques de droite sont les fonctions de mérite relevées durant le dépôt des chaque couche.

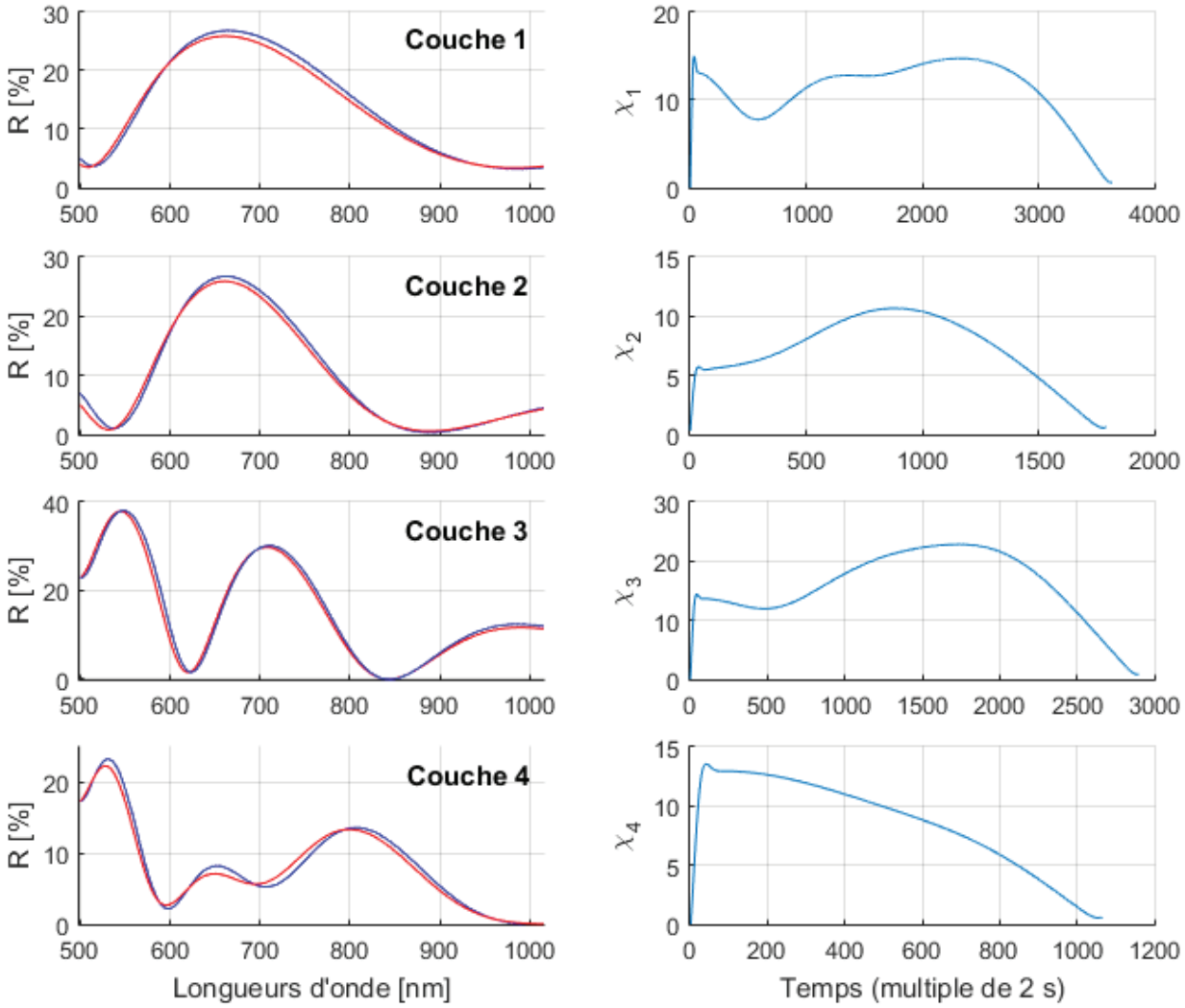


FIGURE 3.11 – Graphiques des données du dépôt d'un AR 4 couches (C16086) sur substrat de silice Suprasil Heraeus pour l'interféromètre gravitationnel AEI. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés à 10° en réflexion et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche. Les quatre graphiques de droite sont les fonctions de mérite relevées durant le dépôt des chaque couche.

Enfin, les derniers résultats de dépôts qui suivent (C16092 et C16093) concernent le traitement anti-reflets sur une face d'une optique de Kagra (Figure 3.12, à droite) dont les dimensions sont les suivantes : 250 mm de diamètre pour une épaisseur de 100 mm (pas de face arrière mesurée donc : voir chapitre 2, section 2.4.6).

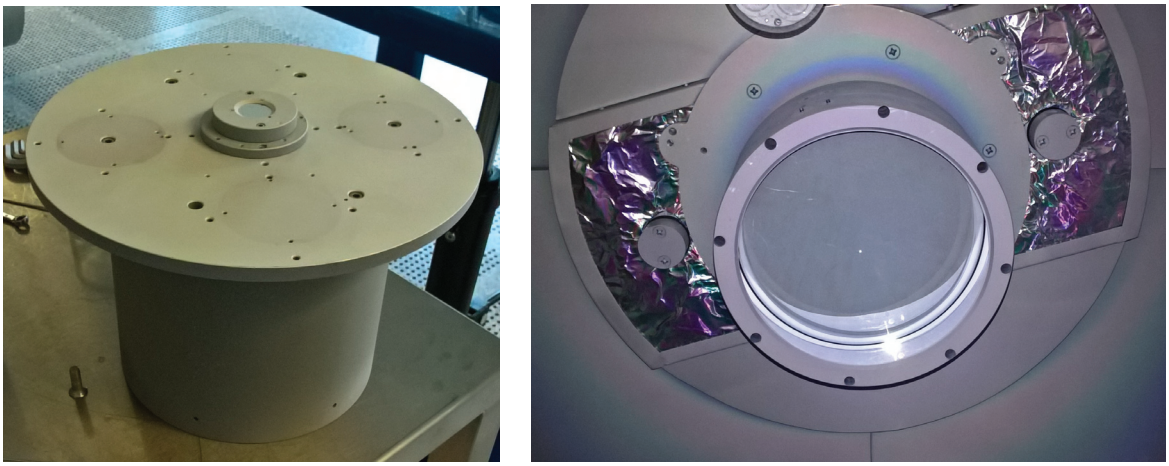


FIGURE 3.12 – A gauche, une photographie de l'entretoise sur laquelle le porte-substrats et le miroir de référence sont vissés. L'ensemble sert à placer la 1ère surface du miroir de référence dans le même plan que la 1ère surface de la pièce à traiter qui vient à sa place (image de droite). A droite, le Power Recycling Mirror (PRM) de Kagra, prêt pour le traitement anti-reflets (dépôt C16093) dans sa monture.

Cette fois, le dépôt est un peu différent car le contrôle s'effectuera directement sur la pièce optique à traiter. Sachant que le substrat (PRM) à traiter pour Kagra est précieux, un dépôt d'essai (C16092) a été réalisé sur un substrat de 1" de diamètre afin de s'assurer que rien n'avait bougé depuis le dernier dépôt contrôlé par le système optique. Les résultats de celui-ci sont visibles à la figure 3.15. Après recuit de l'échantillon test, on trouve une réflexion de 28 ppm (soit 0,0028 %) à 1064 nm. La consigne étant d'avoir une réflexion inférieure à 100 ppm (0,01 %), le test fût validé.

Étant donné les dimensions du PRM de Kagra (diamètre de 250 mm et d'une épaisseur de 100 mm), il fallait s'assurer qu'il y ait bien une bonne correspondance entre le flux mesuré sur le miroir de référence et sur la surface du PRM. Pour cela, il faut que la 1ère surface du miroir de référence soit dans le même plan que l'optique à mesurer ensuite. Afin d'arriver à cette correspondance, le miroir de référence a été mis sur un porte-substrats supporté par une entretoise [1] vissée sur la rotation (voir la photographie à la figure 3.12, à gauche). Sur les plans des deux ensembles, la 1ère surface des deux optiques sont exactement dans le même plan. Mais si l'on prend en compte les tolérances lors de la fabrication des pièces mécaniques, il faut s'attendre à une différence de placement de l'ordre du millimètre entre les deux.

1. Une entretoise est une pièce mécanique qui permet d'avancer le plan de dépôt d'une optique dans la machine en ajoutant une épaisseur supplémentaire à l'arrière de celle-ci.

Pour vérifier qu'il n'y a pas trop de différence entre le trajet optique du faisceau lumineux avec le miroir de référence sur son entretoise et le PRM dans sa monture, des séries de mesures de stabilité du flux lors d'un tour du porte-substrats ont été faites (comme aux figures 3.6, 3.7 et 3.8). Les résultats de ces séries de mesures sont visibles aux figures 3.13 et 3.14.

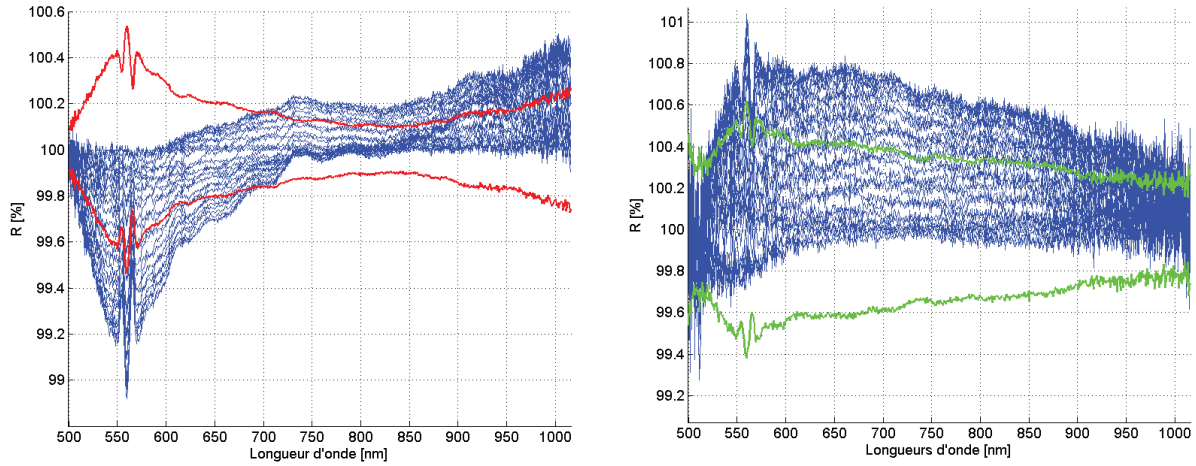


FIGURE 3.13 – Graphiques des séries de mesures du spectre calibré du miroir de référence (à gauche) et du substrat PRM (à droite) lors de la rotation du porte-substrats. Les courbes bleues sont les mesures, les courbes rouges sont les variations maximales, symétrisées et centrées sur 100 %, par longueur d'onde. Séries de mesures réalisées avant le dépôt C16092.

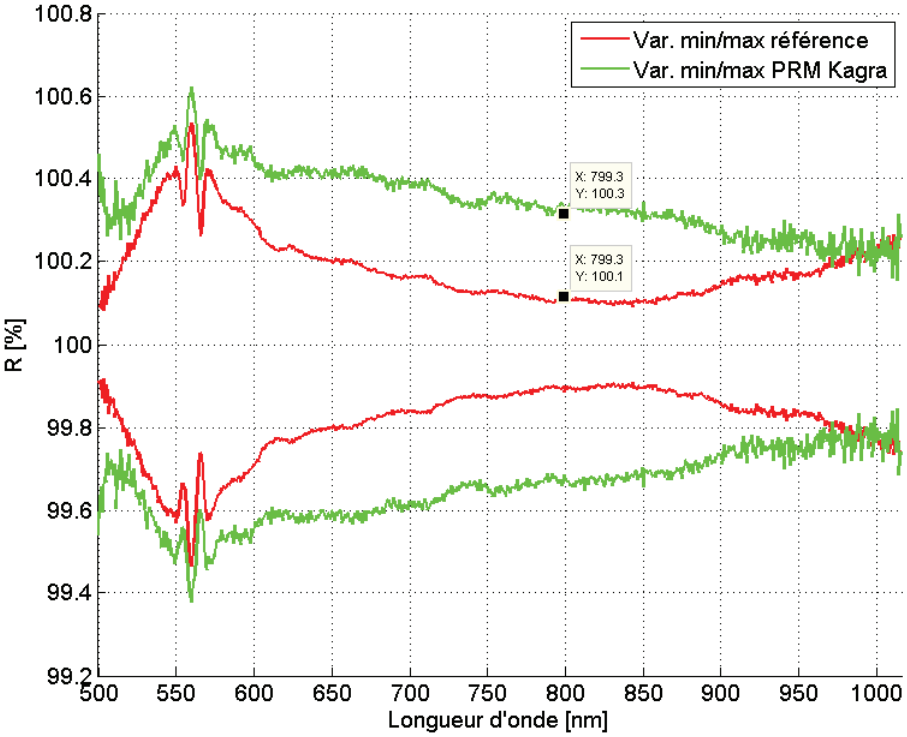


FIGURE 3.14 – Graphique comparatif des enveloppes vues à la figure 3.13

On voit sur la figure 3.14 que les niveaux de variations maximales de flux des deux séries de mesures sont du même ordre. Toutefois, il subsiste de légères différences entre les deux qui trahit le fait que les surfaces du miroir de référence et du PRM ne sont pas dans le même plan. Cela veut dire que pour le dépôt, il y aura une erreur de correspondance entre la référence prise sur le miroir d'argent et les mesures réalisées sur le PRM, mais néanmoins une erreur constante par longueur d'onde contrôlée.

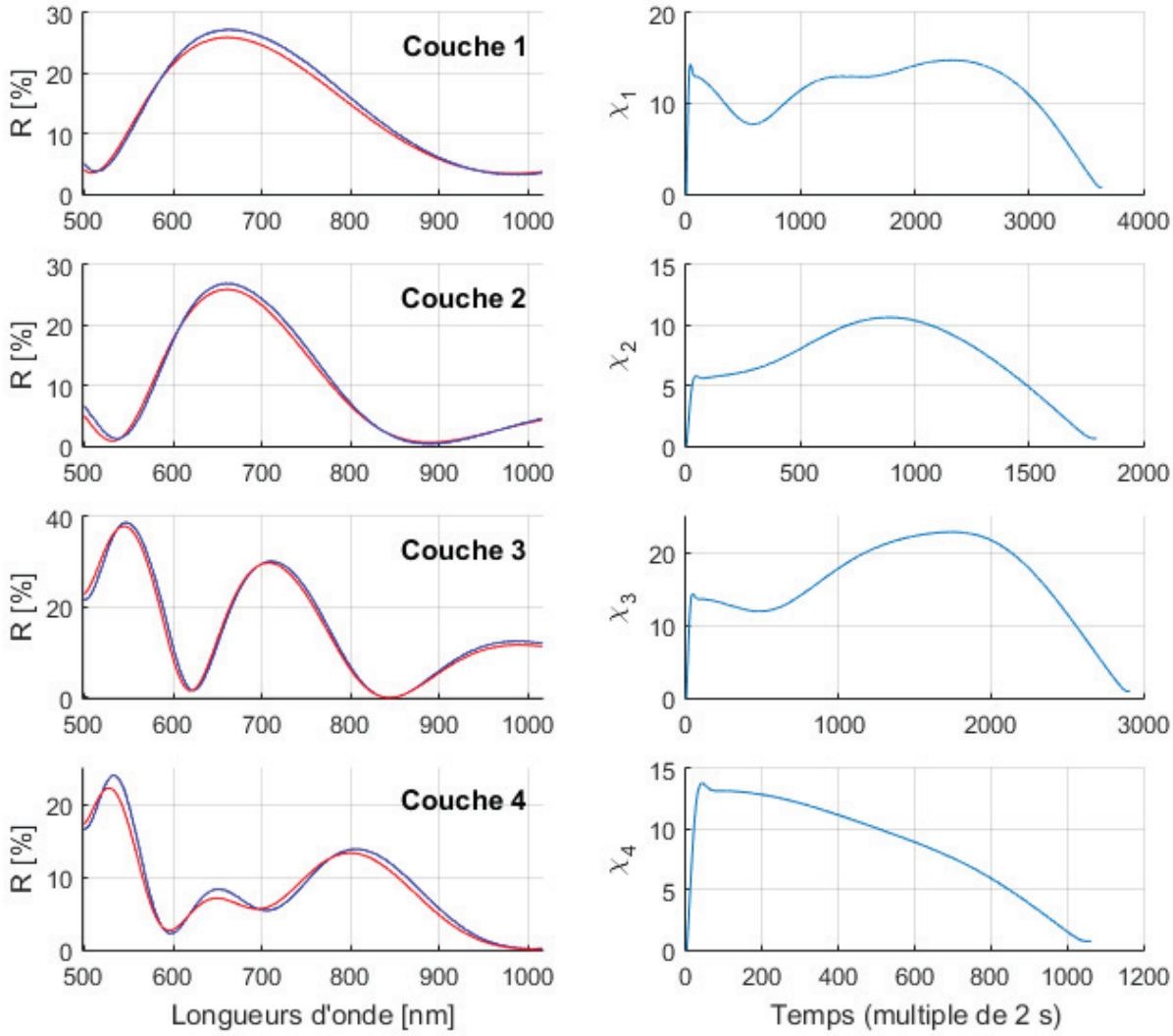


FIGURE 3.15 – Graphiques des données du dépôt d'un AR 4 couches (C16092) sur substrat de silice Suprasil Heraeus. Les quatre graphiques de gauche sont les spectres mesurés et calibrés in situ par le contrôle optique à chaque fin de couche. Les courbes bleues sont les mesures et les rouges sont les spectres théoriques de fin de couche. Les quatre graphiques de droite sont les fonctions de mérite relevées durant le dépôt des chaque couche.

C16084	
Couche N	Valeur de χ_i
1	0.556
2	0.501
3	0.94
4	0.575
R (à 1064 nm) : 12 ppm après recuit	

C16085	
Couche N	Valeur de χ_i
1	0.566
2	0.528
3	0.868
4	0.541
R (à 1064 nm) : 20 ppm après recuit	

C16086	
Couche N	Valeur de χ_i
1	0.589
2	0.564
3	0.829
4	0.545
R (à 1064 nm) : 46 ppm après recuit	

C16092	
Couche N	Valeur de χ_i
1	0.701
2	0.612
3	0.891
4	0.709
R (à 1064 nm) : 28 ppm après recuit	

C16093	
Couche N	Valeur de χ_i
1	1.370
2	1.420
3	1.942
4	1.667
R (à 1064 nm) : 14 ppm après recuit	

C16094	
Couche N	Valeur de χ_i
1	1.076
2	1.295
3	1.230
4	1.405
R (à 1064 nm) : 83 ppm après recuit	

TABLE 3.2 – Tableaux des valeurs de la fonction de mérite traitée auxquelles les couches des différents dépôts ont été arrêtées.

Observations et implications

Quelques observations peuvent être faites après ces résultats (en incluant ceux des dépôts C16058 et C16060) : premièrement on peut voir que le contrôle optique a permis de réaliser des anti-reflets dans la spécification demandée (R $<$ 100 ppm à 1064 nm) dans 100 % des cas sur huit dépôts. Ce qui montre que le contrôle optique peut aller là où le contrôle quartz ne peut pas. Les résultats sont même bien meilleurs que demandés avec des réflexions mesurées inférieures à 50 ppm dans 7 cas sur 8 (le dépôt C16094 n'ayant que 83 ppm de réflexion). L'atteinte de cette spécification de manière répétée est une bonne nouvelle étant donné qu'il s'agit d'une spécification d'anti-reflets qui deviendra certainement le nouveau standard à l'avenir.
La deuxième observation est que si l'on se focalise sur les données des cinq derniers dépôts à la table 3.2, on peut voir que les valeurs de la fonction de mérite à chaque fin de couche sont assez petites (inférieures à 1) et dénote donc d'un arrêt du contrôle optique de bonne qualité : on rappelle ici le calcul qui est fait durant le dépôt (voir section 2.6.3) :

$$\chi_i(t) = \sqrt{\frac{1}{L}\sum_{j=1}^{L}[R_{th}(\lambda_j).100 - R_{mes.}(\lambda_j).100]^2} \tag{3.2}$$

où :

— $\chi_i(t)$ est la fonction de mérite de la couche i à l'instant t.
— L est le nombre de longueurs d'ondes contrôlées.
— R_{th} est la réflexion théorique de l'empilement à la fin de couche i.
— $R_{mes.}$ est la réflexion mesurée de l'empilement à l'instant t.
— λ_j est la j^{me} longueur d'onde contrôlée.

Il s'agit donc pour les couches 1,2 et 4 du traitement anti-reflets, des arrêts lorsque la différence entre les spectre mesurés et théoriques est inférieure ou égale à 0,71 %. La troisième couche est un peu moins bonne en terme d'arrêt en se situant dans les trois cas entre 0,8 et 1 %. L'explication de cette différence sera discuté un peu plus loin.

La troisième observation de ces résultats est que si l'on regarde les valeurs des fonctions de mérite en fin de couche des dépôts, on peut s'apercevoir que les valeurs sont répétables d'un dépôt à l'autre. Ceci amène une observation et une supposition : on peut voir que le contrôle optique est très répétable d'un dépôt à l'autre et que finalement les différences notées dans la valeur finale (après recuit) de la réflexion proviennent des erreurs aléatoires dans les épaisseurs des couches qui ont été déposées. Par contre, le fait que l'on ait toujours la même valeur de la fonction de mérite pour une même couche des différents dépôts nous fait supposer qu'il y a une ou des sources d'erreurs systématiques dans le dépôt des empilements.

La source la plus évidente à la laquelle on peut penser est l'épaisseur de matière qui se dépose sur le substrat après que l'on ait donné le signal d'arrêt à cause de la vitesse finie de fermeture de l'écran de protection. Étant donné la vitesse de dépôt pour chaque matériau utilisé, on estime la sur-déposition à 0.65 nm et 0.32 nm pour les couches de SiO_2 et de Ta_2O_5 respectivement. L'algorithme de contrôle ne possède pas pour le moment de possibilité d'extrapolation du moment où arrêter le dépôt. Cela pourra changer avec l'introduction du traitement du signal tel que décrit à la section 2.6.4. Le fit polynomial pourra permettre d'extrapoler sur les derniers instants du dépôt d'une couche le temps restant avant de fermer l'écran pour éviter une sur-déposition.
Étant donné que les dépôts-tests qui sont présentés ici ont été réalisés avec le traitement du signal dans sa première version (filtre fréquentiel + lissage par spline cubique), il se peut que cette manière de faire introduise aussi une source d'erreur systématique supplémentaire due aux comportements erratiques du lissage observés à la section 2.6.3.
La dernière source d'erreur à laquelle on pourrait penser est la fréquence d'échantillonnage des mesures. Actuellement, les mesures spectrales sont réalisées toutes les 2 secondes et ceci afin d'éviter un bruit supplémentaire dans la courbe de la fonction de mérite. Mais, une fois arrivé à la fin du dépôt d'une couche, s'il n'existe pas dans l'algorithme de contrôle une procédure d'extrapolation du moment où arrêter le dépôt, alors il est possible que le point d'arrêt soit entre deux mesures du système de contrôle. Ceci induit naturellement

une sur-déposition de matière égale au temps séparant le point d'arrêt où on aurait dû s'arrêter du dernier point de mesure, multiplié par la vitesse de dépôt. Dans notre cas, au vu de la très faible vitesse de dépôt pour les deux matériaux, cette erreur, bien que présente, doit être assez faible : de l'ordre de quelques fractions d'Angströms.

Pour en revenir à la raison pour laquelle la troisième couche de l'empilement est systématiquement moins bonne en terme d'arrêt de dépôt, on se propose ici de réaliser le calcul de la sensibilité à l'erreur d'épaisseur de matière déposée pour chaque couche de l'empilement.
Pour cela, on applique successivement une erreur arbitraire (mais toujours la même, de 0,5 nm dans notre cas) de sur-déposition aux différentes couches et en réalisant à chaque fois la fonction de mérite entre le spectre calculé à partir du design avec erreur et celui sans erreur. On relève alors les différentes valeurs des fonctions de mérite et on normalise les valeurs par rapport à la plus élevée. Ce qui donne la figure 3.16.

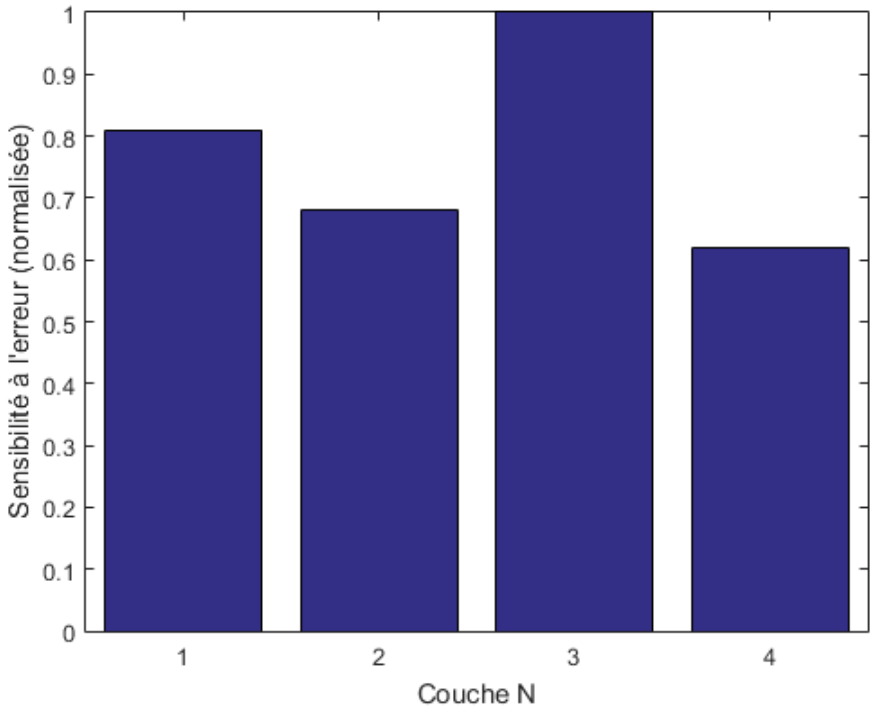


FIGURE 3.16 – Graphique de la sensibilité normalisée à l'erreur d'épaisseur pour chaque couche de l'empilement anti-reflets.

On voit que les couches 1, 2 et 4 sont du même tenant concernant la modification du spectre, bien que la première couche soit la plus sensible des trois et se détache un peu plus des autres. Mais la troisième couche est clairement la plus sensible à une erreur de dépôt et ceci se vérifie à tous les dépôts. Maintenant, si on regarde le graphique de la figure 3.17 qui reprend les valeurs montrées dans le tableau 3.2, on peut voir une grande similitude avec les sensibilités calculées à la figure 3.16.

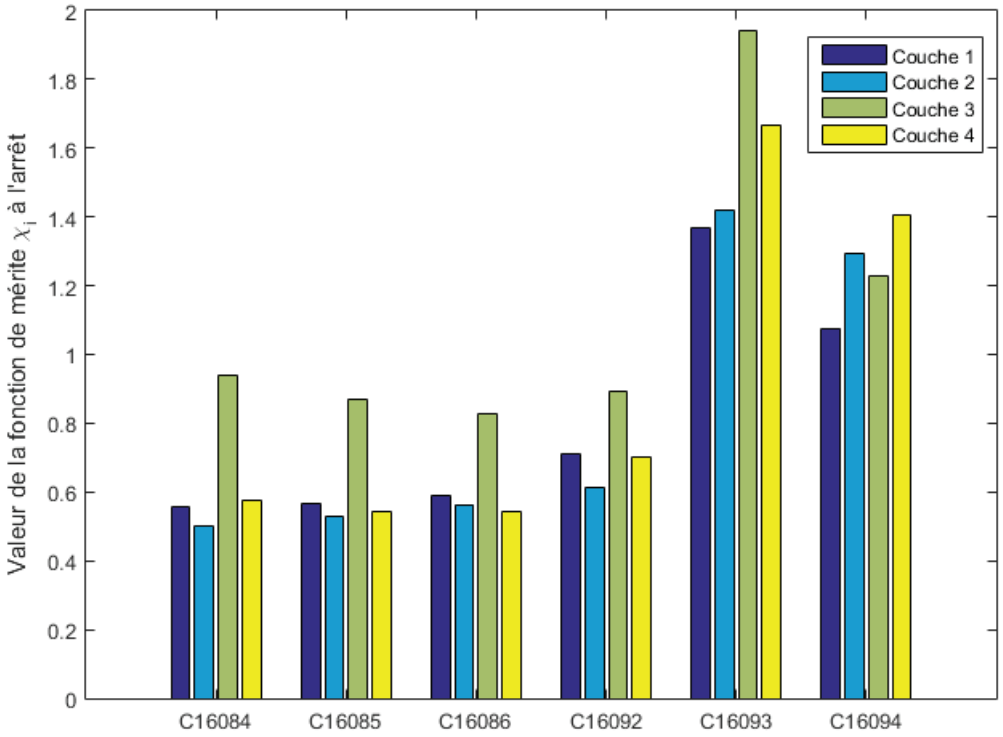


FIGURE 3.17 – Graphique des valeurs des fonctions de mérite à chaque fin de couche pour les dépôts C16084, C16085, C16086, C16092, C16093 et C16094 tels que présentées au tableau 3.2.

Les valeurs des fonctions de mérite des couches 1, 2 et 4 sont sensiblement les mêmes, dépôt par dépôt. Et de même que le graphique de la sensibilité du design aux erreurs de dépôt, on peut voir qu'à chaque fois, l'effet d'une erreur sur l'épaisseur de la troisième couche a un impact beaucoup plus grand sur la valeur d'arrêt de la fonction de mérite.
Pour les deux derniers dépôts, les valeurs de fonctions de mérite à l'arrêt ne sont pas bonnes. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'on a pas été exactement dans le même plan entre la prise de référence à 100 % et la mesure sur le substrat à traiter (d'épaisseur de 100 mm). Cette différence de chemin optique a certainement créé un offset pour chaque longueur d'onde en fonction du couplage de lumière un peu différent dans les deux cas. Néanmoins, cet offset est resté constant durant les dépôts, étant imprimé dans la calibration.

Maintenant, ce calcul des sensibilités aux erreurs couche par couche, ne tient pas compte des erreurs accumulées. On a donc poussé un peu plus loin l'analyse et des simulations de dépôt de cet empilement contrôlés optiquement par fonction de mérite ont été réalisées. Les paramètres de la série de simulations qui sont identiques à ceux qui ont été utilisés ou observés durant les dépôts réels sont :

— La vitesse de dépôt pour chaque matériau.
— Les indices de réfraction de chaque matériau.

— Le bruit dans le signal mesuré.
— Le temps entre deux mesures successives (2 s).
— Le design d'empilement.
— L'algorithme de contrôle (fonction de mérite).
— Le traitement du signal.

A ces paramètres, il faut ajouter l'épaisseur sur-déposée de matière qui a été estimée (fermeture de l'écran en fin de couche) et qui a été ajoutée à la fin des différentes couches simulées. La seule différence avec les mesures réelles est que la précession du faisceau lumineux et donc la variation du signal en résultant n'a pas été simulée.
Les simulations de dépôt avec contrôle optique sont assez lourdes en terme de calcul : seulement 200 simulations ont été réalisées (à comparer aux 5000 simulations quartz en début de chapitre). A chaque simulation, on relève la valeur de la fonction de mérite à laquelle le signal d'arrêt a été donné et on mémorise toutes les données dans un tableau. On réalise ensuite la moyenne des valeurs de la fonction de mérite couche par couche. Le résultat est visible ci-après :

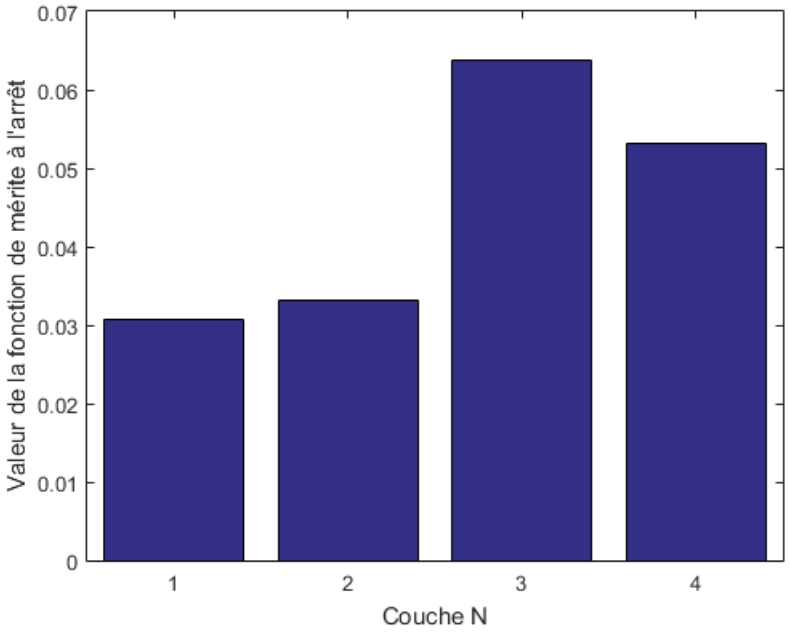


FIGURE 3.18 – Graphique des valeurs moyennes de fonction de mérite simulées auxquelles les différentes couches de l'empilement anti-reflets se sont arrêtées.

La figure 3.18 semble proche en allure des résultats présentés à la figure 3.17. La simulation donne donc un bon résultat assez proche de la réalité. Néanmoins, les niveaux des fonctions de mérite à chaque couche ne sont pas aussi hauts que ceux mesurés. Cela peut venir de la modélisation et du traitement de la variation du signal dû à la précession du faisceau lumineux. Ou encore de problèmes venant des prises de mesures lors de la calibration qui n'est pas non plus modélisée. L'allure générale du graphique 3.18 semble un peu différente

de celle du graphique 3.16 avec néanmoins une similitude sur le comportement à l'erreur de dépôt à la troisième couche.
Il reste que l'on peut tirer une information de ce résultat : mais avant, un autre résultat doit être montré pour comprendre un effet.

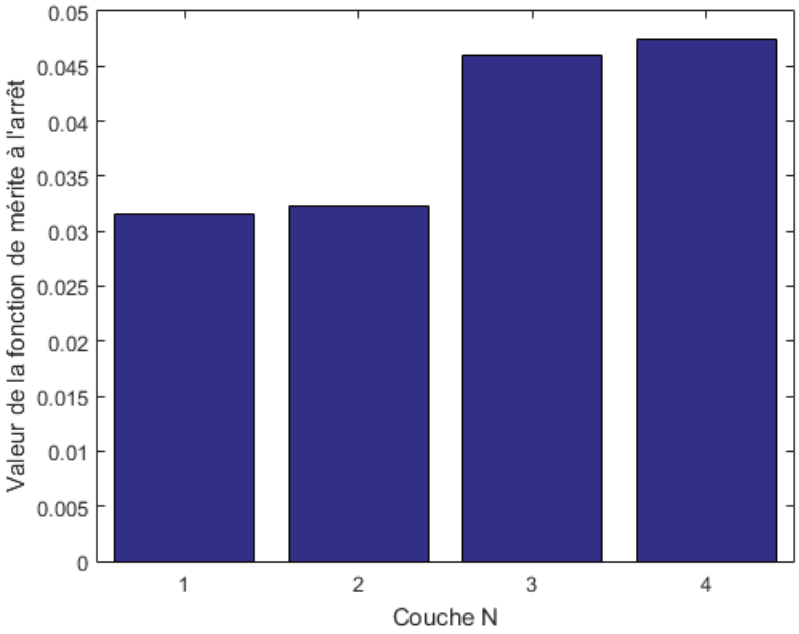


FIGURE 3.19 – Graphique des valeurs moyennes de fonction de mérite simulées auxquelles les différentes couches de l'empilement anti-reflets se sont arrêtées. Simulation faite sans les erreurs systématiques de sur-déposition.

On voit à la figure 3.19 le résultat des mêmes simulations qui ont été menées que pour la figure 3.18 mais sans l'adjonction d'erreur de dépôt (sur-déposition à chaque couche). On voit que le résultat ne colle pas à ce qui est vu pour les dépôts réels. La comparaison de ces deux résultats nous dit que l'effet de compensation automatique du contrôle optique avec l'erreur systématique de dépôt à chaque couche sont certainement responsables de l'allure du graphique de la figure 3.18. Une amélioration immédiate du contrôle serait d'extrapoler le moment où arrêter le dépôt à l'aide de la nouvelle technique de traitement du signal présentée à la fin du chapitre 2.

Enfin, pour finir voici les spectres mesurés *in situ* en fin des dépôts qui ont été présentés dans ce chapitre :

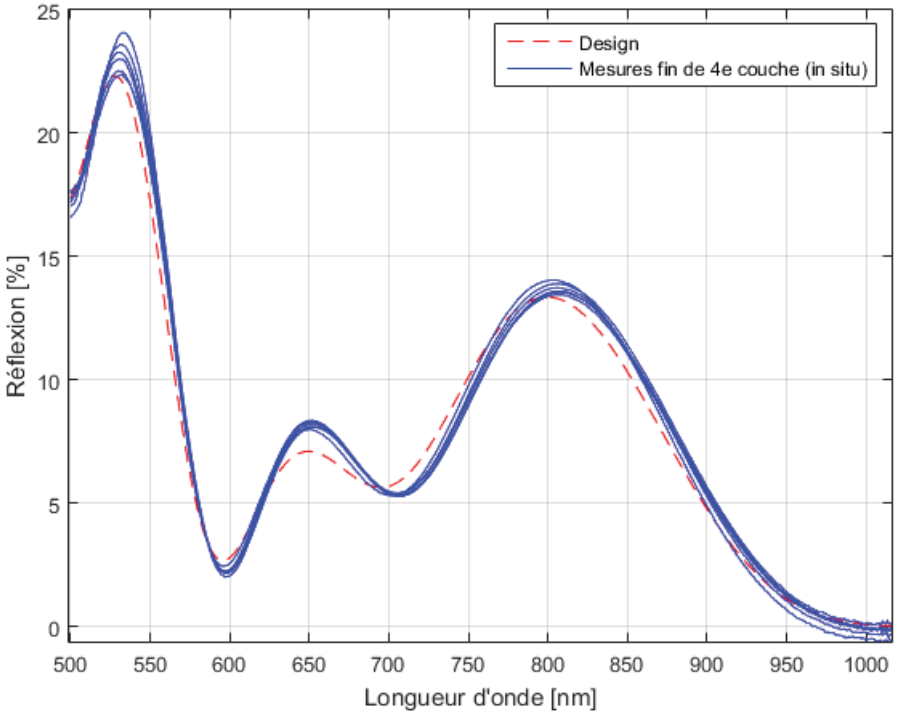


FIGURE 3.20 – Graphique des spectres mesurés à l'aide du contrôle optique à chaque fin de dépôt (C16058/60/84/85/86/92). Les courbes bleues sont les spectres mesurés *in situ*. La courbe en pointillé rouge est le spectre nominal.

La figure 3.20 montre deux choses : les spectres mesurés en fin de chaque dépôt sont très proches les uns des autres, cela confirme ce qui a été vu juste avant à savoir que les dépôts sont répétables d'un run à un autre. L'autre information est que systématiquement, on a une déformation du spectre et ce toujours de la même façon. On a clairement ici l'exemple de dépôts qui sont affectés d'une erreur systématique : sur-déposition lié à la vitesse de fermeture de l'écran couplé à la compensation naturelle des erreurs d'épaisseur par l'algorithme de la fonction de mérite.
Une troisième chose à remarquer est la dispersion des courbes aux différentes longueurs d'onde. On pourrait penser à des erreurs aléatoires dans le processus de contrôle (qui existent toujours et qui sont présentes ici aussi) mais il s'agit principalement du flux qui varie avec le précession du faisceau. A l'instant t de mesure, le flux n'est pas exactement le même qu'à l'instant $t + \epsilon$. La figure 3.20 n'est constituée que de clichés instantanés de spectres pris à la fin de chaque dépôt. Les spectres ont donc pu être pris à n'importe quel moment de la variation mesurée auparavant sur un tour du porte-substrats (voir Figures 3.6, 3.7, 3.8 et 3.13).

Conclusion générale

Durant ces travaux de thèse, un contrôle optique large-bande de dépôts d'empilements de couches minces optiques a été conçu, optimisé, monté et testé. Ce que ces travaux apportent au laboratoire, c'est une nouvelle manière, plus précise que ce qui a été utilisé jusqu'à maintenant (le contrôle par lame de quartz) de contrôler les dépôts réalisés dans la machine "phare". La capacité du contrôle optique à compenser automatiquement les erreurs de dépôt d'une couche à l'autre permet d'avoir des chances de succès d'un dépôt nettement meilleures.
Même si des améliorations restent à faire sur le système telles quelles ont été décrites dans la conclusion du Chapitre 2, le système de contrôle a montré sa capacité à produire des traitements optiques de surface meilleurs que les performances attendues et surtout de manière répétable : tous les dépôts testés ont passé le critère de réflexion inférieure à 100 ppm et 7 sur 8 ont même eu de très bons résultats avec une réflexion inférieure à 50 ppm. Le choix de s'être focalisé sur un contrôle basé sur la fonction de mérite venait des problèmes initiaux de tenue mécanique qui engendraient des pertes de lumière dû à un mauvais couplage du faisceau réfléchi dans la fibre optique de collection. L'algorithme de contrôle par fonction de mérite couplé au traitement du signal venant après a permis de compenser les instabilités optiques et de produire des dépôts de qualité.

Depuis assez longtemps maintenant, le domaine du contrôle de dépôt de couches minces optiques a fait l'objet de recherches et de développements. Ceci afin de garantir des empilements qui soient les plus conformes possibles au design initial. Ce que ces travaux de thèse apportent à ce domaine des couches minces porte sur toute la procédure et le calcul théorique de la calibration du signal mesuré à chaque instant lors d'un dépôt. Le fait que la rotation soit sur la porte nous a obligé à utiliser cette calibration afin de corriger la déviation du faisceau due à la déformation du bâti lors de sa mise sous vide. Les contraintes d'espace très fortes qui sont propres à la machine utilisée nous ont aussi obligés à installer les optiques à l'intérieur de la machine là où habituellement, on met le système de mesure à l'extérieur à cause de la température qui déformerait le système optique et du nuage de matière qui se déposerait sur les optiques. Les mesures n'ont aussi pu se faire qu'en réflexion car la machine n'a pas été conçue pour faciliter l'utilisation d'un contrôle optique. Dans un premier temps, les instabilités mécaniques qui créent la précession du faisceau réfléchi ont posé souci. Mais avec un réglage de plus en plus poussé du système optique dans la machine on est passé d'une mesure sur un témoin installé dans un montage avec compensation du faux-rond au cas le plus optimal que l'on puisse avoir pour un contrôle optique : des mesures directes sur des pièces optiques de grandes dimensions à traiter.
Là aussi, le travail fait durant cette thèse se démarque quelque peu des autres cas d'installation d'un tel système : on réalise à l'envie des mesures sur un substrat témoin dans le cas de nombreux autres petits substrats à traiter simultanément ou directement sur une grande pièce optique quand elle se présente. C'est là tout l'intérêt du système mis en place : il permet de suivre en direct l'évolution de l'empilement au cours du temps

directement sur la pièce d'intérêt là où dans la très grande majorité des cas, les autres systèmes optiques visent plutôt un substrat témoin. Cela s'apparente alors à un contrôle indirect et pose la question de la correspondance entre ce qui s'est déposé sur le témoin et sur les "vraies" pièces. Néanmoins dans certains cas, cela peut s'avérer utile, notamment pour le dépôt de designs sensibles dont le spectre à certaines couches évolue très rapidement. On utilise alors plusieurs témoins que l'on change durant le dépôt afin de couper cette sensibilité. Le contrôle s'apparente alors au contrôle de différents empilements qui combinés donnent le design final.

Pour les perspectives liées au développement de ce système de contrôle, certains aspects ont été abordés dans la conclusion du chapitre 2. Le contrôle optique tel qu'il est maintenant ne demande qu'à s'améliorer en qualité et en ergonomie. Mais cela nécessite de réaliser des dépôts tests dans la machine qui lui est liée afin d'avoir des données statistiques pour en tirer des tendances de comportement. Comme cela a été dit auparavant, cette machine est très occupée et le temps pour des tests est très restreint. Cela met donc en avant l'intérêt de compléter le contrôle *in situ* des dépôts avec une stratégie d'optimisation du système en amont : le Computational Manufacturing Experiments (CME). Comme on l'a vu, certaines caractéristiques du comportement du système optique qui est installé ont pu être décortiquées. Plus précisément, on en connaît les imperfections qui ont été quantifiées comme par exemple, les oscillations du signal lors de la rotation du porte-substrats, dont on connaît maintenant la période et l'amplitude, mais aussi le bruit dans le signal avec les moyennes et écarts-type des coefficients multiplicatifs et additifs du signal, α et β. On pourrait même pousser jusqu'à reproduire toute la procédure de calibration (du moins les résultats des mesures). Ces données peuvent être utilisées afin d'améliorer le programme de simulation qui a été esquissé (et qui a donné les résultats divers de simulation de dépôt aux chapitres 2 et 3) en ajoutant entre autres la variation du signal modélisé d'après les données réelles. De cette manière, la simulation de dépôt serait plus proche de la réalité et permettrait de produire des estimations de chances de succès plus justes du dépôt d'un empilement précis. En faisant varier les paramètres du contrôle et voyant l'effet de ceux-ci sur le taux de réussite, il serait possible d'optimiser le contrôle pour chaque dépôt sans avoir à faire de nombreux dépôts d'essai. On rentrerait alors dans un cercle vertueux où les données de chaque dépôt réel viendraient en fin de compte renforcer et affiner le modèle simulé qui a son tour rendrait plus fiable le contrôle des dépôts.

Bibliographie

[1] B. Podgornik and J. Vizintin. *Tribology in thin films and their use in the field of machine elements. Vacuum, Elsevier*, 68(-) :39 – 47, 2002.

[2] H. Krol and al. *IRDIS Filters : from design to qualification. Advances in Optical Thin Films IV, SPIE*, 8168(-) :81680X–1 – 81680X–10, 2011.

[3] M. Lappchies, U. Schallenberg, and S. Jakobs. *Exclusive examples of high-performance thin-film optical filters for fluorescence spectroscopy made by plasma-assisted reactive magnetron sputtering. Advances in Optical Thin Films IV, SPIE*, 8168(-) :81680Y–1 – 81680Y–8, 2011.

[4] F. Beauville and al. *Low loss coatings for the VIRGO large mirrors. Optical System Designs, SPIE*, 5250(-) :483–492, 2003.

[5] Virgo. Virgo, 2016. http ://www.virgo-gw.eu. Site internet dernierement visite le 22-09-2016.

[6] F. Acernese et al. *Advanced Virgo : a second-generation interferometric gravitational wave detector. Classical and Quantum Gravity*, 32(2) :024001, 2015.

[7] Ligo. Ligo laser interferometer gravitational-wave observatory, 2016. https ://www.ligo.caltech.edu. Site internet dernierement visite le 23-09-2016.

[8] B. P. Abbott et al. *LIGO : the Laser Interferometer Gravitational-Wave Observatory. Reports on Progress in Physics*, 72(7) :076901, 2009.

[9] B. Sassolas and al. *Anti-reflective coating correction for ultra-low-reflectance large optics. Optical System Designs, SPIE*, 9627(68) :9627V1–9627V6, 2015.

[10] Li Li and Y. Yen. *Wideband monitoring and measuring system for optical coatings. Applied Optics*, 28(14) :2889–2894, 1989.

[11] D. Ristau, H. Ehlers, T. Gross, and M. Lappschies. *Optical broadband monitoring of conventional and ion processes. Applied Optics*, 45(7) :1495–1501, 2006.

[12] B. Badoil. Controle spectrophotometrique large bande de filtres interferentiels en cours de depot. PhD thesis, Universite Paul Cezanne, Aix Marseille III, 2007.

[13] D. Stojcevski. *Developpement d'un controle optique multicritere : Application a la determination d'indice in situ*, 2016.

[14] P. Aubreton. *Simulation par la methode Monte Carlo des phenomenes physiques intervenant dans l'elaboration de films realises par co-evaporation par faisceaux d'electrons*, 2005.

[15] O. Stenzel. *Optical coatings : Material aspects in theory and practice*. 2014.

[16] H. Windischmann. *Intrisic stress in sputter-deposited thin films. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 17(6) :547–596, 1992.

[17] G. Z. Sauerbrey. *The use of quartz oscillators for weighting thin layers and microweighting. Z. Phys.*, 155(206) :–, 1959 (en Allemand).

[18] A. Wajid. *On the accuracy of the quartz-crystal microbalance (QCM) in thin-film depositions. Sensors and Actuators A*, 63(-) :41–46, 1997.

[19] C. Lu and A. W. Czanderna. *Methods and Phenomena 7 : Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalance*. 1984.

[20] H. A. Macleod. *Monitoring of optical coatings. Applied Optics*, 20(1) :82–89, 1981.

[21] H. A. Macleod. *Thin-Film Optical Filters : Fourth Edition*. 2010.

[22] A. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, and T. V. Amotchkina. *Investigation of the effect of accumulation of thickness errors in optical coating production by broadband optical monitoring. Applied Optics*, 45(27) :7026–7034, 2006.

[23] H. Ehlers, S. Schlichting, C. Schmitz, and D. Ristau. *Adaptive manufacturing of high-precision optics based on virtual deposition and hybrid process control techniques. Chinese Optics Letters*, 8(Supplement) :62–66, 2010.

[24] S. Wilbrandt, N. Kaiser, and O. Stenzel. *In-situ broadband monitoring of heterogeneous optical coatings. Thin Solid Films*, 502(-) :153–157, 2006.

[25] A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, Brian T. Sullivan, and J. A. Dobrowolski. *Influence of small inhomogeneities on the spectral characteristics of single thin films. Applied Optics*, 36(28) :7188–7198, 1997.

[26] A. Tikhonravov et *al.* *Effect of systematic errors in spectral photometric data on the accuracy of determination of optical parameters of dielectric thin films. Applied Optics*, 41(13) :2555–2560, 2002.

[27] R. R. Willey. *Monitoring error compensation in general optical coatings. Applied Optics*, 48(22) :4475–4482, 2009.

[28] A. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, and T. V. Amotchkina. *Investigation of the error self-compensation effect associated with broadband optical monitoring. Applied Optics*, 50(9) :C111–C116, 2011.

[29] C.-C. Lee, C.-C. Kuo, and S.-H. Chen. *Improvement of the optical coating process by cutting layers with sensitive monitor wavelengths. Optics Express*, 13(13) :4854–4861, 2005.

[30] C.-C. Lee and Y.-J. Chen. *Multilayer coatings monitoring using admittance diagram. Optics Express*, 16(9) :6119–6124, 2008.

[31] C.-C. Lee, K. Wu, and M.-Y. Ho. *Reflection coefficient monitoring for optical interference coating depositions. Optics Letters*, 38(8) :1325–1327, 2013.

[32] B. J. Chun and C. K. Hwangbo. *Optical monitoring of nonquarterwave layers of dielectric multilayer filters using optical admittance*. *Optics Express*, 14(6) :2473–2480, 2006.

[33] C. C. Lee K. Wu and T. L. Ni. *Advanced broadband monitoring for thin film deposition through equivalent optical admittance loci observation*. *Optics Express*, 20(4) :3883–3889, 2012.

[34] A. Billard and F. Perry. *Pulverisation cathodique magnetron*. *Techniques de l'ingenieur*, ref. M1654(-) :M1 654–1 – M1 654–17, 2005.

[35] T. Bellmonte. *Depots chimiques a partir d'une phase gazeuse*. *Techniques de l'ingenieur*, ref. M1660(-) :M1 660v2–1 – M1 660v2–12, 2005.

[36] F. Bernoux et *al.* *Ellipsometrie - Theorie*. *Techniques de l'ingenieur*, ref. R6490(-) :R6 490–1 – R6 490–11, 2003.

[37] M. Kildemo, P. Bulkin, B. Drevillon, and O. Hunderi. *Real-time control by multiwavelength ellipsometry of plasma-deposited multilayers on glass by use of an incoherent-reflection model*. *Applied Optics*, 36(25) :6352–6359, 1997.

[38] B. Vidal, A. Fornier, and E. Pelletier. *Optical monitoring of nonquarterwave multilayer filters*. *Applied Optics*, 17(7) :1038–1047, 1978.

[39] C. Grezes-Besset, F. Chazallet, G. Albrand, and E. Pelletier. *Synthesis and research of the optimum conditions for the optical monitoring of non-quarter-wave multilayers*. *Applied Optics*, 32(28) :5612–5618, 1993.

[40] B. Badoil, F. Lemarchand, M. Cathelinaud, and M. Lequime. *Interest of broadband optical monitoring for thin-film filter manufacturing*. *Applied Optics*, 46(20) :4294–4303, 2007.

[41] L. Pinard and al. *The mirrors used in the LIGO interferometers for the first-time detection of gravitational waves*. *OSA Technical Digest, OIC*, (MB.3) :–, 2016.

[42] B. P. Abbott and al. *Observation of gravitational waves from a binary black hole merger*. *Physical review letters*, 061102(116) :061102–1 – 061102–16, 2016.

[43] B. Sassolas et *al.* *Mitigation of the spiral pattern induced by the planetary motion*. In *Optical Interference Coatings 2016*, page MB.6. Optical Society of America, 2016.

[44] ZEMAX LLC. Zemax, 2016. http ://www.zemax.com/. Site internet dernierement visite le 18-08-2016.

[45] Z. Knittl. *Optics of Thin Films*. 1976.

[46] M. Kubinyi, N. BenkÃű, A. Grofcsik, and W. J. Jones. *Determination of the thickness and optical constants of thin films from transmission spectra*. *Thin Solid Films*, 286(-) :164–169, 1996.

[47] D. B. Kushev and N. N. Zheleva. *A new method for the determination of the thickness, the optical constants and the relaxation time of weakly absorbing semiconducting thin films*. *Infrared Phys.*, 26(6) :385–393, 1986.

[48] D. A. Minkov. *Calculation of the optical constants of a thin layer upon a transparent substrate from the reflection spectrum. J. Phys D : Appl. Phys.*, 22(-) :1157–1161, 1989.

[49] D. A. Minkov. *Computation of the optical constants of a thin dielectric layer on a transmitting substrate from the reflection spectrum at inclined incidence of light. J. Opt. Soc. Am. A*, 8(2) :306–310, 1991.

[50] B. Sassolas. *Etude et realisation d'empilements multicouches sur des optiques aspheriques de grandes dimensions pour des applications en lithographie Extreme U.V*, 2008.

[51] L. Gao, F. Lemarchand, and M. Lequime. *Comparison of different dispersion models for single layer optical thin film index determination. Thin Solid Films*, 520(-) :501–509, 2011.

[52] D. Ristau. *Optical broadband monitoring in optical thin film production : Present state and Trends. 10th Optilayer-Workshop on Advanced Topics in Optical Thin films, Hannover*, -(27) :–, 2007.

[53] D. Ristau, H. Ehlers, S. Schlichting, and M. Lappschies. *State of the art in deterministic production of optical thin films. Proceedings of SPIE*, 7101(71010C) :71010C–1–71010C–14, 2008.

[54] T. V. Amotchkina, M. K. Trubetskov, V. Pervak, and A. Tikhonravov. *Design, production, and reverse engineering of two-octave antireflection coatings. Applied Optics*, 50(35) :6468–6475, 2011.

[55] T. V. Amotchkina and *al.* *Computational manufacturing as a key element in the design-production chain for modern multilayer coatings. Applied Optics*, 51(31) :7604–7615, 2012.

[56] T. V. Amotchkina, S. Schlichting, H. Ehlers, M. K. Trubetskov, A. V. Tikhonravov, and Detlev Ristau. *Computational manufacturing as a tool for the selection of the most manufacturable design. Applied Optics*, 51(36) :8677–8686, 2012.

[57] K. Friedrich, S. Willbrandt, O. Stenzel, N. Kaiser, and K. H. Hoffmann. *Computational manufacturing of optical interference coatings : method, simulation results, and comparison with experiment. Applied Optics*, 49(16) :3150–3162, 2010.

[58] A. Tikhonravov et M. K. Trubetskov. *Computational manufacturing as a bridge between design and production. Applied Optics*, 44(32) :6877–6884, 2005.

[59] A. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, T. V. Amotchkina, and V. Pervak. *Estimations of production yields for selection of a practical optimal optical coating design. Applied Optics*, 50(9) :C141–C147, 2011.

[60] Max-Planck-Institut fur Gravitationphysik (Albert-Einstein-Institut). Aei 10m prototype, 2016. http ://10m-prototype.aei.uni-hannover.de/. Site internet dernierement visite le 02-09-2016.

[61] GEO600. Geo600 gravitational wave detector, 2016. http ://www.geo600.org/. Site internet dernierement visite le 02-09-2016.

[62] Kagra. Large-scale cryogenic gravitational wave telescope project, 2016. http ://gwcenter.icrr.u-tokyo.ac.jp/en/. Site internet dernierement visite le 13-09-2016.