



HAL
open science

Conception d'un interféromètre large bande spectrale pour la métrologie et l'imagerie de phase sur sources synchrotron

Antoine Montaux-Lambert

► **To cite this version:**

Antoine Montaux-Lambert. Conception d'un interféromètre large bande spectrale pour la métrologie et l'imagerie de phase sur sources synchrotron. Optique [physics.optics]. Université Paris Saclay (COmUE), 2017. Français. NNT : 2017SACLS042 . tel-01523982

HAL Id: tel-01523982

<https://theses.hal.science/tel-01523982v1>

Submitted on 17 May 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.

NNT : 2017SACLS042

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PARIS-SACLAY
PRÉPARÉE À L'UNIVERSITÉ PARIS-SUD

École doctorale n°572
École Doctorale Ondes et Matières
Spécialité de doctorat : Optique et Photonique
par

M. ANTOINE MONTAUX-LAMBERT

Conception d'un interféromètre large bande spectrale pour la métrologie
et l'imagerie de phase sur sources synchrotron

Thèse présentée et soutenue au Synchrotron SOLEIL, le 20 février 2017.

Composition du Jury :

Pr. PASCAL PICART	Directeur de Recherche CNRS ENSIM, Université du Maine	(Président du jury)
Dr. FRANCK DELMOTTE	Directeur de Recherche CNRS Institut d'Optique Graduate School	(Examinateur)
Dr. SHAÏMA ENOUZ-VEDRENNE	Ingénieur de Recherche Thales R&T	(Examinatrice)
Pr. ALBERTO BRAVIN	Responsable de la Ligne ID17 ESRF	(Rapporteur)
Pr. SERGE MONNERET	Directeur de Recherche CNRS Institut Fresnel	(Rapporteur)
Dr. JÉRÔME PRIMOT	Directeur de Recherche ONERA ONERA	(Directeur de thèse)
Dr. PASCAL MERCÈRE	Responsable de la Ligne Métrologie SOLEIL	(Encadrant de thèse)

Titre : Conception d'un interféromètre large bande spectrale pour la métrologie et l'imagerie de phase sur sources synchrotron

Keywords : Physique, Optique, Interférométrie, Métrologie, Imagerie de Phase, Rayons X

Résumé :

Cette thèse présente les travaux de recherche effectués dans le but de concevoir et optimiser un instrument de métrologie du front d'onde et d'imagerie de phase sur faisceau synchrotron dans la gamme des rayonnements X durs. L'étude s'est focalisée sur la conception d'un interféromètre à réseau unique dont l'extraction des informations associées à l'analyse du front d'onde s'effectue par démodulation Fourier. Ces choix ont été déterminés par la volonté de concevoir un instrument robuste pouvant fonctionner sur une large gamme de conditions expérimentales sans avoir à modifier et accorder les paramètres et éléments constitutifs fondamentaux de l'instrument à chaque expérience. Ceci se résume par la contrainte forte de pouvoir réaliser une calibration absolue du système de façon à garantir la prise de mesure ultérieure par acquisition d'un interférogramme unique tout en s'affranchissant des erreurs de mesure déterministes de l'instrument.

La variable expérimentale la plus importante correspond à l'énergie de travail; par conséquent la conception de l'interféromètre s'est organisée autour de la recherche de performances constantes sur une large bande spectrale pour des énergies entre 10 à 30keV, et a conduit à l'étude et à la mise en œuvre d'une configuration interférométrique innovante. Celle-ci exploite un régime diffractif particulier du réseau permettant d'accéder à la propriété d'achromaticité (non rigoureuse) par repliement des performances de mesure sur cette bande spectrale, et ce, pour un instrument reposant pourtant sur un composant diffractif fondamentalement chromatique.

D'autre part, afin de garantir l'analyse quantitative de l'information portée par les modulations interférométriques générées par le réseau, nous avons également optimisé les traitements numériques et abouti au développement d'un algorithme de pré-traitement des interférogrammes permettant de s'affranchir des effets de bord lors de l'analyse d'images à support fini. Les artefacts rencontrés sont connus sous le nom de phénomènes de Gibbs et apparaissent dans le cas général de la transformée de Fourier d'un signal discontinu. Ainsi, annuler ces effets de bord permet également de gérer les problèmes d'éclairage partiel de la pupille de l'analyseur dont la gestion est essentielle en métrologie de front d'onde.

Enfin nous présenterons les résultats expérimentaux de validation du concept interférométrique et de mesures applicatives en métrologie optique et en imagerie de phase sur des échantillons d'intérêt issus de domaines variés, de la biologie à la paléontologie.



Title : Design of a broadband interferometer dedicated to optical metrology and phase imaging on synchrotron sources

Keywords : Physics, Optics, Interferometry, Metrology, Phase Imaging, X-Ray

Abstract :

This PhD dissertation presents the optimization and design of a wavefront analyzer dedicated to optical metrology and phase imaging on synchrotron sources in the hard X-ray regime. We chose to develop a single grating interferometer combined with a phase retrieval algorithm based on Fourier analysis. The main purpose here is to conceive a bulk instrument able to work in a great variety of experimental conditions without having to tune the parameters of the instrument in between experiments. This is thus related to the key constraint that is to calibrate the wavefront analyzer so that any further measurements could be corrected from any deterministic errors and allow single shot measurements of any sample.

The key varying parameter in synchrotron experiments is the radiation energy (or wavelength). Therefore, the design of the interferometer aimed at minimizing the discrepancies of its performances over a broad spectral range from 10 to 30keV. This research lead in one hand to the description and implementation of an innovative interferometric configuration based on the achromatization of the instrument performances over this spectral range, despite the chromatic nature of the grating.

On the other hand, in order to guaranty the quantitative analysis of interferograms, we also optimized the numerical approach to extract and treat the information they contain. This lead to the development of a conditioning procedure for a subsequent phase retrieval by Fourier demodulation. It fulfills the classical boundary conditions imposed by Fourier transform techniques and allows a nearly artifact-free extraction of the information.

At last, experimental results demonstrate first, the viability of the grating achromatization concept, and then, the possibility to realize the metrology of grazing incidence optics at different wavelengths. The instrument was then used for phase imaging purposes of biological and archaeological samples.



Remerciements

Les premières lignes de ce manuscrit me permettent de remercier l'ensemble des personnes avec qui j'ai pu interagir au cours de cette thèse, tant d'un point de vue professionnel que personnel. Je vous remercie sincèrement pour ces trois années qui représentent pour moi une expérience extrêmement riche sur tous les niveaux et dont je garderai un très bon souvenir.

En ce sens je commencerai par remercier l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt porté à mon travail et pour avoir permis un échange constructif que j'ai particulièrement apprécié au cours de la soutenance.

Je tiens ensuite à remercier Pierre Chavel de m'avoir conseillé de choisir ce sujet de thèse ainsi que Jérôme Primot et Pascal Mercère de m'avoir choisi. De mon côté, cet engagement avait nécessité une mûre réflexion et je ne le regrette absolument pas aujourd'hui. Plus particulièrement je tiens à vous remercier Jérôme pour nos échanges théoriques sur l'interféromètre, parfois complexes il faut le dire, car il doit très certainement exister autant de façon d'aborder et de voir un problème que d'esprits qui s'y attèlent ! Pascal un grand merci à toi pour ton encadrement, ton soutien et le temps que tu as consacré à l'interférométrie. Tu as très fortement contribué à l'orientation et l'avancement de ces travaux. Au-delà de l'instrument, merci d'avoir été un modèle de rigueur scientifique et d'avoir apporté une dimension humaine à nos échanges à laquelle j'ai été très sensible.

Paulo, je n'allais pas t'oublier ! Merci à toi pour ta contribution en manip' bien entendu, mais également d'avoir joué le rôle de garde-fou pendant ces trois années en me permettant de relativiser et prendre du recul sur mon travail. Nous avons passé de très bons moments sur la Ligne avec Pascal, avec de nombreux fous rires qui ont été aussi importants à mes yeux que le travail que nous avons accompli ensemble.

Je tiens également à te remercier Fayçal, car j'ai beaucoup appris de notre collaboration. Merci du temps que tu as consacré à la réalisation des réseaux, et à la construction de l'optimisation des procédés de fabrication au travers de nos échanges. Ce fut un réel plaisir de travailler avec toi !

Il me reste à remercier l'ensemble des personnes que j'ai rencontrées, et qui font le quotidien de la vie au Synchrotron. Ce sont autant de discussions que de raisons de garder un bon souvenir de mon passage chez vous. Je ne me risque pas à formuler une liste de peur de ne pas être exhaustif, mais vous vous reconnaîtrez parmi ces groupes ; secrétariat de la division expérience, groupes détecteur, vide, optique, lignes Cristal, Nanoscopium et Ipanema, l'atelier mécanique, les électriciens et les opérateurs de la machine. Surtout je souhaite remercier tout particulièrement l'ensemble du groupe de musique auquel j'ai participé dans le cadre de l'animation du BBQ 2016, j'ai savouré nos répétitions au moment de la rédaction de ce manuscrit, elles m'ont permis de m'aérer l'esprit !

Enfin, je tiens à remercier l'ensemble de ma famille et mes amis pour leur soutien et intérêt tout au long de ces trois années !

Cette quête, parfois incomprise, du dixième de picomètre ne fut pas simple, mais on s'est beaucoup amusé ! Encore merci à vous !

Antoine.

Table des matières

Remerciements	vii
1 Introduction	1
1.1 Le rayonnement X	1
1.2 Enjeux et contexte de la thèse	2
1.3 Démarche	3
2 Métrologie à la longueur d'onde et imagerie de phase sur sources synchrotron	5
2.1 Sources de rayonnement synchrotron et interaction du rayonnement X avec la matière	5
2.1.1 Intérêt des sources synchrotron	5
2.1.2 Génération du rayonnement X sur synchrotron	7
2.2 Mise en forme du faisceau synchrotron	11
2.2.1 Interaction du rayonnement X avec la matière	11
2.2.2 Réfraction, transmission et réflexion dans le domaine ultraviolets-rayons X durs	13
2.2.3 Optiques X de mise en forme du faisceau	15
2.2.3.1 Mise en forme spatiale	15
2.2.3.2 Mise en forme spectrale	19
2.3 Ligne de Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL	20
2.4 Instrumentation pour la métrologie et l'imagerie de phase en rayons X	22
2.4.1 Éléments de contexte	23
2.4.1.1 Besoins en termes de métrologie	23
2.4.1.2 Imagerie d'absorption et imagerie de phase	26
2.4.1.3 Vocabulaire de métrologie	29
2.4.2 Méthodes géométriques	30
2.4.3 Méthodes interférométriques	33
2.4.4 Instruments et méthodes complémentaires pour l'imagerie de phase	37
2.5 Bilan et philosophie de conception de l'interféromètre de la Ligne Métrologie	39
3 Interférométrie à décalage et applications aux rayons X	41
3.1 Formalisme d'optique ondulatoire	41
3.1.1 Définition d'une onde lumineuse	41
3.1.2 Propagation de l'onde dans l'espace libre	42
3.1.3 Cohérence	43
3.2 Interférométrie à décalage latéral	46
3.2.1 Principe	46
3.2.2 Utilisation de réseaux de diffraction	47
3.2.3 Cas idéaux : deux ondes en une dimension, et quatre ondes en deux dimensions	49
3.2.4 Approximation instrumentale du cas idéal	51
3.2.5 Introduction de l'ordre 0 et des ordres de diffraction parasites	54
3.3 Effet Talbot	56
3.3.1 Effet Talbot pour des réseaux binaires unidimensionnels	57

3.3.2	Effet Talbot dans le cas de structures en damier	60
3.3.3	Impact de la transmission des matériaux	63
3.3.4	Effet Talbot sur source synchrotron	64
3.3.4.1	Cohérence spatiale	65
3.3.4.2	Cohérence temporelle	66
3.4	Théorie des damiers diffractants	68
3.4.1	Calcul des coefficients d'un damier quelconque	69
3.4.2	Diffraction de ce type de réseaux	74
3.4.3	Cas des réseaux canoniques	77
3.4.4	Évolution des fonctions $V_{1,1}^{\frac{\pi}{2}}$ et $V_{2,0}^{\pi}$ en fonction des paramètres (T, φ)	80
3.4.4.1	Impact de la transmission	80
3.4.4.2	Impact du déphasage	81
3.4.4.3	Multiplicité des contributeurs	82
3.4.4.4	Bilan	83
4	Analyse des interférogrammes	85
4.1	Interprétation et extraction des informations contenues dans les interférogrammes	85
4.1.1	Démodulation Fourier du cas $1D$	86
4.1.2	Démodulation Fourier dans le cas $2D$	87
4.1.3	Démodulation Fourier en pratique	90
4.1.3.1	Dimension de la fenêtre d'extraction	90
4.1.3.2	Échantillonnage et repliement spectral	91
4.1.3.3	Dynamique	92
4.1.3.4	Déroulement des dérivées	93
4.1.3.5	Soustraction des aberrations du montage	94
4.2	Affranchissement des artefacts de démodulation	95
4.2.1	Transformée de Fourier discrète et phénomène de Gibbs	95
4.2.2	Procédure WASP	98
4.2.3	Optimisation des paramètres de la procédure	100
4.2.4	Comportement face au bruit	105
4.2.5	Application au cas d'une pupille ronde ou de forme arbitraire	107
4.2.6	Cas des discontinuités intrapupillaires	108
4.3	Intégration des dérivées	111
4.3.1	Méthodes d'intégration dans le domaine de Fourier	111
4.3.2	Symétrisation, antisymétrisation	113
4.3.3	Méthode d'intégration itérative	115
5	Conception de l'interféromètre large bande pour la ligne de Métrologie	119
5.1	Concept et optimisation	119
5.1.1	Interféromètre large bande	119
5.1.2	Fonction de mérite	121
5.1.3	Optimisation et achromatisation des performances	127
5.2	Instrumentation de l'interféromètre	130
5.2.1	Développement des réseaux X	130
5.2.2	Système de détection indirecte	135
5.2.3	Échantillonnage des franges et repliement spectral	141
5.3	Protection de la détection face au rayonnement X	142
5.3.1	Marquage du verre standard et verres stabilisés	143
5.3.2	Expérience de filtrage du faisceau X	145
5.3.3	Expérience de radioprotection du verre	148

5.3.3.1	Détermination de l'épaisseur de verre nécessaire	148
5.3.3.2	Impact sur la qualité optique du système imageur	149
5.3.3.3	Montée en température de la lame en conditions de mesure	151
6	Résultats expérimentaux	153
6.1	Validation du concept interférométrique sur la ligne Métrologie et Tests de SOLEIL	153
6.1.1	Talbot 2D	153
6.1.2	Validation du modèle de l'instrument et de l'optimisation	156
6.1.3	Cas du réseau à plots cylindriques sur substrat diamant	161
6.2	Application à la métrologie sur faisceau X	164
6.2.1	Réglage de l'instrument	164
6.2.2	Métrologie d'un cristal de monochromateur	166
6.2.3	Métrologie d'un miroir limité par la diffraction	171
6.3	Résultats d'imagerie de phase en rayons X	174
6.3.1	Une imagerie multimodale	174
6.3.2	Validation expérimentale de la procédure WASP pour l'imagerie de phase	178
6.3.3	Radiographie d'objets divers	181
6.3.3.1	Fossile de poisson	181
6.3.3.2	Médiator	183
6.3.3.3	Coléoptère	184
7	Conclusion et Perspectives	191
A	Calcul de $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}$	197
B	Preuve de la propriété liant les $C_{q,l}$ à $C_{1,1}$	199
C	Calcul de la fonction $V_{2,0}(z, W(x, y))$	201
	Bibliographie	205

Notations

Fonctions et opérateurs mathématiques fréquemment utilisés

*	Produit de convolution	
$TF[U]$ ou \tilde{U}	Transformée de Fourier de U . Transformée inverse notée $TF^{-1}[\tilde{U}]$	
U^*	Complexe conjugué de U	
$Re\{U\}$ et $Im\{U\}$	Partie réelle et imaginaire de U	
$ U $	Module de U	
$Arg(U)$	Argument de U	
$\frac{\partial U}{\partial x}$	Dérivée partielle de U selon la variable x	
δ	Symbole de Kroenecker	
$\text{III}_{a,b}(x, y)$	Peigne de Dirac bi-dimensionnel, de pas a et b	
$\text{II}_{0^\circ, a}(x, y)$	Fonction porte bi-dimensionnelle de largeur a dans les deux dimensions	
$sinc$	Fonction sinus cardinal définie à une dimension par $sinc(x) = \frac{\sin(x)}{x}$	

Système de coordonnées

\vec{r}	Vecteur position de l'espace tel que $\vec{r} = x \cdot \vec{u}_x + y \cdot \vec{u}_y + z \cdot \vec{u}_z$	
(x, y, z)	Coordonnées de l'espace	m
(ν_x, ν_y)	Fréquences spatiales associées à (x, y)	m^{-1}
(θ, ψ)	Angles de l'espace	rad

Fonctions et paramètres physiques fréquemment utilisés

E	Énergie en Joule ou en électron-Volt	J ou eV
h	Constante de Planck	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-1}$
c	Vitesse de la lumière	$m \cdot s^{-1}$
λ	Longueur d'onde	m
ω	Fréquence angulaire	rad
\vec{k}	Vecteur d'onde, sa norme notée k est le nombre d'onde en m^{-1}	
W	Front d'onde, Surface d'onde	m
δ_{opt}	Différence de chemin optique	m
$U(\vec{r}, t)$	Représentation complexe de $u(\vec{r}, t)$, une onde scalaire réelle	
$P_z(\nu_x, \nu_y)$	Propagateur de l'espace libre	
$I(x, y)$	Distribution d'intensité d'une image ou d'un interférogramme	
$T_c^{res}(x, y)$	Fonction de transmittance complexe d'un réseau	
(φ, t)	Paramètres clés du réseau : déphasage et transmission en amplitude	
$C_{(q,l)}$	Amplitude des ordres de diffraction d'un réseau d'indices (q, l)	
n_ω	Indice de réfraction	
δ_ω	Fonction de décrément de l'indice de réfraction	
β_ω	Coefficient d'atténuation	
μ_ω	Coefficient linéaire d'atténuation	m^{-1}
$A^{ech}(x, y)$	Absorption, atténuation d'un échantillon	
$T^{ech}(x, y)$	Transmission d'un échantillon	

Chapitre 1

Introduction

1.1 Le rayonnement X

Le rayonnement X est un rayonnement électromagnétique de faible longueur d'onde, comprise dans la gamme $[10^{-12}, 10^{-8}]$ mètre (figure 1.1). Découverte en 1895 par Wilhelm Röntgen (Prix Nobel de Physique en 1901), cette gamme de rayonnement connaît depuis un engouement grandissant auprès de la communauté scientifique pour l'exploration de la matière et de ses propriétés.

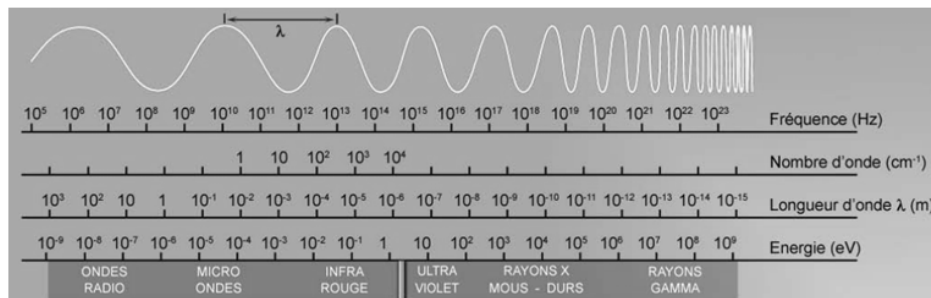


FIGURE 1.1: Spectre continu du rayonnement électromagnétique

Le rayonnement interagit avec la matière sur l'ensemble du spectre électromagnétique, mais, à différentes échelles selon la longueur d'onde. Dans le cas des rayons X, ceux-ci permettent d'une part de traverser la matière en profondeur, et d'autre part, de la sonder à l'échelle sub-atomique. Nous citerons par exemple, l'analyse des propriétés chimiques de molécules en science de la matière et en biochimie dont l'étude nécessite un rayonnement de très courte longueur d'onde. Dans ce cas, l'interaction avec la matière se fait pour une énergie du photon du même ordre de grandeur que les énergies de liaison des couches K, L, M des atomes de l'échantillon étudié. Ces dernières, allant de quelques électrons-Volts (eV) à plusieurs dizaines de keV (soit quelques $10^{-15} J$), correspondent à des longueurs d'onde inférieures à quelques dizaines d'Angströms, appartenant au domaine spectral du rayonnement X. La conversion longueur d'onde - énergie se fait par la relation d'Einstein 1.1, avec h la constante de Planck, c la vitesse de la lumière, et λ la longueur d'onde :

$$E(J) = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (1.1)$$

Le rayonnement X existe à l'état naturel, dans le cas de l'émission radiative d'éléments instables, radioactifs. Mais il est également possible de le générer par interaction lumière/matière, ou particule/matière. Il est émis par effet radiatif lors de la transition d'un électron d'une couche électronique d'un atome vers une couche de plus basse énergie. Dans le second cas, il est engendré par accélération, décélération ou changement de trajectoire d'électrons libres.

On distinguera alors 3 grands types de sources selon la variation de vitesse imposée aux électrons.

Historiquement, les premières sources, appelées tubes X, génèrent un rayonnement qui résulte à la fois d'une émission radiative et d'une émission associée à une décélération des électrons. Ils sont composés d'une cavité sous vide dans laquelle sont accélérés les électrons arrachés d'une cathode. Ce phénomène résulte du chauffage de celle-ci, ce qui permet de rompre les énergies de liaison du matériau, puis les électrons sont arrachés à la matière par application d'une différence de potentiel. Ils sont ensuite focalisés sur une cible, l'anode, qui génère un rayonnement résultant à la fois de la fluorescence du matériau dont elle est constituée et d'un spectre continu corrélé au rayonnement produit par le freinage des électrons dans la matière, effet dit de *bremstrahlung*.

Bien que très répandues dans les laboratoires et dans l'industrie, ces sources limitent les applications du fait de leurs caractéristiques physiques intrinsèques. Des installations plus complexes comme les synchrotrons et lasers à électrons libres (WINICK, 1998) ont alors vu le jour pour repousser les limites physiques de l'exploration de la matière.

1.2 Enjeux et contexte de la thèse

Ces nouvelles sources permettent aux utilisateurs de la communauté scientifique d'accéder à des faisceaux de lumière aux caractéristiques exceptionnelles sur une large gamme spectrale s'étendant de l'infrarouge aux rayons X durs, tout en offrant une forte cohérence spatiale et temporelle et des flux de photons en constante augmentation ces dernières années. Ces très grands instruments permettent ainsi à la communauté de chercheurs et d'industriels de sonder la matière jusqu'à des échelles sub-atomiques pour des applications dans des domaines extrêmement variés, de la biologie à la physique fondamentale en passant par l'étude des matériaux anciens. Les avancées technologiques de ces dernières années ont permis d'atteindre des propriétés physiques sans précédent ; elles sont le fruit d'une recherche active tant du point de vue des développements des accélérateurs et des sources que de celui des techniques instrumentales de contrôle et de métrologie permettant d'optimiser le rayonnement et de bénéficier de façon optimale de ces progrès.

Les lignes de lumière des installations synchrotron se différencient par leurs thématiques de recherches variées qui requièrent une mise en forme particulière du faisceau propre à chaque domaine d'étude avec des contraintes variables tant d'un point de vue spectral que spatial. Afin de ne pas dégrader la qualité optique du faisceau synchrotron, les optiques doivent être d'une qualité extrême, c'est-à-dire le plus souvent limitées par la diffraction. Pour des longueurs d'onde typiques de l'ordre de 90pm dans le domaine des rayons X durs, la contrainte de la limite de diffraction est de l'ordre de quelques picomètres seulement, ce qui nécessite des optiques de transport du faisceau dont les défauts de forme ne doivent pas dépasser quelques fractions de nanomètre RMS sur des longueurs pouvant atteindre plusieurs centaines de millimètres. La métrologie de telles optiques utilisées en incidence rasante représente alors un véritable défi et impose des précisions de mesure de l'ordre du dixième de picomètre RMS ("Root Mean Square"). De plus, les montages et réglages de ces optiques lors de leur insertion sur ligne nécessitent un moyen de contrôle en direct du front d'onde du faisceau X afin de pouvoir atteindre les performances optimales de fonctionnement de celles-ci.

D'autre part, un domaine de recherche proche de l'analyse de front d'onde et d'intérêt croissant ces vingt dernières années concerne la radiographie de phase qui promet d'être

un moyen de diagnostic efficace et complémentaire de la radiographie “traditionnelle” par contraste d’absorption. La radiographie X est déjà très largement répandue dans des secteurs à forts potentiels économiques comme l’imagerie médicale et le contrôle industriel non destructif. Ce type d’imagerie s’appuie sur l’observation et l’analyse de l’intensité transmise ; les variations d’intensité sont en effet directement liées aux propriétés d’absorption des matériaux considérés (densité et coefficient d’atténuation). Cependant cette technique peut s’avérer inopérante dès lors que les éléments constitutifs de l’objet d’étude présentent des propriétés d’absorption similaires (cas de l’imagerie des tissus ou des cartilages par exemple). Pour dépasser cette limitation, l’une des alternatives consiste à s’intéresser non plus aux variations liées à l’absorption, mais aux variations de phase (ou différences de chemin optique) introduites par les matériaux traversés. On parle alors couramment d’imagerie de phase.

1.3 Démarche

Afin de pouvoir répondre au besoin de métrologie sur synchrotron, et afin d’explorer le potentiel de l’imagerie de phase en rayons X, l’objectif principal de cette thèse a donc été de concevoir un interféromètre à réseau de diffraction unique, à destination de la Ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL et de ses utilisateurs, permettant d’accéder à des précisions sub-picométriques sur la surface d’onde, et cela à la fois en faisceau monochromatique, pour une large bande spectrale de 10 à 30 keV, et en faisceau polychromatique.

Après avoir présenté le contexte général de la génération de la source sur installation synchrotron ainsi que l’état de l’art associé aux développements instrumentaux dans le domaine de l’analyse de front d’onde et de l’imagerie de phase sur sources synchrotron dans le chapitre 2, nous décrivons l’orientation de la démarche de conception de l’instrument pour les besoins rencontrés dans les domaines des rayons X durs sur installation synchrotron. Le dimensionnement de l’interféromètre s’est effectué dans un premier temps au travers de la compréhension exhaustive des propriétés de diffraction des réseaux en damier, dans le cas général de réseaux de phase et d’amplitude, comme décrit dans le chapitre 3. D’autre part, dans le chapitre 4, nous présenterons les différents aspects associés à la démodulation Fourier, algorithme clé dans l’analyse des interférogrammes. Ces deux parties concernant à la fois l’optique ondulatoire et le traitement du signal représentent les deux briques élémentaires constitutives de l’instrument sans la maîtrise desquelles l’approche quantitative concernant l’optimisation de l’instrument décrite dans le chapitre 5 n’aurait pas été possible.

De plus, la description de l’instrumentation de l’interféromètre est présentée dans ce chapitre. Elle est organisée autour de deux axes de développement ; celui de la R&D concernant la réalisation des réseaux de diffraction en collaboration Thales R&T, et le développement du bloc de détection, comprenant : l’étude de la protection face au rayonnement irradiant, la thermique sous faisceau blanc ainsi que la qualité d’imagerie de l’ensemble système {optique + caméra}. Enfin les résultats expérimentaux de validation et de caractérisation ainsi que de mise en œuvre de l’instrument dans les domaines applicatifs en métrologie et en imagerie de phase seront présentés dans le chapitre 6.

Chapitre 2

Métrologie à la longueur d'onde et imagerie de phase sur sources synchrotron

Afin de pouvoir comprendre les tenants et les aboutissants de la métrologie à la longueur d'onde sur source synchrotron ainsi que le potentiel de l'imagerie de phase, nous nous attacherons à décrire dans ce chapitre le contexte général de la génération du rayonnement synchrotron et de l'interaction des rayons X avec la matière. Dans un second temps, nous présenterons les optiques nécessaires à la mise en forme du faisceau synchrotron et le besoin associé en terme de métrologie. Enfin, la dernière section présentera l'état de l'art actuel de la métrologie *in-situ* dans le domaine spectral couvrant le rayonnement extrême UV aux rayons X durs afin de pouvoir décrire les avantages et inconvénients des différentes techniques existantes. Nous orienterons ensuite la conception de l'interféromètre au vue du besoin et de la philosophie souhaitée pour l'instrument.

2.1 Sources de rayonnement synchrotron et interaction du rayonnement X avec la matière

2.1.1 Intérêt des sources synchrotron

La première mise en évidence du rayonnement synchrotron remonte à 1947 (« [X-Ray Data Booklet, \(Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA, 2009\)](#) ») dans les laboratoires de recherche de General Electric à Schenectady, New York ; depuis ces sources ont permis d'accéder à des faisceaux intenses dont le rayonnement est concentré dans de très faibles dimensions et de divergence très limitée. La brillance 2.1 représente la grandeur permettant de quantifier cette propriété et de comparer les différentes sources entre elles. Elle est par définition proportionnelle au flux de photons par seconde F et inversement proportionnelle aux dimensions (σ_x, σ_y) et à la divergence $(\sigma_\theta, \sigma_\psi)$ de la source ; il s'agit du flux de photons émis par unité d'angle solide et unité de surface que l'on exprime traditionnellement en $photons/s/mm^2/mrad^2/0.1\% \frac{\Delta\lambda}{\lambda}$. L'ensemble des coordonnées seront reportées sur la figure 2.3 décrivant le rayonnement produit par un aimant de courbure.

$$Brillance \propto \frac{F}{\sigma_x \sigma_y \sigma_\theta \sigma_\psi} \quad (2.1)$$

Ces sources ont profité des développements des accélérateurs et anneaux de stockage d'électrons permettant ainsi à différentes générations d'installations synchrotron de voir le jour (WINICK, 1998), avec pour objectif de toujours surpasser les performances des précédentes. La figure 2.1 montre l'évolution de ce facteur au travers des années en comparant la

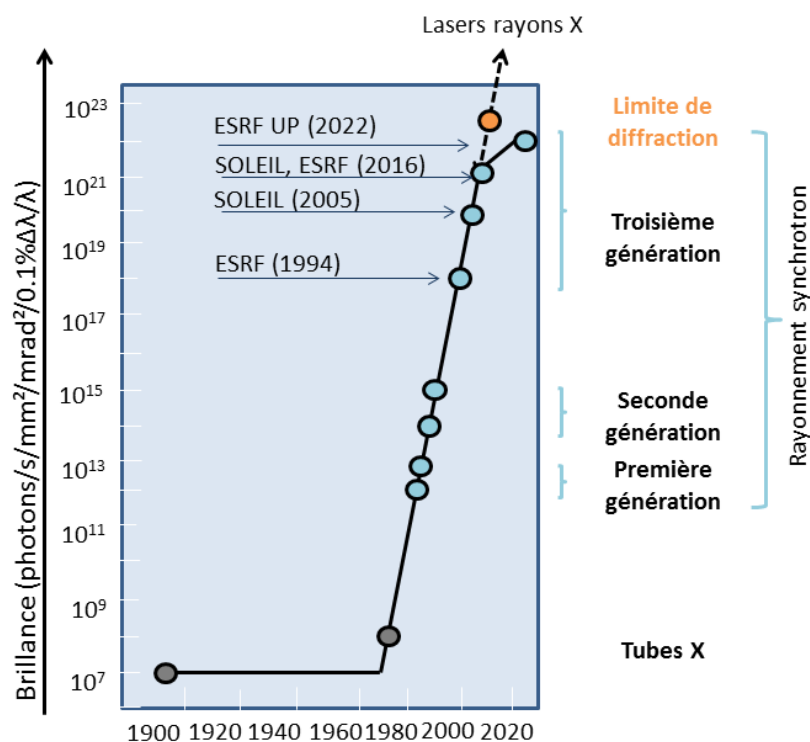


FIGURE 2.1: Évolution de la brillance des sources X en fonction des années. Après les tubes X et les trois premières générations d'installation synchrotron, les recherches tendent vers la limite de diffraction et d'autres concepts de sources : les sources lasers à électrons libres. Figure adaptée de (WINICK, 1998).

brillance des tubes X classiques et celle des installations synchrotron de différentes génération dont L'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), qui est la première installation synchrotron de troisième génération à avoir vu le jour, et SOLEIL le Synchrotron français. Ces installations en constante évolution, poursuivent leur course aux performances optimales de fonctionnement afin d'offrir à la communauté scientifique des rayonnements dont les brillances surpassent celles des sources X de laboratoire de plusieurs ordres de grandeur, typiquement 10^{20} contre 10^8 photons/s/mm²/mrad²/0.1%Δλ/λ. De nombreux programmes d'amélioration des installations sont encore actuellement en cours pour tenter de se rapprocher de la brillance limite imposée par la diffraction des électrons dans l'anneau de stockage autour de 10^{23} photons/s/mm²/mrad²/0.1%Δλ/λ. La figure présente trois générations d'installations synchrotron. Les recherches se dirigent également vers des concepts de sources différents, vers une quatrième génération de sources : les lasers à électrons libres.

L'autre propriété fondamentale du rayonnement synchrotron est sa cohérence spatiale élevée. Au vu de la formule 2.1, la recherche de l'augmentation de la brillance correspond alors aussi à un gain en terme de cohérence, car un moyen de l'augmenter est de diminuer la taille de source, et donc, au vu de l'équation 3.19 (chapitre 3), d'augmenter la longueur de cohérence spatiale. La nature cohérente du rayonnement synchrotron est essentielle pour beaucoup d'applications dont voici une liste non exhaustive : spectroscopie, cristallographie, imagerie par contraste de phase et interférométrie. Elle facilite le développement de techniques plus difficiles à mettre en œuvre sur sources de laboratoire.

Cependant, il est à noter que la transposition de certaines techniques sur sources plus faiblement cohérentes est aussi envisageable, notamment en interférométrie, où il est possible de réintroduire de la cohérence par le biais d'optiques diffractives afin de pouvoir monter ensuite un banc de mesure classique. Ceci sera davantage détaillé dans la section d'état de l'art des instruments et méthodes de mesure de front d'onde, bien que les développements d'adaptation vers un banc industriel ne fassent pas partie des travaux de thèse présentés ici.

2.1.2 Génération du rayonnement X sur synchrotron

Sur installation synchrotron, le rayonnement X est émis par accélération de particules chargées qui circulent à très haute énergie et à une vitesse quasi-relativiste dans un anneau de stockage maintenu sous vide (pression de l'ordre de $10^{-13} atm$). Avant d'être introduits dans cet anneau, les électrons sont produits par un canon à électrons puis accélérés jusqu'à une vitesse proche de celle de la lumière dans l'accélérateur linéaire. Ils sont ensuite injectés dans le booster qui consiste en une section amplificatrice circulaire permettant d'amener les électrons à l'énergie de fonctionnement de la machine (quelques GeV). Le faisceau d'électrons sortant se propagerait de façon rectiligne en dehors de toute contrainte ; c'est donc grâce à l'action de différents pôles magnétiques qu'il est contrôlé. L'ensemble de ces éléments sont représentés sur le schéma de principe d'une installation synchrotron en figure 2.2.

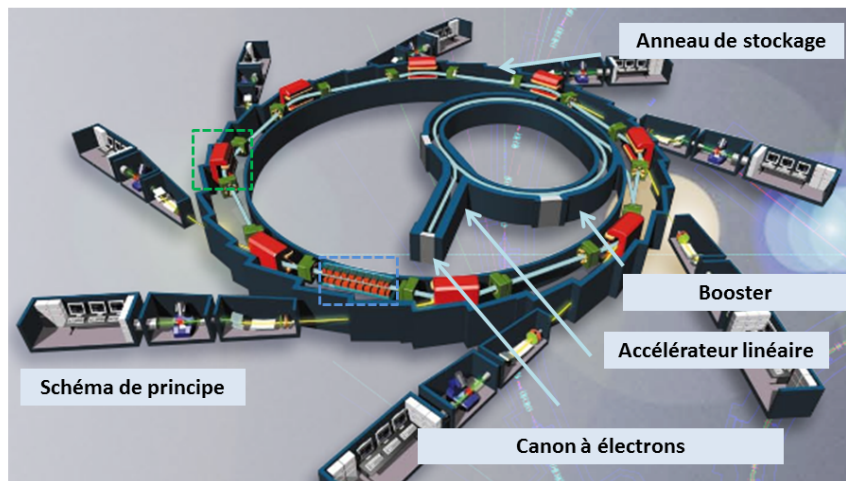


FIGURE 2.2: Schéma de principe du synchrotron SOLEIL, une fois accélérés et amplifiés dans le Booster les paquets d'électrons sont injectés dans l'anneau de stockage. Ce dernier est constitué d'une multitude de multipôles permettant de contrôler la trajectoire et la collimation du faisceau d'électrons ainsi que la génération du rayonnement synchrotron pour chaque ligne de lumière.

Certains multipôles magnétiques disposés dans l'anneau réalisent le contrôle des propriétés géométriques du faisceau d'électrons comme sa trajectoire, sa collimation, afin de limiter la divergence naturelle des électrons, alors que d'autres génèrent le rayonnement X. Dans les deux cas l'action sur le paquet d'électrons se fait grâce à un champ magnétique intense. Celui-ci est appliqué dans les deux dimensions du plan perpendiculaire à la trajectoire des électrons pour leur conditionnement. Concernant la génération du rayonnement X, le champ magnétique est exercé de façon orthogonale au plan de l'orbite des électrons. Le champ magnétique ainsi créé agit sur leur trajectoire par action de la force de Lorentz, $\vec{F}_L = \vec{v} \wedge \vec{B}$, avec \vec{B} le champ magnétique et \vec{v} la vitesse des particules chargées, qui courbe

ainsi la trajectoire des électrons en exerçant une force perpendiculaire au plan des vecteurs \vec{v} et \vec{B} . La force créée par l'aimant étant perpendiculaire au vecteur vitesse, elle ne travaille pas, et par conséquent ne perturbe ni l'énergie de l'électron ni la norme du vecteur vitesse mais influe seulement sur sa direction.

La variation de vitesse correspond alors à une accélération tangentielle qui accompagne la rotation du paquet d'électrons et produit le rayonnement X. Ce rayonnement peut être produit par différents pôles magnétiques : les aimants de courbure, les onduleurs et les wigglers. On regroupe ces deux derniers éléments dans la catégorie des systèmes d'insertion. L'ensemble des travaux de thèse ayant été réalisés sur la ligne Métrologie de SOLEIL, elle-même située en aval d'un aimant de courbure, nous centrerons donc la discussion autour des propriétés physiques du faisceau X synchrotron émis par les dipôles. Les caractéristiques physiques du rayonnement sont étroitement liées aux paramètres de l'anneau de stockage et plus particulièrement à la physique du faisceau d'électrons. L'objet n'est pas ici de détailler les calculs électromagnétiques permettant de lier les propriétés du faisceau d'électrons à celles du faisceau X mais de présenter ses caractéristiques principales typiques qui nous intéresseront par la suite.

D'un point de vue spectral, l'aimant de courbure produit un rayonnement large bande continu de l'infrarouge aux rayons X durs. Les paramètres principaux de cette émission sont la longueur d'onde centrale d'émission λ_L et la largeur de bande à mi-hauteur $\Delta\lambda_L$ en mètres. Le premier paramètre peut se calculer à partir de la vitesse angulaire de l'électron le long de sa trajectoire, et le second est lié à la durée de l'impulsion lumineuse émise. Pour davantage de précisions sur le sujet le lecteur pourra se référer à (SCHWINGER, 1949).

$$\lambda_L = \frac{\pi m_e c}{\gamma^2 e B} = \frac{5,36 \cdot 10^{-3}}{\gamma^2 B [T]} \quad (2.2)$$

Avec γ le facteur relativiste dépendant de l'énergie des électrons dans l'anneau, e la charge de l'électron, I l'intensité du courant dans l'anneau, B le champ magnétique imposé par l'aimant. Le facteur relativiste se calcule à partir de la masse de l'électron m_e , de son énergie E_e , et de la vitesse de la lumière c .

$$\gamma = \frac{E_e}{m_e c} = \frac{E_e [eV]}{0,511 \cdot 10^6 [eV]} \quad (2.3)$$

Nous estimerons la largeur spectrale du rayonnement à partir de la relation d'incertitude classique reliant deux grandeurs dont l'une est la transformée de Fourier de l'autre, ici le temps et la fréquence : $\Delta t \Delta \nu \approx \frac{1}{2\pi}$. En admettant que la durée de l'impulsion s'exprime par $\Delta t = \frac{m_e}{2\gamma^2 e B}$ et par différenciation de la relation fondamentale reliant fréquence d'oscillation d'une onde électromagnétique et longueur d'onde $\nu = \frac{c}{\lambda}$, il vient l'équation 2.4.

$$\Delta\lambda_L = \frac{\lambda_L^2 \Delta\nu}{c} \approx \lambda_L \left(\frac{1}{2\pi \Delta t} \times \lambda_L \right) = \lambda_L \quad (2.4)$$

La largeur spectrale est donc globalement égale à la longueur d'onde centrale d'émission ; nous donnerons les ordres de grandeurs dans le cas de la ligne Métrologie dans la suite de ce chapitre.

D'un point de vue des caractéristiques spatiales de la source générée, et notamment de sa divergence angulaire en horizontal et en vertical σ_θ et σ_ψ , nous nous retrouvons dans

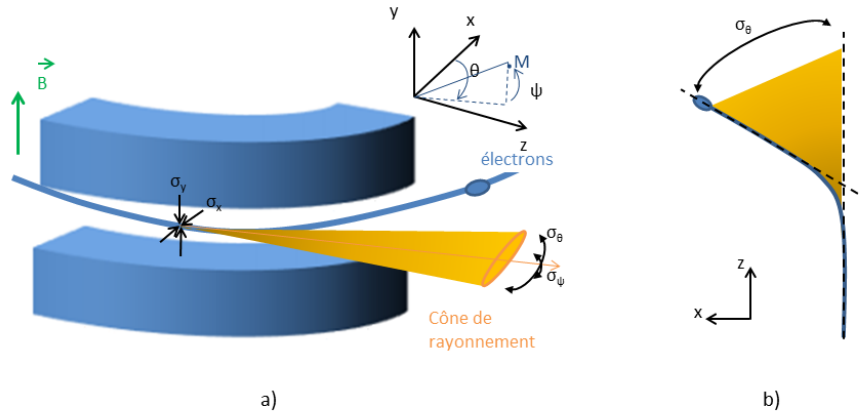


FIGURE 2.3: a) Émission de rayonnement X par action d'un aimant de courbure, b) Trajectoire et émission de l'électron en vue de dessus.

deux cas très différents. Nous avons vu que le rayonnement est lié à la variation du vecteur vitesse, or cette variation se fait tout le long de la rotation du paquet d'électrons. Le rayonnement couvre alors une ouverture horizontale très large, qui correspond à l'angle entre les tangentes à la trajectoire du faisceau d'électrons avant et après rotation comme représenté sur la figure 2.3 b). En réalité, la ligne de lumière en aval de l'aimant possède des fentes en tête de ligne qui limitent l'ouverture horizontale, et donc l'acceptance angulaire de la source. Celle-ci est fixée selon la gamme spectrale de travail désirée par l'utilisateur de la ligne. En vertical, au contraire ; l'ouverture est extrêmement faible car limitée par les effets relativistes. Elle dépend de la convolution entre l'angle naturel d'émission des photons (dû à un électron unique) et la divergence verticale du faisceau d'électrons. Dans le cas de SOLEIL, σ_ψ est de l'ordre de $1\mu rad$.

D'autre part la source est de forme elliptique, avec son grand axe selon l'horizontale, et l'on peut calculer ses dimensions (largeur à mi-hauteur) Σ_x et Σ_z en horizontal et vertical à partir de la limite de diffraction, des paramètres du faisceau d'électrons, et de l'angle d'émission des photons X. Les dimensions caractéristiques calculées sont alors d'environ $\Sigma_x \approx 150\mu m$ et $\Sigma_z \approx 50\mu m$.

Enfin, le dernier paramètre d'importance concerne la puissance du faisceau ; en effet, nous verrons que le faisceau polychromatique non filtré appelé faisceau blanc est très puissant, ce qui impose de protéger et refroidir les optiques de mise en forme ou de protéger les détecteurs et échantillons en limitant leur exposition directe au faisceau. La théorie démontre que la puissance dégagée par le rayonnement d'un électron accéléré selon une trajectoire circulaire est proportionnelle au carré de l'accélération, elle-même proportionnelle au carré de la vitesse angulaire $\omega_e = \frac{\gamma e B}{m_e}$. Ainsi dans le cas de l'émission du paquet d'électrons complet, la puissance rayonnée est liée à la somme de chaque électron contributeur, et donc proportionnelle à l'intensité de l'anneau de stockage, selon l'équation 2.5 :

$$P[kW] = \frac{88,5E^4[GeV]I[A]}{\rho[m]} = 477kW \quad (2.5)$$

Avec ρ le rayon de courbure du dipôle s'exprimant par la relation $\rho = 3,3E[GeV]/B[T]$. Ainsi 2.5 devient $P[kW] = 26,82E^3[GeV]I[A]B[T]$. On calcule alors une puissance dégagée de $477kW$ dans le cas d'une machine comme SOLEIL avec une énergie de $2,75GeV$, une intensité de $500mA$ et un champ de $1,7T$. Le rayon de courbure du dipôle vaut alors $5,3m$.

Les aimants de courbure sont les systèmes de génération du rayonnement synchrotron les plus simples d'un point de vue de leur architecture. Les wigglers et onduleurs consistent en une structure alternée plus complexe que celle des dipôles, constitués de plusieurs aimants disposés périodiquement avec des polarités inversées. Ceci crée un champ magnétique périodique sinusoïdal vertical suivant l'équation 2.6 produisant ainsi une force d'action elle aussi sinusoïdale sur le paquet d'électrons dans le plan de l'orbite. Les paquets d'électrons circulant dans l'entrefer de ces structures oscillent transversalement et produisent un rayonnement dont le flux de photons est très élevé sur une gamme spectrale relativement restreinte. En effet, le rayonnement est quasi-monochromatique centrée sur une harmonique d'émission associée au mouvement oscillant des électrons, et l'extension de la largeur spectrale est imposée par la dimension finie de l'onduleur. Ces multipôles magnétiques permettent d'accéder à des brillances bien supérieures, de l'ordre de 10^{17} à quelques $10^{20} \text{photons/s/mm}^2/\text{mrad}^2/0.1\% \frac{\Delta\lambda}{\lambda}$.

$$B_z(z) = B_0 \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda_0}\right) \quad (2.6)$$

Où B_0 est le champ crête sur l'axe, Λ_0 la période de l'élément.

Les wigglers sont semblables aux onduleurs à la différence près que la période de la structure est plus grande et le champ magnétique imposé plus fort. Lorsque le champ magnétique devient assez fort, le comportement spectral initialement proche de celui d'un onduleur devient polychromatique de plus large bande par recouvrement d'un nombre d'harmoniques croissant. On retrouve ainsi le comportement d'un aimant de courbure avec une densité spectrale de puissance décalée vers les plus hautes énergies.

Ces générateurs de rayonnement sont disposés dans l'anneau de stockage qui est segmenté en différentes sections ; plus particulièrement, les aimants de courbure sont installés à la jonction entre ces sections et chacune d'elles peut accueillir un système d'insertion. Dans le cas de SOLEIL, l'anneau est décomposé en 16 sections dont 14 peuvent accueillir des systèmes d'insertion, les deux sections restantes étant réservées respectivement à l'insertion des électrons issus de la section amplificatrice dans l'anneau, et au système radiofréquence qui permet de ralentir les particules les plus rapides et accélérer les plus lentes afin de limiter la dispersion du paquet d'électrons. Ainsi SOLEIL peut accueillir jusqu'à 14 lignes de lumières exploitant le rayonnement issu de systèmes d'insertion et 30 lignes exploitant le rayonnement issu d'aimants de courbure. Au total 28 lignes sont actuellement opérationnelles et 2 sont en construction. Le schéma de principe d'une ligne de lumière 2.4 montre l'architecture usuelle d'une ligne de lumière, décomposée en une série de cabanes dont la première est associée à la mise en forme optique du faisceau, la seconde est dédiée à l'expérience et recueille l'ensemble des équipements adaptés au besoin de la thématique de recherche. Enfin la dernière correspond à la station de travail de la ligne de lumière qui permet d'accéder au contrôle/commande de la ligne.

De structure similaire à celles décrites ci-dessus, les installations dites de troisième génération se décomposent en deux catégories spécialisées chacune dans une gamme spectrale. Les machines comme l'ESRF avec une énergie de l'anneau de stockage de l'ordre 5 à 8 GeV sont spécialisées dans la production de rayonnement X de haute énergie, alors que les machines comme SOLEIL avec une énergie de 1 à 4 GeV sont dédiées au rayonnement de plus basse énergie. Pour ces deux types d'installation la partie du spectre entre quelques keV à quelques dizaines de keV se recoupe.

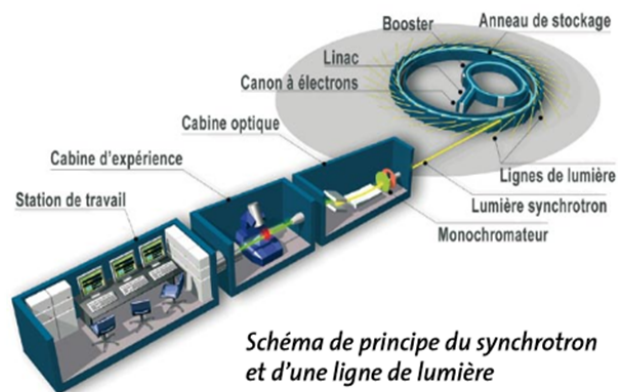


FIGURE 2.4: Schéma de principe d'une ligne de lumière, usuellement décomposée en trois cabanes successives ; optique, expérience et station de travail permettant d'assurer le contrôle/commande de la ligne.

2.2 Mise en forme du faisceau synchrotron

La mise en forme et le transport du faisceau se fait par le biais de différentes optiques dont les principales seront décrites par la suite. Afin de pouvoir comprendre la particularité des optiques X et le besoin associé en métrologie, nous reviendrons dans un premier temps sur la loi fondamentale de Snell-Descartes dans le domaine des rayons X et nous présenterons enfin la ligne Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL sur laquelle l'ensemble des expériences de ces travaux de thèse a été effectué.

2.2.1 Interaction du rayonnement X avec la matière

Le rayonnement généré sur synchrotron est alors utilisé pour investiguer au plus profond de la matière. Pour ce faire, nous présenterons ici des éléments fondamentaux d'interaction des rayons X avec la matière, le lecteur pourra se référer par exemple à (PAGANIN, 2006) pour une description plus complète. Nous traiterons ici du cas d'une onde monochromatique décrite par le formalisme du chapitre 3 et appartenant au spectre allant des rayons ultraviolets aux rayons X durs. On délimite usuellement ce spectre en trois parties, les ultraviolets appartenant à la gamme $4eV - 100eV$, les rayons X mous entre $100eV -$ quelques keV et les rayons X durs entre quelques $keV - 100keV$. Il est bien entendu possible d'étendre les développements suivants au cas polychromatique par décomposition du spectre en ondes monochromatiques élémentaires.

L'onde U_2 représentée en figure 2.5 traverse un matériau homogène de longueur L et d'indice optique n_ω ; elle se retrouve ainsi atténuée et déphasée par rapport à l'onde U_1 en propagation libre dans le vide. Ces variations de phase et d'amplitude de l'onde sont dues à son interaction avec la matière. L'indice optique est responsable de la variation des paramètres de l'onde traversant le matériau ; il suit la relation 2.7 qui le décompose en une partie imaginaire β_ω appelée coefficient d'atténuation et en une partie réelle que l'on appelle couramment indice optique et dépendant du paramètre de décrément d'indice de réfraction δ_ω . Le coefficient d'extinction se relie alors à l'atténuation de l'onde et le décrément d'indice au déphasage de celle-ci.

$$n_\omega = (1 - \delta_\omega) + i\beta_\omega \quad (2.7)$$

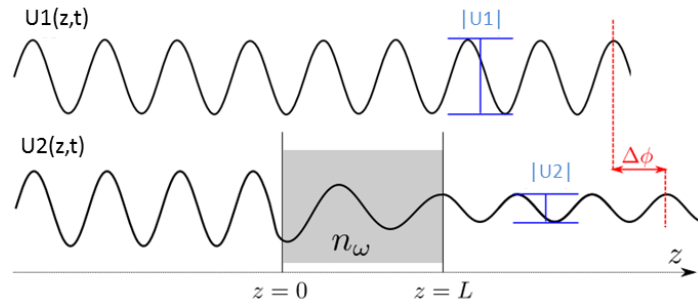


FIGURE 2.5: Propagation de deux ondes électromagnétiques, l'une traversant un milieu homogène de longueur L se retrouve atténuée et déphasée par rapport à l'autre.

Ces deux paramètres élémentaires de l'indice optique correspondent à deux quantités réelles positives dont on représente l'évolution sur la figure 2.6 dans le cas de trois matériaux, le carbone (C), le silicium (Si) et le calcium (Ca) sur la gamme spectrale des rayons X durs. Ces matériaux sont d'un intérêt particulier dans ce domaine de longueur d'onde car ils constituent les atomes majoritaires que l'on retrouve d'une part dans les tissus biologiques pour le carbone et dans les os pour le calcium et d'autre part dans les échantillons issus de l'industrie microélectronique pour le silicium. Le cas du vide correspond à $\delta_\omega = \beta_\omega = 0$. La figure montre que $\beta_\omega < \delta_\omega$ sur cette gamme d'énergie des X durs avec globalement un facteur 10^3 d'écart, ce qui incite à penser que la variation de phase sera plus forte que la variation d'atténuation pour ces éléments.

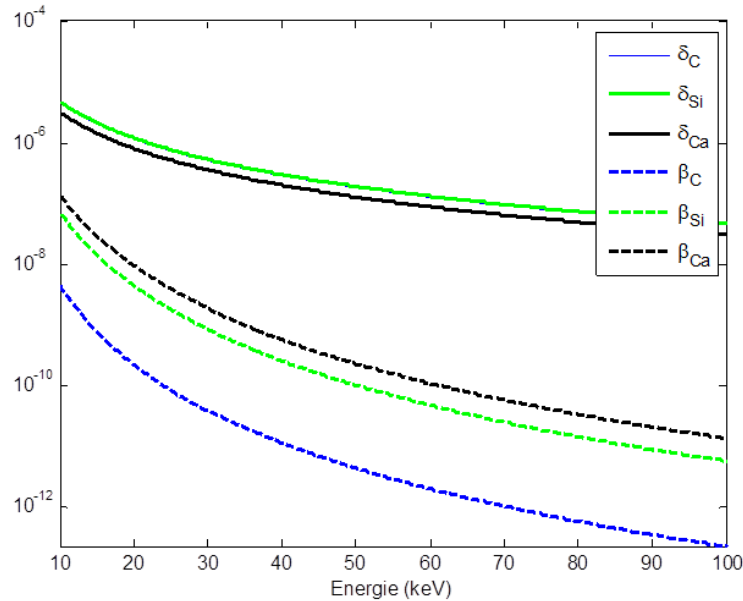


FIGURE 2.6: Évolution du décrément d'indice δ_ω et du coefficient d'extinction β_ω en fonction de l'énergie pour les matériaux : C, Si, Ca.

Afin de le vérifier, calculons l'expression de l'onde électromagnétique U_2 en sortie de matériau par l'équation 2.8 :

$$U_2(x, y, z) = U_2(x, y, 0)e^{-ik \int_0^L n_\omega(x, y, z) dz} = U_2(x, y, 0)e^{-ik(\int_0^L (1-\delta_\omega(x, y, z)) dz + i \int_0^L \beta_\omega(x, y, z) dz)} \quad (2.8)$$

Ainsi le déphasage $\Delta\phi$ de l'onde 2 sur l'onde 1 en sortie de matériau correspond à la différence de phase entre l'onde se propageant dans le milieu et celle se propageant dans le vide sur une même longueur. En rappelant que $\delta_\omega = 0$ dans le vide, il vient l'équation 2.9.

$$\begin{aligned} \Delta\phi(x, y, L) &= k \int_0^L \delta_\omega(x, y, z) dz \\ &= k\delta_\omega(x, y, z) L \end{aligned} \quad (2.9)$$

Si il est possible de mesurer le déphasage de l'onde avec un instrument adapté comme nous le verrons dans la dernière section de ce chapitre, un détecteur classique quadratique n'est sensible qu'au module carré de l'onde électromagnétique. La transmission $T(x, y, z)$ du matériau peut de ce fait se relier au rapport d'intensité avant et après l'échantillon. Elle suit alors une loi de type Beer-Lambert, et se relie à l'atténuation aussi appelée absorption $A(x, y, z)$ par $A(x, y, z) = 1 - T(x, y, z)$. Pour un matériau homogène de longueur L , le facteur de transmission est donné par 2.10. On définira aussi le coefficient linéaire d'atténuation $\mu_\omega(x, y, z)$ par la relation $\mu_\omega(x, y, z) = 2k\beta_\omega(x, y, z)$.

$$T(x, y, z) = \frac{I(x, y, L)}{I(x, y, 0)} = \frac{|U_2(x, y, L)|^2}{|U_2(x, y, 0)|^2} = e^{-2k \int_0^L \beta_\omega(x, y, z) dz} = e^{-\mu_\omega L} \quad (2.10)$$

Dans le cas général, ces deux effets sont formalisés par la fonction de transmission complexe $T_c(x, y, z)$ de l'échantillon 2.11 tenant compte de la transmission réelle en amplitude et du déphasage de l'onde à la traversée du matériau. Dans le cas d'un échantillon complexe hétérogène constitué de différents éléments, sa fonction de transmission complexe sera le produit des fonctions de transmission mono-matériau délimitées par le volume de chacun des éléments dans l'échantillon.

$$T_c(x, y, z) = t(x, y, z)e^{-i\Delta\phi(x, y, z)} \quad (2.11)$$

Avec la transmission de l'échantillon $T(x, y, y)$ se reliant à la transmission en amplitude $t(x, y, z)$ par le module carré : $T(x, y, y) = |t(x, y, z)|^2$.

2.2.2 Réfraction, transmission et réflexion dans le domaine ultraviolets-rayons X durs

L'indice de réfraction des matériaux dans le domaine spectral des ultraviolets aux rayons X durs a la particularité d'être inférieur à 1 contrairement aux domaines spectraux visible et infrarouge pour lesquels l'indice est supérieur à 1. D'autre part, le phénomène de réfraction est très limité car les valeurs de δ_ω des matériaux sont de l'ordre de 10^{-6} , par conséquent l'indice de réfraction est toujours très légèrement inférieur à 1. La réfraction correspond à la déviation d'un rayon lumineux à l'interface entre deux milieux d'indices n_1 et n_2 et suit la relation de Snell-Descartes 2.12, le rayon incident avec un angle θ_1 sur le second milieu est alors dévié d'un angle θ_2 [figure 2.7]. De plus comme c'est le cas dans les rayons X durs, si $n_1 \approx n_2 \approx 1$ alors $\theta_1 \approx \theta_2$, le rayon lumineux traverse la surface sans être dévié, ou très peu.

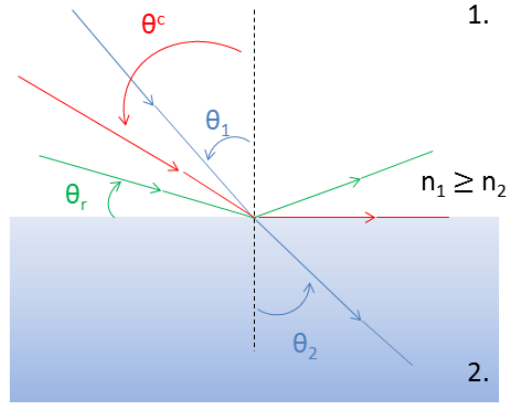


FIGURE 2.7: Schéma du comportement d'un rayon lumineux à la traversée de deux matériaux d'indices différents n_1 et n_2 suivant la loi de Snell-Descartes.

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad (2.12)$$

De plus, la plupart des matériaux possèdent des coefficients d'absorption linéique μ_ω très élevés, de l'ordre de 10^4 pour des énergies inférieures à 10keV . La transmission des matériaux étant l'exponentielle décroissante du produit du coefficient linéique et de l'épaisseur du matériau 2.10, elle descend rapidement à 10^{-5} pour des épaisseurs typiques de l'ordre du millimètre. En revanche, dans la gamme des rayons X durs au-dessus de 10keV , pour des matériaux légers comme le carbone ou le beryllium, ce coefficient d'absorption diminue fortement et atteint des valeurs inférieures à 10^2 . La transmission remonte surtout à haute énergie rendant ainsi la configuration en transmission viable, mais le pouvoir de réfraction lui diminue. Par conséquent beaucoup d'optiques de mise en forme géométrique ou spectrale reposent sur un principe diffractif, ou sont utilisées en réflexion. De plus, seule la configuration en réflexion est achromatique et permet ainsi de travailler sur une large gamme spectrale.

La particularité des optiques X en réflexion provient alors de leur utilisation en incidence rasante dès que l'on travaille dans une gamme spectrale supérieure à $\sim 1\text{keV}$, et très rasante pour des énergies supérieures à 10keV . Dans le cas de la traversée d'un rayon d'un milieu 1 à un milieu 2 avec $n_1 \geq n_2$ comme représenté sur la figure 2.7, il peut se produire un phénomène de réflexion totale si l'angle d'incidence est supérieur à un angle critique θ^c . Ce dernier se calcule dans le cas limite de réfraction avec un angle $\theta_2 = \frac{\pi}{2}$ dans l'équation 2.12. Ainsi, tous les rayons arrivant avec un angle par rapport à la normale inférieur à θ^c seront réfractés dans le matériaux, les autres seront réfléchis. En pratique, dans le domaine des rayons X, nous référencerons l'angle d'incidence des rayons par rapport à l'interface entre les deux milieux et non par rapport à la normale. Nous définissons ainsi l'angle θ_r d'incidence rasante. Nous pouvons convertir l'angle d'incidence critique θ^c en angle critique d'incidence rasante θ_r^c par l'équation 2.13.

$$\theta_r^c = \frac{\pi}{2} - \theta^c = \frac{\pi}{2} - \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right) = \arccos\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \quad (2.13)$$

Ainsi tous les rayons lumineux arrivant sur la surface avec un angle θ_r inférieur à θ_{rc} par rapport à l'interface sont réfléchis selon un angle $-\theta_r$ par rapport à l'interface. Dans

le cas contraire ils sont réfractés ; l'optique perd alors en réflectivité. Nous avons vu précédemment que la fonction δ_ω était décroissante avec l'énergie, ainsi lorsque $E \rightarrow \infty$, $n_2 \rightarrow 1$ et $\arccos \rightarrow 0$ donc $\theta_r^c \rightarrow 0$. Plus l'énergie de travail est élevée, plus cet angle est faible ; nous constatons sur la figure 2.8 qui représente l'angle critique θ_r^c de réflexion en fonction de l'énergie pour un rayon lumineux à l'interface entre le vide et le silicium, matériau très utilisé pour la réalisation de miroirs dans le domaine des rayons X durs, que cet angle est globalement inférieur à 5° dans le domaine des rayons X mous et $0,2^\circ$ pour les X durs. A contrario, dans l'ultraviolet, surtout à basse énergie il est possible de travailler avec des incidences quasi-normales. Dans la section suivante nous ne traiterons principalement que des optiques utilisées dans le domaine spectral des rayons X durs, domaine d'intérêt de ces travaux de thèse.

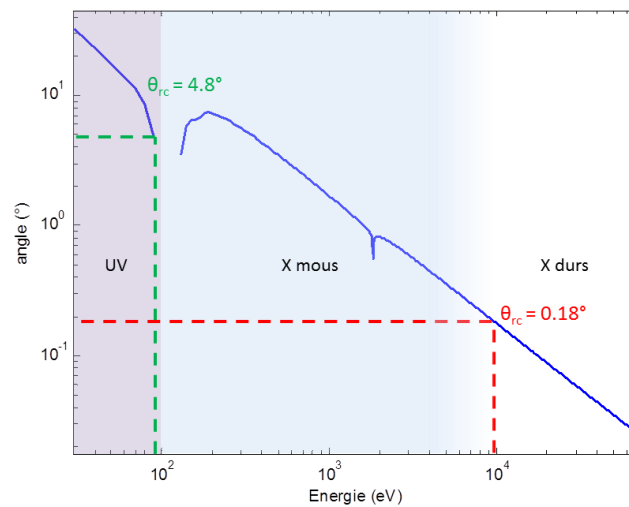


FIGURE 2.8: Angle critique θ^c de réflexion sur une surface en silicium en fonction de l'énergie dans la gamme UV-X durs.

2.2.3 Optiques X de mise en forme du faisceau

Nous pouvons ainsi regrouper les optiques X selon quatre grandes catégories, les optiques en réflexion totale, diffractives, réfractives ou absorbantes. Le diagramme repris de (ANDRÉ et JONNARD, 2012) de la figure 2.9 représente sous ces quatre ensembles les optiques les plus courantes dans le domaine des rayons X et parmi lesquelles nous présenterons plus amplement les miroirs en réflexion totale, les cristaux de Bragg ainsi que les lentilles de Fresnel et lentilles réfractives.

2.2.3.1 Mise en forme spatiale

Il faut distinguer deux types d'optiques ici : les optiques de collection de flux et celles visant à refocaliser la source pour jouir au mieux de ses qualités intrinsèques de cohérence spatiale. Le premier type d'optiques correspond à des miroirs de très grande dimension, pouvant dépasser le mètre en longueur. Il ne s'agit pas d'optique d'imagerie, leur rôle consiste à collecter le maximum de photons et les transporter vers la cabane d'expérience. On les retrouve en général en tête de ligne. Les contraintes de polissage de ces optiques sont moindres, elles ne sont pas limitées par la diffraction mais les spécifications de qualité optique de surface représentent tout de même un challenge surtout sur de telles longueurs. Le

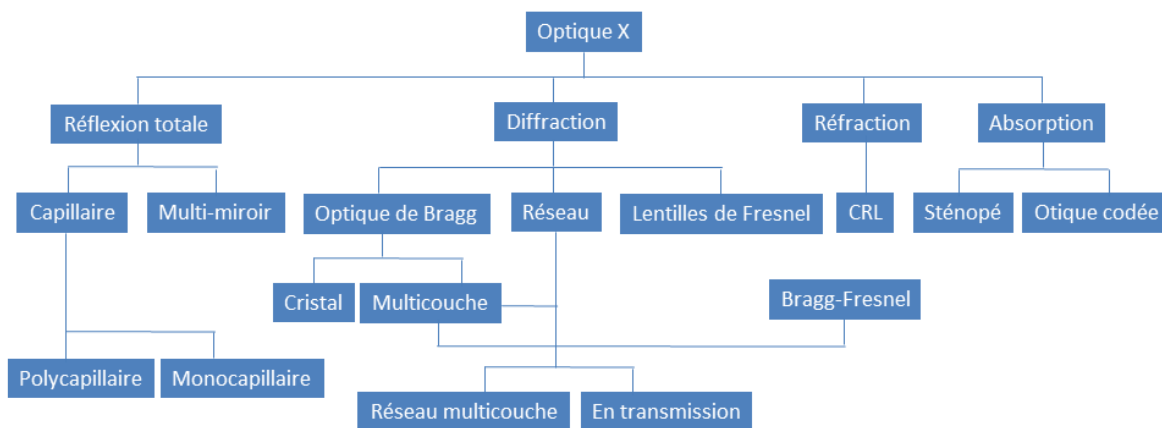


FIGURE 2.9: Diagramme des différents systèmes optiques utilisés dans le domaine des rayons X. Figure issue de (ANDRÉ et JONNARD, 2012).

second type d'optique se retrouve en fin de ligne. Contrairement aux précédentes, elles sont plus petites, de l'ordre de quelques dizaines de centimètres, et leur mode de fonctionnement en imagerie impose des qualités de polissage extrêmes. Nous présenterons plus particulièrement ce type d'optiques dans la suite.

Nous avons vu que les effets relativistes associés aux électrons de très hautes énergies circulant dans l'anneau de stockage limitent fortement la divergence naturelle de la source synchrotron ; nous considérons généralement que le faisceau est collimaté. La mise en forme spatiale principale correspond alors à la focalisation, par exemple pour des applications d'imagerie haute résolution pour laquelle l'enjeu est de pouvoir focaliser le faisceau sur des dimensions typiques de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres (SAKDINAWAT et ATTWOOD, 2010). L'utilisation de ces optiques dépend de leur capacité à être limitées par la diffraction, c'est-à-dire leur capacité à focaliser le faisceau sans dégrader la qualité du front d'onde, et de la gamme d'énergie sur laquelle elles peuvent être utilisées. D'un point de vue spectral, la configuration expérimentale la plus recherchée correspond à la monochromaticité couplée à une accordabilité sur une large bande.

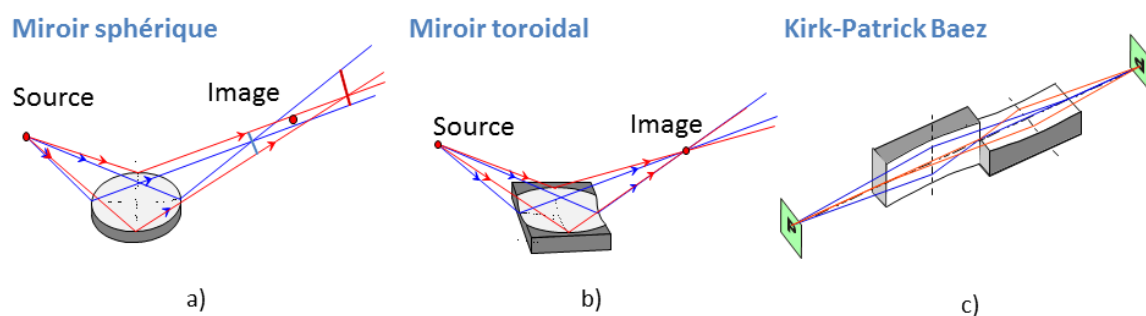


FIGURE 2.10: Différentes configurations de miroirs de focalisation, a) Cas de la focalisation par un miroir purement sphérique, b) Cas d'un miroir toroidal avec deux rayons de courbure différents pour focaliser en un seul point mais de façon non stigmatique, c) Assemblage de type Kirk-Patrick Baez à partir de deux miroirs orthogonaux. Seule configuration rigoureusement stigmatique si les deux miroirs décrivent une portion d'ellipse.

Les miroirs de focalisation réalisent en pratique la conjugaison entre le point source en tête de ligne et la distance de focalisation souhaitée dans la cabane d'expérience. Le rapport de ces deux distances permet de fixer le grandissement de l'image de la source. On retrouve une formule de conjugaison d'optique classique permettant de relier le rayon de courbure R du miroir, l'angle d'incidence θ et donc sa longueur focale f aux distances miroir-source p et miroir-plan image q en valeurs algébriques. Le grandissement se calcule alors par $G = \frac{q}{p}$.

$$\frac{1}{q} + \frac{1}{p} = \frac{1}{f} = \frac{2}{R \sin(\theta)} \quad (2.14)$$

La focalisation en deux dimensions peut se faire par un miroir sphérique en incidence rasante; seulement, dans cette configuration, du fait de la dépendance de la relation de conjugaison avec l'angle d'incidence 2.14, la forme purement sphérique en incidence rasante génère deux points de focalisation distincts dans les deux dimensions comme représenté sur la figure 2.10 a). Ceci correspond à une aberration d'astigmatisme comme nous le verrons ultérieurement. Une première correction consiste à adapter le rayon de courbure transversal de façon à obtenir une forme toroïdale comme représenté sur la figure b). Cette forme assure la focalisation dans les deux dimensions en un seul et même point, mais de façon non rigoureusement stigmatique, c'est-à-dire qu'il ne réalise pas l'image d'un point par un point, et qu'il reste des aberrations, en l'occurrence ici de la coma.

La forme la plus adaptée correspond en réalité à une portion d'ellipse; elle est alors calculée de sorte à placer la source synchrotron et son image en chacun de ses foyers, la propriété de stigmatisme est alors rigoureusement respectée. Il existe deux approches pour réaliser la mise en forme elliptique, soit par taille et polissage dans la masse d'un barreau de silicium par exemple, soit par polissage d'une surface plane et déformation du miroir par actionneurs mécaniques de sorte à réaliser par contrainte la mise en forme elliptique. Un tel miroir limité par la diffraction en dehors des termes de basses fréquences sera mesuré dans le dernier chapitre.

Plutôt que de polir dans la masse, il est plus aisé d'avoir recours à la combinaison de deux miroirs courbes orthogonaux de type Kirk-Patrick Baez [(KIRKPATRICK et BAEZ, 1948), (MIMURA et al., 2005)] chacun des miroirs focalise alors dans une dimension comme le représente la figure 2.10 c). Les performances de focalisation sont optimales lorsque les profils des deux miroirs sont elliptiques.

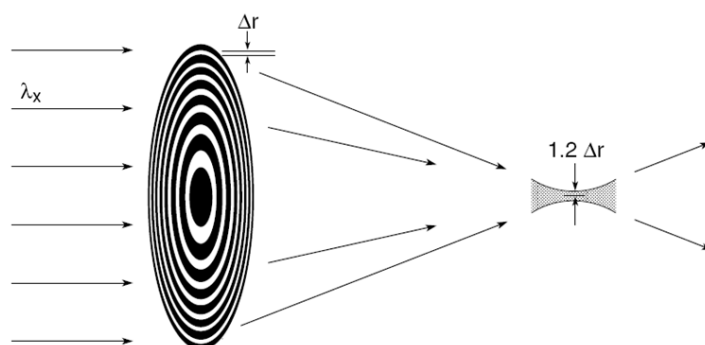


FIGURE 2.11: Lentille de Fresnel et pouvoir de focalisation.

Les lentilles de Fresnel sont des optiques diffractives qui existent depuis longtemps dans le domaine visible (FRESNEL, 1868) et qui ont été adaptées depuis au domaine spectral des

rayons X; nous citerons entre autres (SCHROER, 2006). Ces lentilles focalisent la lumière d'une onde plane incidente par diffraction d'anneaux concentriques calculés de façon à produire des interférences constructives au point focal. La diffraction des anneaux se fait selon plusieurs ordres, et il est en général nécessaire d'ajouter une obturation centrale pour couper l'ordre 0 en transmission au niveau de la lentille et une autre pour sélectionner l'ordre désiré. D'un point de vue théorique la limite de focalisation transverse est imposée par la dimension Δr_n du plus petit anneau situé en bord de lentille selon la relation $\Delta x = 1.22\Delta r_n$. Ces optiques sont réalisées usuellement par lithographie électronique, ce qui permet d'obtenir des dimensions d'anneaux de l'ordre de $20nm$ et donc des dimensions typiques de focalisation transverse de l'ordre de $25nm$. Ces optiques sont chromatiques, et l'on peut exprimer la relation entre la distance focale f , le diamètre D et la longueur d'onde par la relation 2.15.

$$f = \frac{\Delta r_n D}{\lambda} \quad (2.15)$$

Concernant les lentilles réfractives, l'indice de réfraction des matériaux dans le domaine des rayons X durs étant très légèrement inférieur à 1, on retrouve une convexité inversée par rapport aux lentilles dans les domaines visibles et infrarouges comme représenté sur la figure 2.12. Une lentille convergente en rayons X sera donc concave alors qu'une lentille divergente sera convexe [(SNIGIREV et al., 1996), (SNIGIREV et al., 1998)]. D'autre part, du fait du très faible effet de réfraction ($n \sim 1$), il est nécessaire d'utiliser un grand nombre de lentilles, typiquement quelques dizaines à quelques centaines pour obtenir des distances de travail raisonnables. Elles sont généralement réalisées en beryllium du fait de sa faible absorption (LENGELER et al., 1999). De même que pour les miroirs, la forme optimale de la focalisation ne correspond pas à la sphère parfaite mais à l'ellipse que l'on peut approximer au sommet par une parabole [(LENGELER et al., 2002), (EVANS-LUTTERODT et al., 2003)].

$$y = \frac{x^2}{2R} = \frac{x^2}{f\delta_\omega} \quad (2.16)$$

Avec R le rayon de courbure au sommet. La longueur focale de la lentille dans le cas d'un empilement de $2N$ lentilles peut se calculer par :

$$f_{2N} = \frac{R}{2N\delta_\omega} \quad (2.17)$$

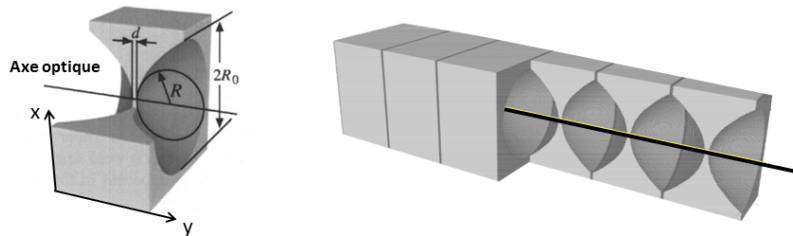


FIGURE 2.12: Lentilles réfractives de focalisation, a) Lentille convergente unique, b) Composé réfractif correspondant à l'association de plusieurs lentilles. Images extraites de "www.rxoptics.de".

Il a été vu en section 2.1.2 que le rayonnement issu des sources synchrotron est naturellement polychromatique, or certaines expériences requièrent un filtrage spectral. Un premier

type de filtrage coupe-bande repose sur les propriétés d'interaction des rayons X avec la matière. En effet pour réaliser un filtre passe-bas, un moyen consiste à utiliser un miroir en incidence rasante ; de cette façon, toutes les énergies inférieures à l'énergie critique correspondant à l'angle d'incidence critique du faisceau X sur le miroir seront réfléchies et toutes les énergies au-dessus seront réfractées réalisant ainsi la fonction de filtrage. Le réglage de l'énergie de coupure se fait selon l'angle d'incidence du faisceau sur l'optique. Le filtrage passe-haut est réalisé par l'intermédiaire de filtres en transmission coupant aux basses énergies. Le filtrage dépend alors des propriétés d'absorption du matériau.

2.2.3.2 Mise en forme spectrale

Lorsque l'expérience nécessite une certaine pureté spectrale, le filtrage se fait par l'intermédiaire de monochromateurs. Il existe une multitude de configurations de monochromateurs selon la gamme spectrale d'intérêt. Dans le domaine X, un premier type repose sur la structuration de la surface afin de diffracter le faisceau selon ses composantes spectrales. La sélection d'une longueur d'onde particulière se fait spatialement par l'intermédiaire d'une fente mobile, ou par ajustement de l'angle d'incidence sur le réseau de diffraction. Ils sont surtout utilisés pour les plus basses énergies. Un autre type de monochromateur repose sur la diffraction de Bragg du faisceau dans la matière ; on les utilise pour une gamme d'énergie plus haute, entre $3\text{keV} - 40\text{keV}$. Ces deux types de monochromateurs sont utilisés en réflexion et en général en couple d'éléments réfléchissant successivement le faisceau selon une configuration en ascenseur 2.13 a) (BILDERBACK et al., 2000). A très hautes énergies ($>45\text{keV}$), les angles critiques sont tellement faibles que l'on préférera des monochromateurs à cristaux en transmission utilisant la diffraction de Laue (YAMAOKA et al., 2000), ce qui permet de limiter leur taille.

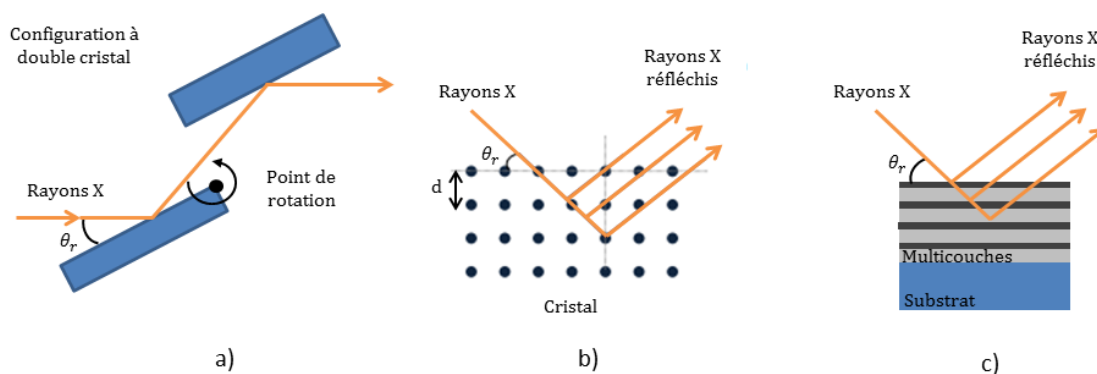


FIGURE 2.13: Différents types de monochromateurs, a) Schéma type d'un monochromateur à deux éléments en configuration ascenseur, b) Diffraction de Bragg dans un cristal entre les plans inter-réticulaires, c) Diffraction de Bragg dans le cas d'un réseau multicouches alternant des matériaux de numéros atomiques Z faible et élevé

Les monochromateurs reposant sur la diffraction de Bragg peuvent être naturellement structurés par un réseau cristallin comme dans le cas des monochromateurs Si(111), ou structuré artificiellement par dépôt de multicouches alternatives de matériaux de numéros atomiques élevé et plus faible (MORAWA et al., 2002). Ainsi la structuration dans la matière permet de retrouver un cas de diffraction de Bragg : l'interférence constructive en réflexion ne se fait que pour un nombre discret de longueurs d'onde, ce qui permet de sélectionner la

longueur d'onde en fonction de l'angle d'incidence du faisceau sur le cristal. La diffraction obéit alors à la relation 2.18 avec q l'ordre diffracté, d la distance entre deux plans cristallins, θ_r l'angle d'incidence rasante et λ la longueur d'onde. Pour des énergies entre 3 et 40keV les angles typiques sont compris entre $\sim 3^\circ - 40^\circ$.

$$2d \cdot \sin(\theta_r) = q\lambda \quad (2.18)$$

Le degré de monochromatisation du faisceau est très différent dans les deux cas ; en effet le paramètre de maille d'un cristal étant de dimension beaucoup plus faible que les épaisseurs de dépôts des multicouches, la largeur de bande diffractée est plus sélective. On atteint des degrés de monochromatisation de l'ordre 10^{-4} contre quelques 10^{-2} avec des monochromateurs multicouches. La contrepartie est que le flux dans le cas du monochromateur à cristaux est beaucoup plus faible. Nous présenterons également dans le dernier chapitre la caractérisation d'un cristal de monochromateur grâce à l'instrument développé au cours de cette thèse.

2.3 Ligne de Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL

Ouverte à la communauté scientifique en 2009, la ligne de Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL est une ligne dédiée à la métrologie et la caractérisation de composants optiques et de détecteurs. Elle adresse les besoins généraux de SOLEIL, des autres lignes de lumières, des groupes supports (Optique et Détecteurs), ainsi que de ses partenaires : le CEA-DAM et le LNE. Il s'agit d'une ligne accessible pour une large gamme d'expériences et de tests de configurations expérimentales, ouvertes à de multiples communautés scientifiques pour leurs besoins de recherche et développement. Elle accueille également une station LIGA (Lithographie, Galvanoformung, Abformung) (BACKER et al., 1982), en collaboration avec TRT (Thalès Research and Technology) pour la réalisation de micro-structures répondant aux besoins internes de SOLEIL ou d'industriels. Les développements *R&D* principaux de la ligne correspondent à l'instrumentation pour la métrologie que ce soit par le développement de senseurs de front d'onde de type Hartmann ou par interférométrie, ou le développement d'optiques. Les thématiques de recherches associées à l'imagerie par contraste de phase y sont également développées.

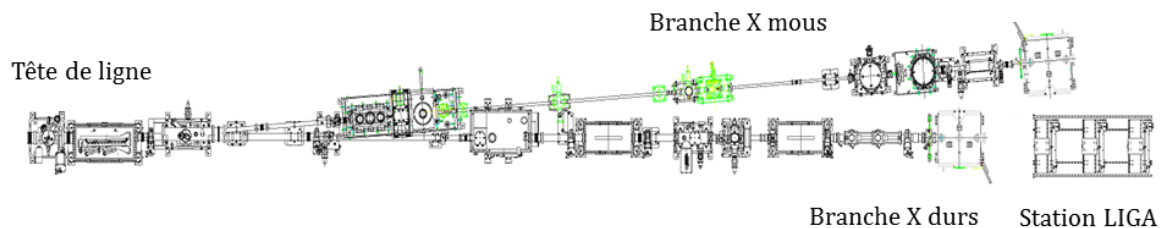


FIGURE 2.14: Ligne de Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL.

La figure 2.14 montre que la ligne de lumière est divisée en deux branches, une dédiée au rayonnement ultraviolet extrême et rayons X mous, et l'autre, dédiée au rayonnement X dur. La première fonctionne sur une gamme d'énergie entre 30eV et 1,8keV avec un monochromateur composé de trois réseaux plans VLS (Variable Line Spacing) de 1200, 300

et 75 lignes par millimètre. Un filtre passe-bas peut être inséré pour la réjection d'harmoniques d'ordres supérieurs générés par les réseaux et permettant ainsi d'atteindre une pureté spectrale meilleure que 99%. La ligne est également équipée d'un goniomètre deux axes " θ - 2θ " pour la métrologie des optiques (réflectivité, efficacité des réseaux de diffraction multicouches, etc...). Le faisceau focalisé atteint à mi-hauteur une dimension de $100 \times 200 \mu\text{m}^2$ ($V \times H$).

La branche X durs permet d'accéder à des énergies entre 100eV et 40keV avec possibilité de travailler avec l'ensemble du spectre émis par l'aimant de courbure en faisceau blanc. Trois monochromateurs sont disponibles, un double cristal $\text{Si}(111)$ pour des énergies entre 3 et 40keV , un monochromateur multicouches $\text{Cr}/\text{B}_4\text{C}$ pour une gamme entre 0,5 et 3keV ainsi qu'un monochromateur à réseau en nickel pour accéder aux très basses énergies, entre 0,1 et $0,8\text{keV}$. Une optique de focalisation verticale peut être insérée, et, de même que pour la branche X mous, un goniomètre est à disposition dans la cabane d'expérience. Vient ensuite la fenêtre délimitant la fin de ligne, soit en beryllium soit en diamant. Une table optique avec trois tours de positionnement motorisées permet d'installer un grand nombre d'expériences différentes. Enfin la station d'exposition LIGA arrive en fond de cabane, et peut être raccordée à la fin de ligne (2.14). Dans le cadre des expériences menées au cours de ces travaux de thèse, nous n'avons travaillé que dans deux configurations : en monochromatique derrière le monochromateur $\text{Si}(111)$, ou en faisceau blanc. Un schéma de la ligne en figure 2.15 illustre les deux cas de figures. Nous y avons reporté les ouvertures maximales du faisceau, mais en général pour nos expériences les fentes sont ouvertes au maximum à $3 \times 3\text{mm}^2$. Enfin, la table optique dans la cabane expérimentale, sur laquelle se montent les diverses expériences, est située à 32m de la source (soit à 1m de la fenêtre de diamant).

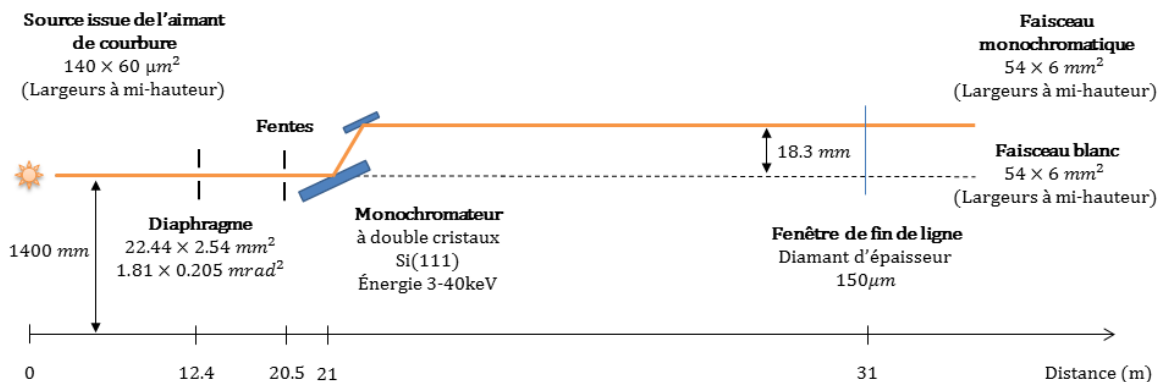


FIGURE 2.15: Schéma de la ligne Métrologie, dans les configurations expérimentales des développements de ces travaux de thèse.

En tenant compte de l'ensemble des paramètres de la machine, et des paramètres géométriques de la ligne, résumés dans table 2.1, nous pouvons calculer grâce au logiciel XRV (« Software X-ray Vision applied by Caminotec ») les spectres de la figure 2.16 pour une ouverture de fente $1 \times 1\text{mm}^2$ à 32m de la source. La première figure correspond au spectre obtenu avant la traversée de la fenêtre diamant de $150\mu\text{m}$ d'épaisseur. La seconde correspond au spectre après propagation dans 1m d'air. Pour ce dernier, les basses énergies sont coupées. Les équations de la section 2.1.2. donnent une longueur d'onde centrale ainsi qu'une largeur à mi-hauteur autour de $10,05\text{keV}$ pour les paramètres machine de la table 2.1 ; la courbe ci-dessus est piquée autour de $10,3\text{keV}$ et à mi-hauteur est large de $\sim 12\text{keV}$.

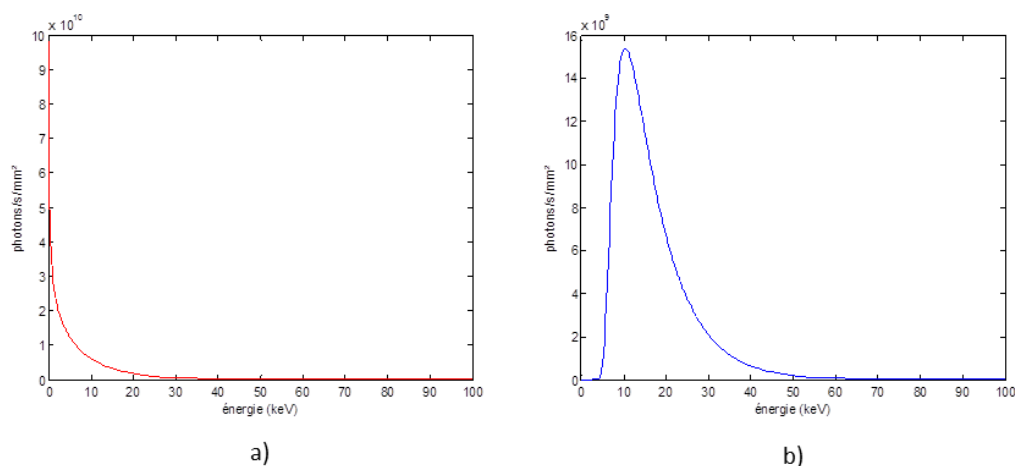


FIGURE 2.16: Spectre de la ligne Métrologie et Tests simulé à partir des paramètres de la table 2.1, a) En amont de de la fenêtre de sortie de faisceau, sous vide, b) Après propagation dans 1m d'air après la traversée de la fenêtre de 150 μ m de diamant.

TABLE 2.1: Paramètres machine et géométrique de la ligne de Métrologie et Tests du synchrotron SOLEIL.

Paramètres machine	valeurs
Énergie de l'anneau (GeV)	2,75
Rayon magnétique de l'aimant (m)	5,3
Intensité de charge (A)	0,45-0,5
Largeur à mi-hauteur de la source horizontale (μm)	141,3
Largeur à mi-hauteur de la source horizontale (μm)	59
Réglage de la ligne	valeurs
Divergence horizontale ($mrad$)	0,03125
Divergence verticale ($mrad$)	0,03125
Distance Source-Fentes (m)	32
Fentes (mm)	1 \times 1
Distance d'air (m)	1

2.4 Instrumentation pour la métrologie et l'imagerie de phase en rayons X

Les méthodes de métrologie en rayons X ont usuellement été transposées et adaptées des méthodes utilisées en métrologie optique visible. On retrouve les tests de Foucault (MALACARA, 2007) et de Ronchi (RONCHI, 1923a) ainsi que l'interférométrie à réseau de façon plus générale et de speckle (MALACARA, 2007). D'autres méthodes de type géométrique comme l'analyse de déflexion de faisceau, les tests de Hartmann (SHACK et PLATT, 1971) sont aussi très répandues pour leur simplicité de mise en œuvre et leur robustesse.

La transposition de ces méthodes peut être alors directe lorsqu'elles ne requièrent qu'un montage expérimental simple, ou au contraire dépend fortement des contraintes associées à chaque domaine de longueur d'onde et de la maturité technologique de développement des optiques et détecteurs. Nous présenterons dans cette section les méthodes d'analyse géométriques et interférométriques historiquement les plus employées sur sources synchrotron, ainsi que celles apparues plus récemment. De plus nous ajouterons à cet éventail de techniques certaines utilisées principalement en imagerie de phase. Enfin nous résumerons les performances annoncées par la littérature et présenterons selon nos critères d'intérêts : sensibilité de mesure, résolution spatiale sur échantillon, indépendance spectrale, et possibilité de calibration absolue, la solution technique envisagée pour ce travail de thèse.

2.4.1 Éléments de contexte

2.4.1.1 Besoins en termes de métrologie

L'évolution de la métrologie optique sur synchrotron a suivi les avancées des développements des accélérateurs, sources X et des optiques. Elle permet de contrôler et soutenir l'optimisation des sources, la caractérisation d'optiques élémentaires dans leurs conditions de fonctionnement et donc de contrôler l'alignement optimal des lignes de lumières et enfin de corriger les faisceaux X *in-situ* par le biais d'optiques déformables dans des configurations de boucles d'optiques actives. On parle alors couramment d'analyse de front d'onde.

Les instruments d'analyse de surface d'onde permettent de mesurer la phase (ou un mesurande lié, comme la dérivée ou le laplacien) de l'onde électromagnétique associée à la propagation du faisceau. Ils permettent ainsi de mettre en évidence des défauts inhérents aux sources ou introduits par les optiques sur le chemin du faisceau. Les facteurs à l'origine de ces dégradations sont multiples : dilatation thermique liée à la puissance déposée par le faisceau sur l'optique, qualité de fabrication, mauvais alignement des optiques sur la ligne, contraintes mécaniques déformant l'élément. Ces déformations du front d'onde sont décomposées en aberrations que nous choisirons de décrire ici à partir du formalisme de Frederik Zernike (BORN et WOLF, 2000).

Néanmoins la première formalisation des aberrations optiques a été faite en 1857 (SEIDEL, 1856) par Ludwig Von Seidel où il fait apparaître les aberrations du 3^{ème} ordre que sont l'aberration sphérique, la coma, l'astigmatisme la courbure de champ et la distorsion. La description analytique est améliorée en 1936 par Frederik Zernike, qui développa la base orthogonale (sur un support disque) des polynômes de Zernike. Cette base est particulièrement utilisée en métrologie optique visible et infrarouge. Cette description peut être reliée à la décomposition de Seidel (WYANT et CREATH, 1992) et permet de pousser plus loin la description des aberrations aux ordres supérieurs. Les polynômes associés aux ordres 3 et 5 sont représentés sur la figure 2.17, et l'équation mathématique d'un polynôme quelconque Z_n^m avec $(m, n) \in N^2$ est rappelée par la relation 2.19. Les deux premiers polynômes représentent un défaut de pointé du faisceau, le troisième, un défaut de mise au point associé à une courbure. Les suivants relèvent davantage des défauts de polissage d'une optique seule ou des déformations introduites par le maintien mécanique de celle-ci, ou encore elles correspondent au décentrement, désalignement d'optiques entre elles au sein d'une combinaison. On relève dans l'ordre ; l'astigmatisme à 0° , celui à 45° , la coma du troisième ordre dans les deux directions et le défaut de sphéricité créant de l'aberration sphérique. Chacun de ces polynômes représente l'équilibre parfait entre les différents termes minimisant l'écart-type du polynôme sur la pupille. L'ajout d'autres polynômes ne fera alors qu'augmenter l'écart-type. De plus, leur moyenne est nulle sur la pupille.

$$\begin{cases} Z_n^m(\rho, \phi) = R_n^m(\rho) \cos(m\phi) \\ Z_n^{-m}(\rho, \phi) = R_n^{-m}(\rho) \sin(m\phi) \end{cases} \quad (2.19)$$

Où,

$$R_n^m(\rho) = \sum_{k=0}^{\frac{(n-m)}{2}} \frac{(-1)^k (n-k)!}{k! \left(\frac{n+m}{2} - k\right)! \left(\frac{n-m}{2} - k\right)!} \rho^{n-2k} \quad (2.20)$$

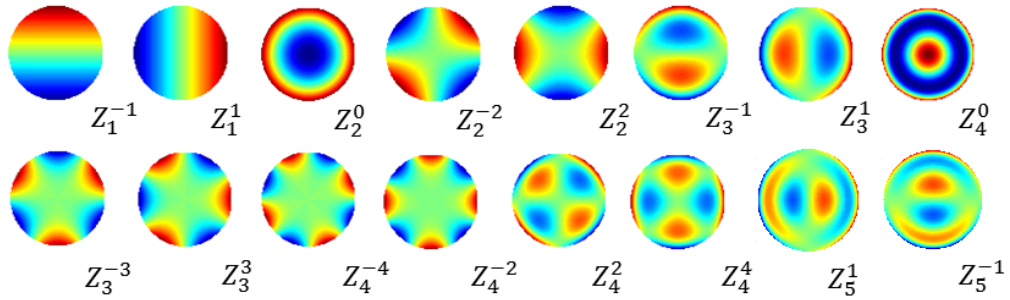


FIGURE 2.17: Polynômes de Zernike, les trois premiers termes de la première ligne correspondent aux défauts de pointés et de courbure du faisceau, puis les suivants, aux aberrations du troisième ordre. La seconde ligne correspond à une partie des aberrations du cinquième ordre.

Si cette décomposition peut paraître abstraite, il est intéressant de rappeler que le front d'onde de chacun d'entre eux représente la surface isophasse de l'onde électromagnétique perpendiculaire à la distribution des vecteurs directeurs de l'ensemble des rayons lumineux. Cette considération permet de faire le lien entre des aberrations très fortes dites géométriques associées à de fortes déviations des rayons lumineux mais permet d'étendre plus loin l'analyse à des front d'onde très peu aberrants en limite de diffraction. Ainsi la connaissance de l'écart-type du front d'onde dans la pupille permet alors de quantifier sa qualité par rapport à la limite de diffraction. André Maréchal (MARÉCHAL, 1947) énonce qu'un système optique est limité par la diffraction si l'écart-type RMS entre le front d'onde idéal et le front d'onde aberrant est inférieur à $\frac{\lambda}{14}$, et de façon équivalente si l'écart maximum sur la pupille ("Peak to Valley" en anglais) est inférieur à $\frac{\lambda}{4}$.

En réalité, en métrologie d'optiques X cette décomposition est peu adaptée car les pupilles des optiques sont très souvent rectangulaires et non rondes. Il est d'usage d'utiliser la décomposition sur les polynômes de Legendre, notés ici $L_n(x)$ à une dimension. Ils peuvent être définis à partir de la formule de Rodrigues 2.21, et nous avons représentés les premiers termes pour $n \in [1; 4]$ sur la figure 2.18. Le terme pour $n = 0$ est normalisé et vaut $L_0(x) = 1$.

$$L_n(x) = \frac{1}{2^n n!} \frac{d^n}{dx^n} [(x^2 - 1)^n] \quad (2.21)$$

À titre d'exemple, prenons la focalisation d'un faisceau X en limite de diffraction pour des énergies inférieures à 20keV ($\lambda = 62\text{pm}$) par un miroir plan courbé par des actionneurs mécaniques réglables. Les aberrations de plus basses fréquences comme la courbure ou la

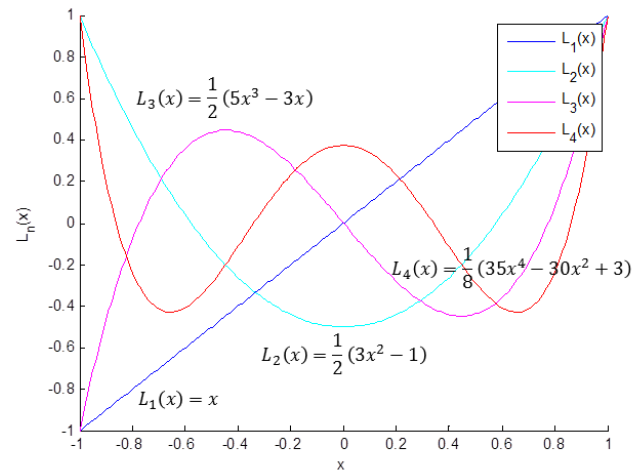


FIGURE 2.18: Polynômes de Legendre utilisés pour décrire la plus grande partie des aberrations optiques dans ce manuscrit.

coma peuvent être corrigées par les actionneurs, on spécifie alors une amplitude maximale sur la pupille dans la dynamique de correction pour ces aberrations. En revanche pour celles d'ordre supérieur, le critère de Maréchal impose que le front d'onde en sortie d'optique soit de l'ordre de $4,4\mu m$ RMS pour être limité par la diffraction. Les défauts de forme du miroir ne doivent donc pas entraîner de déformations du front d'onde excédant cette valeur. L'utilisation en incidence rasante autour de $0, 2^\circ$ permet de limiter cette contrainte sur la hauteur maximale des défauts sur l'optique car la déformation réelle du front d'onde dépend également de l'angle d'incidence rasante 2.22. Ainsi, h la hauteur des défauts est inversement proportionnelle au sinus de l'angle d'incidence rasante θ_r . La figure 2.19 montre le retard total accumulé Δ par le rayon 1 sur le rayon 2 en fonction de la hauteur du défaut. Ainsi le retard causé par un défaut doit satisfaire $\Delta \leq 4,4\mu m$ RMS ce qui entraîne des défauts de surface en hauteur tolérables tels que $h \leq 0,7nm$ RMS.

$$\Delta = \Delta_1 + \Delta_2 = 2\sin(\theta_r) h \tag{2.22}$$

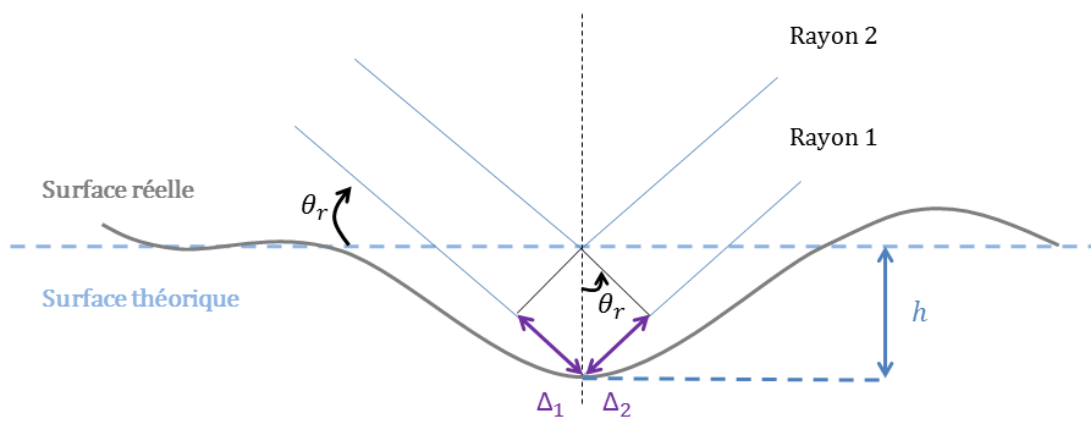


FIGURE 2.19: Défaut de forme

Ces performances de polissage peuvent être atteintes actuellement grâce à deux techniques de polissage ; par faisceau d'ions (ZIEGLER et al., 2010), et par action de particules

TABLE 2.2: Spécifications de surface pour les miroirs X.

Définition du défaut	Spécification	longueur d'onde spatiale
Erreur de hauteur	$\leq 1.0nmRMS$	$1mm - 1m$
Rugosité	$\leq 0.2nmRMS$	$20\mu m - 1mm$
Rugosité haute fréquence	$\leq 0.4nmRMS$	$20nm - 20\mu m$

de poudres mélangées à de l'eau ultra pure (YAMAUCHI et al., 2002). Souvent ces optiques sont contrôlées par le fabricant et sur installations synchrotron, dans le domaine visible, dans les laboratoires de métrologie optique. Nous y retrouvons différents instruments permettant de contrôler les surfaces optiques sur une certaine gamme de fréquences spatiales. Les "long trace profiler" (LTP) [(TAKACS, QIAN et COLBERT, 1987), (QIAN, JARK et TAKACS, 1995), (QIAN et TAKACS, 2007)] et Nanometer Optical Measuring machine (NOM) [(SIEWERT et al., 2004), (ALCOCK et al., 2010)] assurent la mesure 1D des défauts basses fréquences (supérieurs à $1mm$) et de la courbure du miroir. D'autres instruments de mesure plein champ permettent d'accéder à une information en 2D à plus hautes fréquences (inférieures à $1/20\mu m^{-1}$), comme les interféromètres de type Michelson ou Fizeau. Seulement ils ne peuvent en général pas mesurer la totalité de l'optique et une procédure de "stitching" est nécessaire (THOMASSET, 2014). D'autre part, l'analyse des franges nécessite une mise au point de l'instrument sur la surface du miroir à chaque déplacement de la tête; l'interféromètre n'est alors pas sensible à la courbure du miroir. Enfin la mesure à plus haute fréquence encore, permet d'accéder à la rugosité de surface, mesure extrêmement importante, car la réflexion spéculaire peut être accompagnée d'une réflexion diffuse diminuant les performances intrinsèques de l'optique. Les rugosités typiques réalisées par super polissage sont alors de l'ordre de l'angström RMS et peuvent être contrôlées par exemple par microscopie à force atomique (AFM) (ALS-NIELSEN et MCMORROW, 2011).

Mesurer de telles performances dans le domaine visible n'est alors pas aisé, car il est nécessaire de s'affranchir entre autres des turbulences. De plus, si il est impératif de pouvoir contrôler en visible ces optiques de qualité extrême, il est tout aussi capital de pouvoir aligner, et optimiser ces optiques par des moyens de métrologie *in-situ* sur faisceau X dans leurs conditions de fonctionnement. La table 2.2 résume les amplitudes typiques des défauts tolérés associés à leur fréquence spatiale, extraites de la littérature.

Ainsi, en termes de cahier des charges, nous avons besoin d'un analyseur de surface d'onde dont la résolution spatiale (sur le front d'onde) est inférieure à $10\mu m$ pour atteindre des fréquences spatiales sur échantillons de l'ordre du millimètre. Il doit être capable de mesurer des défauts de surface d'onde sub-picométriques, mais doit également avoir une dynamique de mesure suffisante pour mesurer des fronts d'onde de forte amplitude. Notamment, il doit pouvoir permettre la mesure d'un front d'onde sphérique d'une source située à "l'infini" jusqu'à une trentaine de centimètres de l'analyseur.

2.4.1.2 Imagerie d'absorption et imagerie de phase

Nous ferons ici une parenthèse sur le domaine des rayons X, car l'imagerie de phase n'est pas exclusive à ce domaine de longueurs d'onde, et se retrouve également dans le domaine visible. Notamment en microscopie de phase quantitative (BON et al., 2009), pour, entre autres, l'identification de compartiments cellulaires, ou la mesure optique de la masse cellulaire en biologie, mais également pour des applications physiques comme la mesure du déphasage de Gouy (BON et al., 2012).

Revenons au domaine des rayons X, et plus particulièrement aux notions d'interaction du rayonnement avec la matière. Celles-ci sont capitales pour envisager le potentiel et les limites de l'imagerie d'absorption et de phase dans le domaine des rayons X. De nombreuses études ont été menées et ont démontré l'intérêt de cette modalité d'imagerie en complémentarité de l'imagerie d'absorption traditionnelle dans le cas d'échantillons faiblement absorbants, et ce, au travers de différentes méthodes instrumentales sur lesquelles nous reviendrons par la suite. Ces recherches ont été menées tant sur source synchrotron [(CLOETENS et al., 1996), (MOMOSE, 2003), (WEITKAMP et al., 2005), (MOMOSE, YASHIRO et TAKEDA, 2008)] en profitant des qualités de cohérence du rayonnement, mais également sur source de laboratoire [(NUGENT et al., 1996), (PFEIFFER et al., 2006), (KIDO et al., 2010)], dans une démarche de valorisation des techniques de recherche vers les applications industrielles. Nous arrivons à l'heure actuelle aux premiers prototypes de scanners commerciaux pour le diagnostic médical sur le petit animal (BECH et al., 2013) avec l'étude de l'emphysème pulmonaire, ou chez l'homme avec notamment en cours l'étude sur un scanner dédié au diagnostic de l'arthrite (MOMOSE et al., 2014) et d'autres dédiés à la mammographie (STAMPANONI et al., 2011). Ces études, dont certaines sont aux stades pré-clinique et clinique, montrent que l'imagerie par contraste de phase permet de révéler des détails sur les cartilages ou tumeurs auxquels on accède difficilement avec la seule imagerie par contraste d'absorption.

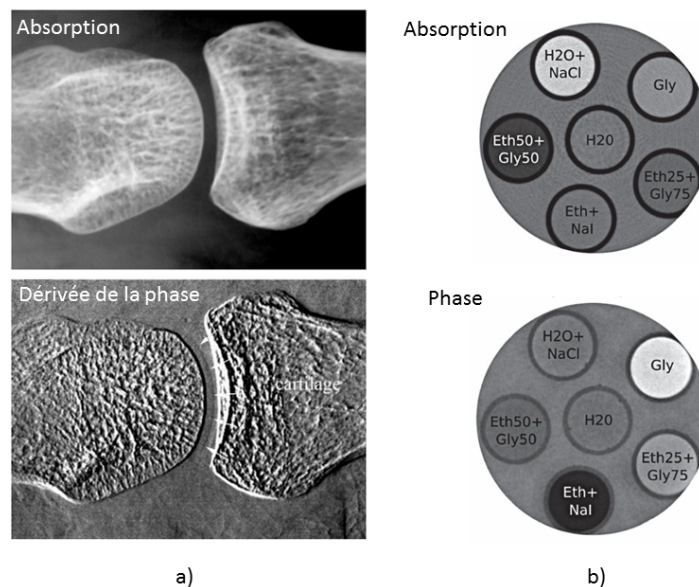


FIGURE 2.20: a) Comparaison de l'image d'absorption et du gradient de la phase dans le cas de l'observation du cartilage, figures extraites de (TANAKA et al., 2013), b) Utilisation quantitative d'un Fantôme pour la comparaison des deux types d'imagerie, figures extraites de (TAPPER et al., 2012).

Une illustration de ce constat, est proposée dans la figure 2.20 au travers de deux exemples. La comparaison entre les deux images n'est pas toujours équitable dans la littérature, et comme c'est le cas ici sur la figure a) issue de (TANAKA et al., 2013), car souvent sont présentés les gradients en comparaison à l'image d'absorption. Or les gradients sont naturellement révélateurs des contours et discontinuités d'un objet ce qui fait subjectivement pencher la balance en faveur de l'imagerie de phase. Cependant, les dispositifs sensibles à la phase représentent toujours des instruments dont le potentiel permettrait de limiter les doses sur patients et apporter un contraste complémentaire à celui de l'absorption. Sur la figure b) issue de (TAPPER et al., 2012), présentant les résultats d'un premier prototype de scanner

pour l'imagerie du petit animal, est reporté de façon quantitative l'analyse des propriétés d'absorption et de déphasage de différents fluides. Les mesures de l'absorption ont permis de remonter aux coefficients μ_ω et δ_ω pour chaque matériau avec un très bon accord. De plus les différences de niveaux de gris pour chacun des liquides montrent l'intérêt d'utiliser les deux canaux d'imagerie. Par exemple, le contraste entre $H_2O + NaCl$ et $Eth50 + Gly50$ est beaucoup plus prononcé en imagerie d'absorption alors que le couple $Eth + NaI$ et Gly est mieux contrasté en imagerie de phase.

En revanche, sur des échantillons plus complexes nous verrons qu'il n'est pas toujours aussi aisé de démontrer l'intérêt de l'imagerie de phase en complémentarité de l'imagerie d'absorption. Afin d'évaluer la sensibilité de cette variation pour chacun des types d'imagerie, nous proposons de différencier les équations 2.10 et 2.9 afin d'estimer les coefficients de variation de chacune de ces grandeurs 2.23 :

$$\begin{cases} dt(x, y, z) &= -\mu_\omega e^{-\mu_\omega z} dz = K_1(z) dz \\ d\Delta\phi(x, y, z) &= k\delta_\omega dz = K_2 dz \end{cases} \quad (2.23)$$

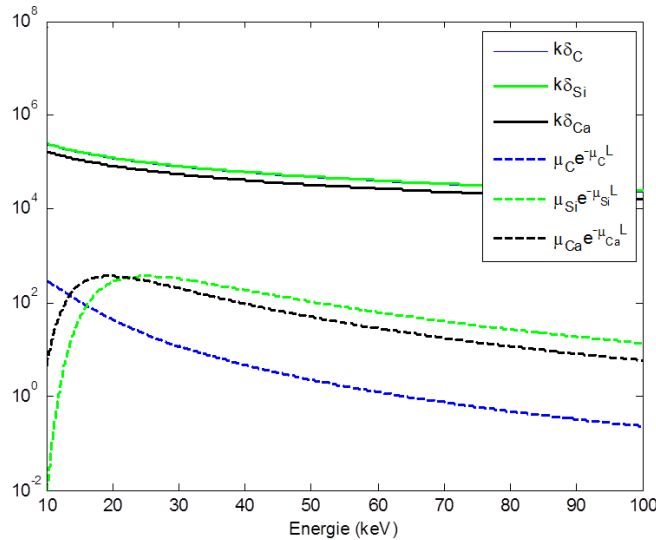


FIGURE 2.21: Évolution des coefficients K_1, K_2 dans le domaine X durs pour les matériaux, carbone, silicium et calcium.

Nous avons représenté ensuite en figure 2.21 l'évolution des coefficients K_1, K_2 en fonction de l'énergie. Le coefficient de transmission $K_1(z)$ est évalué pour une épaisseur typique d'échantillon de l'ordre du millimètre, valeur proche de la dimension caractéristique des éléments analysés en transmission au cours de cette thèse. Cette figure démontre que l'on a bien des coefficients $K_1 \leq K_2$ sur cette gamme d'énergie pour le carbone, le silicium et le calcium. Nous pouvons nous attendre à une sensibilité de mesure supérieure concernant la phase, et ce, d'un facteur 10^4 . En revanche, si la mesure de phase semble plus sensible, nous constatons qu'entre les matériaux, la variation des K_2 est très nettement inférieure à la variation des K_1 . De fait, les contrastes en imagerie de phase par rapport à l'imagerie d'absorption pour un échantillon constitué de matériaux très différents seront nécessairement moins bons, ce que nous constaterons au chapitre 6 sur un échantillon archéologique très hétérogène en composition. Et ceci peut déjà se ressentir sur l'image de dérivée présentée en figure 2.20 a), en dehors des zones de transition dans l'échantillon, les niveaux de gris de l'image sont très proches, c'est-à-dire que la moyenne de la dérivée est globalement égale entre les zones avec un os et une zone où seuls des tissus mous sont présents.

Par conséquent, les phases auront nécessairement des valeurs très proches dans les deux cas contrairement à ce que l'on constate sur l'image d'absorption. Nous aurons l'occasion de revenir sur ces aspects dans la partie concernant les résultats d'imagerie de phase en fin de manuscrit.

2.4.1.3 Vocabulaire de métrologie

Avant de commencer la présentation de ces instruments et méthodes d'analyse, nous estimons qu'il est important de définir les termes de métrologie que nous emploierons dans la suite car il n'est pas rare que ces termes soient utilisés différemment selon les auteurs. En reprenant le Vocabulaire International de la Métrologie nous définissons ainsi la répétabilité de mesure comme l'étroitesse de l'accord entre les résultats de mesurages successifs du même mesurande pour des mesurages effectués dans des conditions de mesure identiques. La reproductibilité d'une mesure correspond à la répétabilité prise dans des conditions de mesures différentes. Ces deux données peuvent être quantifiées par étude statistique ; la répétabilité est l'écart-type de la distribution de mesure. L'incertitude de mesure sera nécessairement supérieure à la répétabilité car nous la définirons comme la quantité proportionnelle à la répétabilité dont le facteur est supérieur à 1 et suit la loi de Student (ROUAUD, 2012) dans le cas de mesures indépendantes. L'incertitude sera alors exprimée, selon ce facteur, à un intervalle de confiance donné.

Le biais de mesure sera défini comme l'écart entre la valeur vraie de la quantité à mesurer, et la moyenne de la distribution des valeurs mesurées. Plus le biais est important moins nous qualifierons la mesure de précise. Ainsi, nous détaillerons l'importance de la calibration : il s'agit du processus expérimental permettant de quantifier au moins un paramètre de la mesure ou de l'instrument et pouvant *a priori* être sujet à des variations aléatoires ou biais systématiques. Nous définirons la calibration absolue comme la procédure assurant, à partir d'un objet de référence, la calibration de l'ensemble des paramètres nécessaires de l'instrument de mesure et permettant de prendre en compte la totalité des biais dont peut souffrir la mesure. Suite à cette calibration, les mesures ultérieures effectuées sont absolues et non relatives. Nous avons représenté sur le schéma 2.22, ce vocabulaire appliqué à l'exemple de la mesure d'une position dans le plan (x, y) .

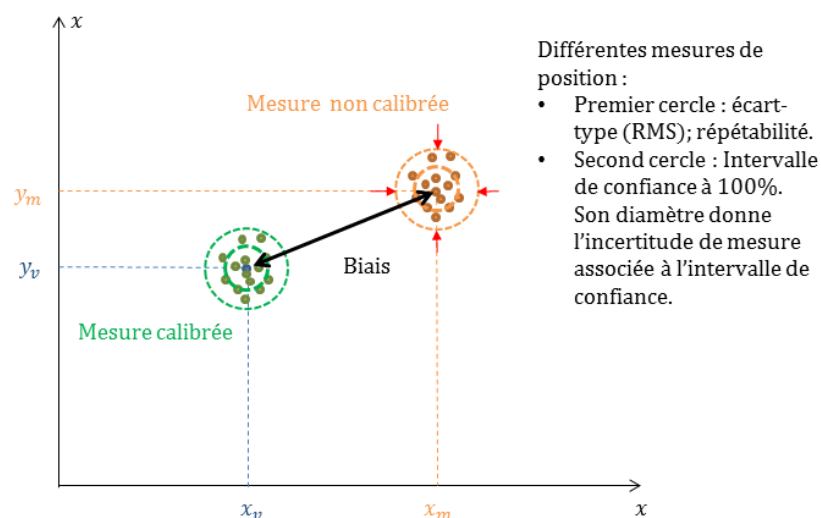


FIGURE 2.22: Schéma d'une mesure de position (x, y) .

A contrario, la mesure relative sera identifiée comme une mesure effectuée en référence à une autre mesure mais qui n'aurait pas fait l'objet d'une calibration de l'instrument ; elle consiste le plus souvent à comparer les jeux de données extraits de l'instrument avec et sans échantillon. Cette calibration, ou la possibilité de la réaliser, est donc primordiale car elle seule garantit la quantification absolue des mesures faites avec l'instrument.

Enfin, nous parlerons de la résolution dans le cas de la mesure plein champ d'une surface d'onde. D'un point de vue spatial, elle correspond à la fréquence spatiale maximale d'un échantillon détectée par l'instrument. En termes de résolution sur la surface d'onde, nous parlerons plutôt de sensibilité de mesure. Celle-ci correspond à la valeur minimale se dégageant du bruit de mesure estimé par la répétabilité. Ces deux derniers points sont souvent difficiles à quantifier et dépendent en réalité du défaut (fréquence spatiale, amplitude...) que l'on souhaite mesurer et avec quel rapport signal sur bruit. Ce type de démarche qualité en fonction de la mission choisie a été formalisée dans des domaines différents en photométrie infrarouge (KATTNIG, FERHANI et PRIMOT, 2001), mais nous ne rentrerons pas dans ce niveau de détail. Notre objectif étant de mesurer principalement des optiques X limitées par la diffraction, et donc de qualité extrême, nous simplifierons cette démarche en considérant que l'on cherche à mesurer une surface d'onde quasi-plane le plus précisément possible, et donc à minimiser le bruit de mesure, et donc la répétabilité.

2.4.2 Méthodes géométriques

Ces techniques d'analyses reposent le plus souvent sur un élément absorbant conçu pour avoir un comportement binaire vis-à-vis du faisceau à analyser. Le filtrage résultant de l'utilisation de cet élément dans le faisceau permet alors de délimiter une ou plusieurs sous-pupille(s) dans laquelle/lesquelles on analyse les déplacements transversaux des rayons lumineux. Elles sont usuellement simples à mettre en place, et fonctionnent pour toute longueur d'onde pourvu que l'élément filtrant et la détection soient appropriés au type de rayonnement.

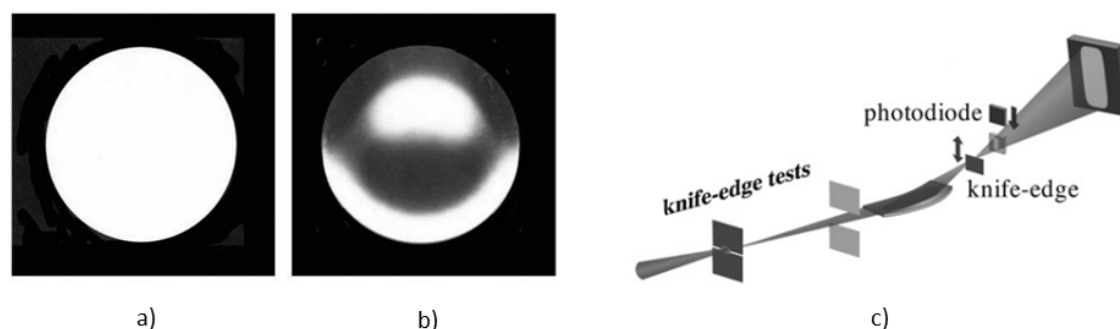


FIGURE 2.23: Méthode d'analyse par foucaultage, a) Intensité projetée sur le détecteur avant introduction du bord franc, b) Foucaultgramme obtenu après introduction du bord franc, c) Montage type d'analyse Foucault en rayons X. a) et b) sont extraites de (MALACARA, 2007), et c) est extraite de (YUAN et al., 2011).

La méthode la plus simple à mettre en œuvre correspond au test de Foucault. Il permet de discriminer avec une grande efficacité mais de façon qualitative les fortes aberrations qui par conséquent se restreignent souvent au troisième ordre. Il consiste à venir filtrer en sortie

d'une optique convergente avec un bord franc. La projection du faisceau filtré sur un détecteur génère une figure d'illumination dont le contraste révèle les rayons lumineux bloqués du fait de la déviation engendrée par les déformations de l'optique. On peut visualiser cet effet sur la figure 2.23 a) et b) extrait de (MALACARA, 2007) avant et après foucaultage d'un miroir parabolique en visible. Le contraste des extinctions est d'autant plus prononcé que les aberrations de l'optique sont fortes, nous pouvons reconnaître ici sur la figure 2.23 b) une forme typique de coma très proche visuellement du polynôme de Zernike Z_3^{-1} . D'autre part, lorsque le filtrage se fait exactement au point de focalisation l'extinction de l'illumination est soudaine et totale ce qui permet de repérer ainsi très précisément la position du foyer. Le c) de la figure montre un dispositif typique de Foucaultage implémenté pour l'analyse d'un miroir X focalisant en incidence rasante et extrait de (YUAN et al., 2011).

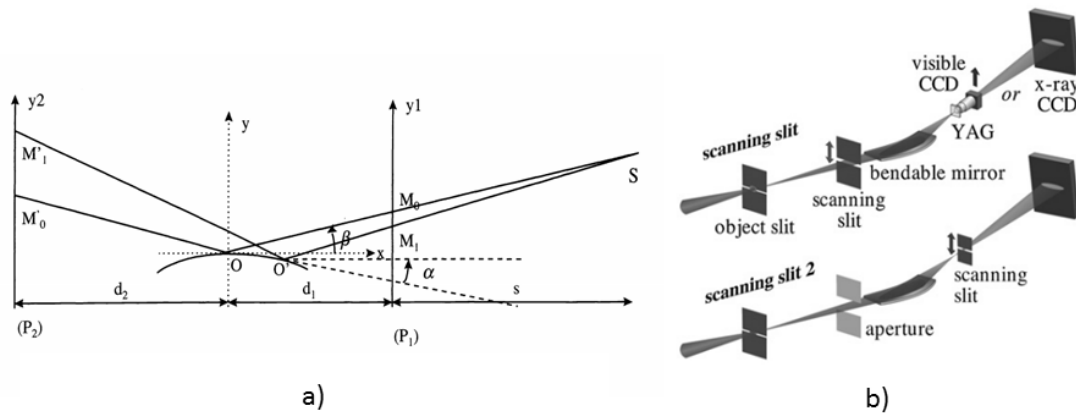


FIGURE 2.24: Différents montages de déflexion de faisceau, a) Schéma extrait de (HIGNETTE, FREUND et CHINCHIO, 1997), b) Deux montages de scanning en amont et en aval de l'optique extraits de (YUAN et al., 2011).

De façon plus quantitative, les méthodes d'analyse de déviation de faisceaux lumineux ont permis de réaliser la métrologie d'alignement d'optiques déformables de type KB dans le domaine EUV à $95eV$ (NAULLEAU et al., 2002), l'optimisation de la nano-focalisation d'un miroir dans le domaine X mou à $1, 2keV$ (YUAN et al., 2011), et plus récemment l'automatisation du réglage d'un miroir déformable pour des énergies supérieures à $12keV$ (SUTTER, ALCOCK et SAWHNEY, 2012), ainsi que la réalisation d'un système complexe accordable en ouverture pour la focalisation d'un laser à électrons libres, (Free Electron Laser ou FEL en anglais) à $10keV$ (MATSUYAMA et al., 2016). L'ensemble de ces développements ont été inspirés par la publication d'O. Hignette (HIGNETTE, FREUND et CHINCHIO, 1997), qui a décrit pour la première fois un montage d'analyse de déflexion de faisceau par fentes scannantes, dispositif qu'il appelle "X-ray Long Trace Profiler" pour sa ressemblance avec l'instrument en visible sur le principe de scan d'une trace le long du miroir. Ainsi en profitant de la divergence naturelle du faisceau X issu d'une source synchrotron il est possible par mesure de la taille de la fente et de sa projection dans le plan du détecteur de remonter à la pente locale ϵ du miroir :

$$M'_1 M'_0 = M_0 M_1 \left(1 + \frac{d_1 + d_2}{s} \right) + 2\epsilon(d_2 + x) \quad (2.24)$$

Cependant il est nécessaire de connaître l'ensembles des distances d_1, d_2 associées à la géométrie du dispositif ainsi que la distance à la source s (voir figure 2.24 a.) afin de pouvoir

réaliser un diagnostic quantitatif. L'article décrit une procédure de calibration visant à mesurer les erreurs de pentes résiduelles vues par l'instrument en l'absence d'échantillon et les quantifie autour d'une valeur de $25nrad$ RMS. Une mesure de reproductibilité a été effectuée sur le miroir avec une rotation de π autour de son axe central d'une valeur de $50nrad$ RMS pour des valeurs typiques de pentes locales entre $-1,5$ et $2\mu rad$. Cependant il n'y a pas de calibration absolue de système, c'est-à-dire que les valeurs de pentes mesurées sont estimées à partir de valeurs de distances théoriques non calibrées à partir d'une référence.

D'autres montages reposent sur la mesure de la position de déflexion du faisceau. Le b) de la figure, extrait de (YUAN et al., 2011), représente deux montages dont le scan est fait soit en amont soit en aval de l'optique, avec deux types de détection, soit indirecte avec un scintillateur et reprise d'image sur une caméra CCD visible, soit directement sur une CCD X.

Nous terminerons cette section avec les méthodes d'analyse par senseur de front d'onde Hartmann. Ce type de senseur repose sur un masque binaire d'absorption qui échantillonne le faisceau incident par un maillage bidimensionnel de trous laissant passer la lumière. Il est possible de remonter aux dérivées du front d'onde par analyse du déplacement de chacune des taches selon deux axes perpendiculaires (x, y) . La mesure de ce déplacement peut se faire par analyse barycentrique (BAKER et MOALLEM, 2007) ou corrélation croisée [(LEWIS, 1995), (POYNEER et al., 2005)] ou même par analyse Fourier [(TALMI et RIBAK, 2004), (TALMI et RIBAK, 2006)] et permettent de mesurer des déplacements de l'ordre du centième de pixel menant ainsi à une précision de mesure typique de $20nrad$ en pentes. Le lien entre les déplacements $\Delta_{x,y}^{i,j}$ de la tache dans la sous-pupille (i, j) et la déviation du faisceau se fait par la relation 2.25, avec L la distance entre la grille et la détection et $\theta_{x,y}^{i,j}$ l'angle de déviation du faisceau dans les directions x et y . Une étape d'intégration des pentes mesurées en x et en y est alors nécessaire pour remonter à la mesure de front d'onde en hauteur en deux dimensions. La figure 2.25 a) montre le déplacement des taches dans le cas de l'illumination de quatre sous-pupille, le déplacement induit par le front d'onde aberrant est analysé par rapport à la position de référence dans le cas d'une onde plane parfaite. La figure b) représente un Hartmanngramme classique obtenu sur la ligne Métrologie en faisceau blanc pour des énergies entre 5 et $30keV$, le maillage de tache est régulier et disposé tous les $20\mu m$.

$$\theta_{x,y}^{i,j} = \frac{\Delta_{x,y}^{i,j}}{L} \quad (2.25)$$

D'autre part, l'intensité moyenne de chaque tache peut être aussi relevée afin d'obtenir le profil d'intensité du faisceau dans la pupille d'analyse et permettre la connaissance complète de l'onde électromagnétique incidente sur le senseur. Il est à noter qu'à la différence de la technique précédente qui permettait d'obtenir l'information locale de pente directement sur le miroir, ici la mesure porte sur le front d'onde en sortie d'optique. Une étape de rétro-propagation jusqu'à l'optique est nécessaire pour obtenir ses défauts de forme.

L'intérêt majeur de cette technique de mesure vis-à-vis de la précédente réside dans la mesure plein champ qui fournit une information dans les deux dimensions sur l'ensemble de la pupille de l'optique sans nécessiter de scan, ce qui permet de réduire l'impact des variations des conditions de mesure à l'échelle de temps de l'acquisition d'un Hartmanngramme. L'indépendance de chaque tache, et donc de la mesure pour chaque sous-pupille, est assurée par l'optimisation de leur forme, orientation, et répartition. Enfin, les distances d'analyse caractéristiques entre grille et détection sont de l'ordre de la dizaine de centimètres, ce qui permet d'envisager dans ce cas de développer un senseur de front d'onde de taille raisonnable calibré en absolu.

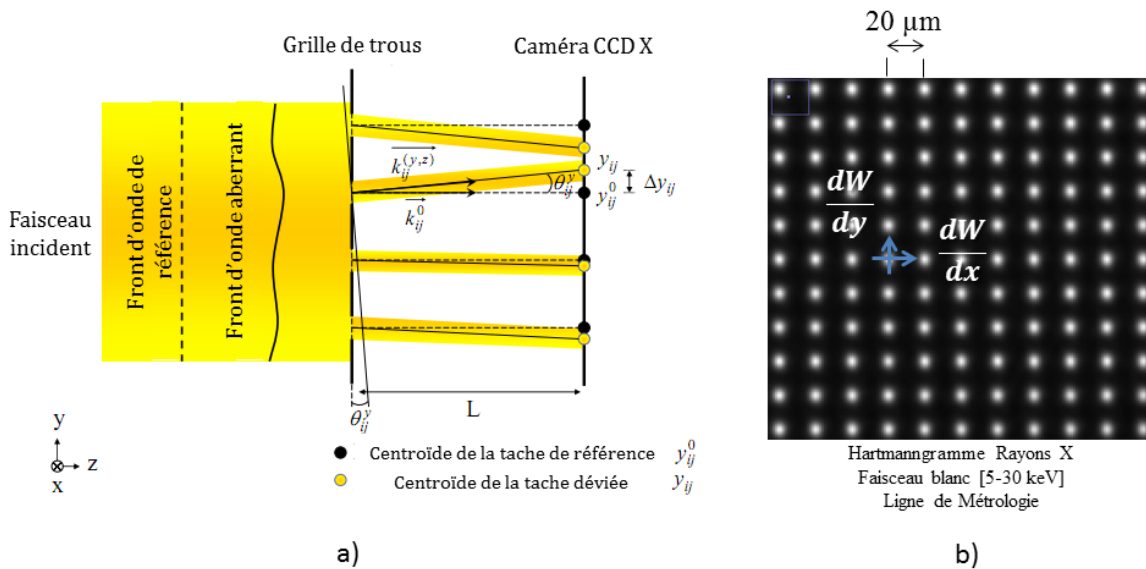


FIGURE 2.25: Analyseur de front d'onde Hartmann, a) Schéma de déviation des faisceaux lumineux en présence d'une onde aberrante par rapport aux positions de référence dans le cas d'une onde plane, b) Hartmanngramme obtenu sur la Ligne Métrologie en faisceau blanc pour des énergies entre 5 et 30 keV. Courtoisie de Pascal Mercère.

Introduit pour la première fois sur installation synchrotron en 2003 dans le domaine EUV (95eV) (MERCÈRE et al., 2003), il a également été mis en oeuvre quelques années plus tard pour l'alignement automatique d'une optique de Kirk-Patrick Baez (KB) dans le domaine des rayons X mous à 3keV (MERCÈRE et al., 2006), puis adaptés aux rayons X durs (MERCÈRE et al., 2010). Comme décrit dans (MERCÈRE et al., 2003), il a été possible de calibrer l'instrument en absolu sur une onde sphérique parfaite issue du filtrage du point de focalisation d'une optique KB avec une ouverture numérique $ON = 0,006$ par des trous de filtrage de 0,6 et 1,7 μm . En effet, leur diamètre est inférieur à la limite de diffraction à la longueur d'onde de 13,4nm (95eV) $\phi_{Airy} = 1,22 \frac{\lambda}{ON} = 2,7 \mu\text{m}$ ce qui génère une onde de référence permettant de calibrer le senseur à mieux que $\lambda/100$ RMS si la pupille utile d'analyse est couverte par moins de la moitié de l'anneau central de la figure d'Airy (GOLDBERG, 1997). Après calibration, il a été démontré que les performances de mesure étaient globalement constantes sur la bande 10 – 25nm à hauteur de $\lambda/120$ RMS illustrant ainsi l'achromaticité attendue de l'instrument.

2.4.3 Méthodes interférométriques

Du fait des propriétés de cohérence temporelle et spatiale relativement hautes des sources X de troisième et quatrième génération, les méthodes interférométriques se retrouvent particulièrement adaptées pour la métrologie à la longueur d'onde. Cependant comme les longueurs d'onde dans le domaine EUV - rayons X durs sont 50 à plus de 10000 fois plus faibles que dans le visible, les contraintes de contrôle des vibrations et de stabilité sur le long terme sont drastiques. Naturellement les développements d'instruments se sont alors tournés vers des configurations interférométriques intrinsèquement plus robustes vis-à-vis de ces perturbations comme celles de la famille des interféromètres à chemin optique commun entre référence et mesure, ou "common-path interferometer" en anglais (MALACARA, 2007). D. Atwood en 93 (ATTWOOD et al., 1993) présentait ainsi dans le cadre de la conception d'une

ligne dédiée à la métrologie à la longueur d'onde dans l'EUV pour le contrôle d'optiques de précision pour la lithographie, la description de l'onduleur et des propriétés de cohérence requises pour le développement de différents concepts d'instrument de cette famille comme l'interférométrie à décalage latéral "Lateral Shearing Interferometry" (LSI), l'interférométrie par point diffractant "Point Diffraction Interferometry" (PDI), ou l'interférométrie par lentille de Fresnel "Zone Plate Interferometer" (ZPI). L'ensemble de ces interféromètres [(GOLDBERG et al., 1995), (MEDECKI et al., 1996), (TEJNIL et al., 1997)] ont donc été développés dans le but d'atteindre une précision de mesure inférieure à $\lambda/100$ RMS fixée de façon à pouvoir mesurer convenablement les tolérances de fabrication des optiques lithographiques spécifiées de sorte à obtenir un front d'onde en sortie d'optique inférieur à $\lambda/50$ RMS. Une description technique détaillée portant sur l'interférométrie à décalage latéral à réseau sera présentée dans le chapitre suivant, mais nous reporterons dès maintenant différentes configurations référencées dans la littérature dans les domaines EUV et X durs.

Une première configuration à cheval entre le PDI et le LSI nommée "Phase-Shifting Point Diffraction Interferometer" (PS/PDI) (NAULLEAU et al., 1999) consiste à placer avant l'optique testée un réseau de diffraction unidimensionnel permettant de séparer le faisceau incident selon les ordres diffractés au travers de l'optique. Au point de focalisation de celle-ci, un ordre est filtré spatialement par un trou de filtrage (dimension de l'ordre de $30nm$) de façon à générer une onde sphérique parfaite servant de référence et venant interférer avec un ordre diffracté non filtré. La modulation générée sur le détecteur est porteuse de l'information de phase du front d'onde et peut être extraite par différentes méthodes, phase-stepping, ou analyse par transformée de Fourier (TAKEDA, INA et KOBAYASHI, 1982) par exemple. La publication décrit par ailleurs la procédure de calibration utilisée pour quantifier les erreurs systématiques associées à la géométrie de l'instrument ; après calibration une précision de mesure en hauteurs de l'ordre de $\lambda/350$ RMS à $13,5nm$ est obtenue. Une telle technique s'avère en revanche complexe à mettre en œuvre notamment du fait de l'alignement des nombreux éléments nécessaires ; trous de filtrages, optique, réseau et requière des propriétés de cohérence temporelle et spatiale élevées. Enfin, la dynamique de mesure est assez limitée car si l'optique est très fortement aberrante, le filtrage au point de focalisation pour la génération de l'onde de référence limite fortement le flux en comparaison de l'ordre non filtré, ce qui nuit fortement au contraste globale des franges. Il y a donc un compromis à trouver quant à la qualité du front d'onde de référence assurée par une petite taille de trou, le contraste des franges et donc le rapport signal sur bruit de mesure. Dans le cas d'optiques peu aberrantes, l'efficacité de focalisation de l'optique permet de limiter cet effet.

La suppression du masque de filtrage au plan focal de l'optique et la mise en place d'un réseau bidimensionnel en aval de celle-ci a été implémentée afin d'obtenir une configuration interférométrique palliant ces difficultés d'alignement et de dynamique. La modulation est cette fois porteuse des informations de dérivées du front d'onde qui une fois intégrées permettent de remonter aux défauts du front d'onde en hauteurs. Le LSI développé par P. Naulleau et al. (NAULLEAU, GOLDBERG et BOKOR, 2000) offre des performances de métrologie en bon accord avec celles du PS/PDI, et est généralement utilisé en phase de réglage de l'optique lithographique avant de finaliser l'alignement grâce au PS/PDI une fois que celle-ci est proche de l'alignement optimal (GOLDBERG et al., 2003). La figure 2.26 issue de (NAULLEAU, GOLDBERG et BOKOR, 2000) montre les deux configurations. Dans chaque cas la source issue de l'onduleur est filtrée spatialement avec un trou de filtrage de $250nm$ de diamètre afin d'assurer une illumination cohérente sur l'ouverture de l'optique testée.

La fabrication de trous de filtrage dans le domaine EUV est tout à fait envisageable ; les rapports d'aspect étant faibles (inférieurs à 1), ils sont de diamètre micronique dans une

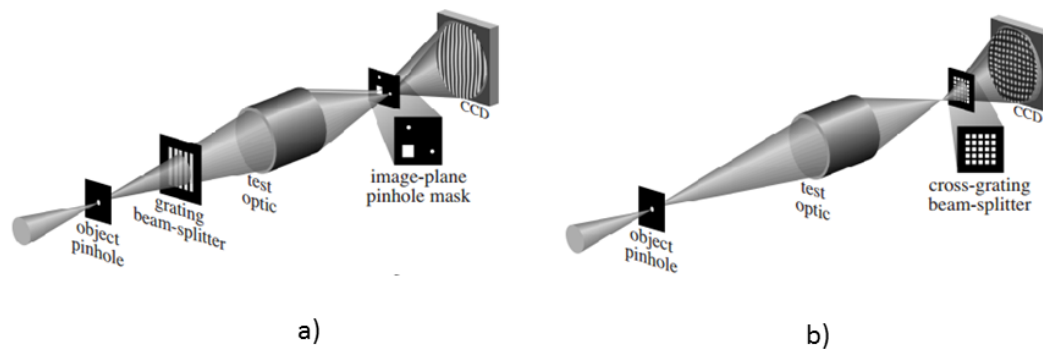


FIGURE 2.26: Deux configurations interférométriques EUV, a) Phase-shifting point-diffraction interferometer, b) Cross-grating lateral shearing interferometer. Les deux figures sont extraites de (NAULLEAU, GOLDBERG et BOKOR, 2000).

épaisseur de quelques centaines de nanomètres. En revanche dans le domaine des rayons X durs les dimensions des trous de filtrage peuvent représenter un véritable challenge technologique puisque sur une ligne classique comme la ligne Métrologie, il faudrait réaliser typiquement des trous de 100nm de diamètre dans une épaisseur de $30\mu\text{m}$ d'or par exemple pour couper le flux en dehors du trou. Ceci représente un facteur d'aspect de 300, valeur difficilement atteignable même avec des procédés de fabrication LIGA. De plus le flux de photons en sortie de filtrage serait tellement faible que le signal sur bruit de la mesure limiterait fortement les performances de l'instrument. Néanmoins, notons que sur des lignes longues focalisant le faisceau X, il est alors envisageable de passer sur des trous de quelques microns de diamètre, ce qui réduit le rapport d'aspect d'un facteur 10, à des valeurs plus raisonnables.

Les configurations interférométriques reposant sur un filtrage spatial comme celles de l'EUV, ne sont donc pas viables en rayons X. Néanmoins, il est possible de réaliser des réseaux de diffraction de phase et/ou d'amplitude dans des matériaux comme le tungstène, l'or notamment par électrocroissance sur un substrat conducteur, ou par "etching" d'un substrat en silicium ou diamant. Les interféromètres à décalage latéral à réseau(x) ont donc connu un développement soutenu au cours de ces dix dernières années, bien que d'autres formes aient été envisagées comme l'interféromètre prismatique (SUZUKI, 2002), ou le Mach-Zehnder taillé dans un cristal de silicium (MOMOSE, 2003).

L'interféromètre le plus répandu dans la littérature est composé de deux réseaux de diffraction et a été introduit en 2002 (DAVID et al., 2002). Son architecture est représentée en figure 2.27 a) avec en b) sa version permettant une mesure bidimensionnelle. Le premier réseau (G1) est généralement présenté comme un réseau de phase en silicium jouant le rôle de "lame séparatrice" entre les différents ordres diffractés par celui-ci. Les périodes typiques de la structure diffractante sont de l'ordre de quelques microns afin de permettre d'observer les phénomènes diffractifs sur des distances raisonnables de l'ordre de quelques centimètres à dizaines de centimètres. Le second réseau (G2) est absorbant et est placé très proche de la détection de façon à ne pas avoir d'effet diffractif ; son rôle se restreint à générer des franges de Moiré dont la période caractéristique est bien plus grande que la limite de résolution du détecteur. G2 est en général issu d'un processus de déposition d'or dans une structure en silicium obtenue le plus souvent par etching comme G1. Le déphasage imposé par G1 sur le front d'onde incident ainsi que la distance d entre les deux réseaux sont fixés de sorte à

maximiser le contraste des franges de Moiré ; en effet, les différents ordres diffractés par le réseau battent les uns avec les autres selon cet accord et la distance de propagation, faisant ainsi varier le contraste des franges générées sur G2, et par voie de conséquence, faisant également varier le contraste des franges de Moiré. Ce phénomène de battements découvert par Lord Talbot (TALBOT, 1836) sera décrit plus en détails dans le chapitre suivant.

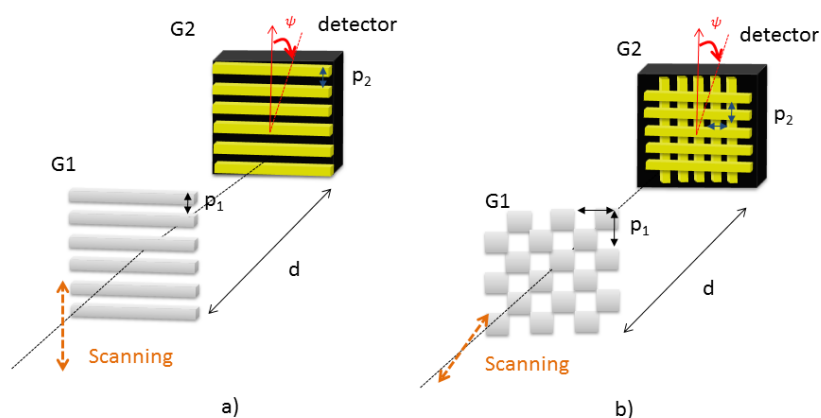


FIGURE 2.27: Interférométrie à deux réseaux dans le domaine X durs, a) Version initiale réalisant une mesure unidimensionnelle, b) Version bidimensionnelle.

De multiples mesures de métrologie ont été réalisées avec ce type d'interféromètre à deux réseaux comme la mesure de miroir à $12,4\text{keV}$ avec une précision annoncée de $\lambda/100\text{RMS}$ (WEITKAMP et al., 2005), pour l'analyse de cohérence de faisceau synchrotron à $14,4\text{keV}$ (PFEIFFER et al., 2005), l'analyse des effets thermiques liés à la puissance du faisceau blanc déposée sur un monochromateur, la caractérisation de lentilles réfractives à 23keV , l'exploration du front d'onde d'un laser à électron libre [(RUTISHAUSER et al., 2011), (RUTISHAUSER et al., 2012), (RUTISHAUSER et al., 2013)], ainsi que l'optimisation d'un miroir déformable (WANG et al., 2014). L'ensemble de ces mesures a été réalisé en monochromatique avec un système qu'il était nécessaire d'accorder selon l'expérience afin d'espérer conserver un contraste de franges suffisant pour la mesure. L'accordabilité est mécanique c'est-à-dire qu'il est nécessaire de changer la distance inter-réseaux et celle-ci peut varier de quelques centimètres à plusieurs dizaines de centimètres (jusque $47,8\text{cm}$) ce qui nécessite un réglage à chaque nouvelle expérience si tant est qu'une position permet d'obtenir un contraste suffisant.

Il est intéressant de noter que cette configuration avec un second réseau peut être réduite à un seul réseau (en restant dans le cas d'un rayonnement cohérent) par adaptation de la détection. Plutôt que d'utiliser des caméras à détection directe avec des pixels hybrides de grandes tailles ($\approx 50\mu\text{m}$), il est possible de monter un système à détection indirecte avec un scintillateur YAG :Ce convertissant le rayonnement X en visible (550nm) avec un relai d'image par un système optique sur une caméra CCD classique. L'avantage de ce type de configuration permet d'éviter l'utilisation d'un second réseau et facilite l'alignement du système total tout en augmentant le rapport signal sur bruit en supprimant le filtrage en transmission d'un réseau absorbant. Ceci se fait en général au détriment du champ de mesure réduit à quelques millimètres contre quelques centimètres dans l'autre configuration. Des mesures ont été réalisées en faisceau blanc sur la ligne Métrologie avec un tel instrument (MERCÈRE, 2014).

Les méthodes les plus répandues concernant l'analyse des interférogrammes sont le phase-stepping et la démodulation Fourier. Cette dernière permet d'obtenir le mesurande à partir d'une seule image alors que les techniques de phase-stepping nécessitent plusieurs acquisitions pour lesquelles un des réseaux (souvent le premier) est déplacé par le biais de motorisation. Les franges de Moiré évoluent et il est possible de remonter à partir des variations d'intensité aux informations recherchées pour chaque pixel (ZANETTE, 2011). Bien que plus limitée d'un point de vue de la résolution spatiale, l'analyse Fourier est plus adaptée à la métrologie de front d'onde car l'acquisition d'une seule image limite les perturbations extérieures et les erreurs systématiques liées à la motorisation, au désalignement des réseaux entre eux etc... Cependant même dans le cas de la démodulation Fourier, il a été démontré qu'il était notamment impératif de calibrer l'orientation ψ représentée en figure 2.27 du second réseau par rapport au premier [(WANG et al., 2011), (KAYSER et al., 2014)] afin de pouvoir obtenir une information non biaisée sur les dérivées du front d'onde (DIAZ et al., 2010). Il s'agit cependant d'une calibration d'un seul paramètre et non de l'instrument complet, ne permettant pas de tenir compte des erreurs systématiques associées aux défauts de la matrice CCD du capteur, ou de mouvement des différents éléments de l'interféromètre.

2.4.4 Instruments et méthodes complémentaires pour l'imagerie de phase

Les techniques de métrologie en rayons X durs reportées dans la section précédente sont transposables directement pour l'imagerie de phase, et parfois ont été développées pour cette application avant d'être employées pour la caractérisation de faisceaux, notamment pour l'interférométrie à réseaux. Cette dernière est actuellement la plus répandue dans la littérature, et usuellement est référencée avec deux réseaux (G1, G2) unidimensionnels couplés à une analyse par phase stepping (ZANETTE, 2011). L'intérêt grandissant ces dernières années pour cette version instrumentale est notamment dû à sa possible transposition sur sources X de laboratoires incohérentes par l'ajout d'un troisième réseau permettant de restaurer les propriétés de cohérences nécessaires à la génération des franges et représente ainsi un fort potentiel de valorisation des travaux de recherche vers de multiples applications dans le domaine du médical, du contrôle non destructif [(MOMOSE, 2003), (STAMPANONI et al., 2011)] etc... Cet engouement est d'autant plus soutenu que F. Pfeiffer et al. ont montré que cette technique permettait également de mettre en évidence un signal particulier qui serait relié à la diffusion de l'échantillon et qu'ils nomment "Dark-field image" (PFEIFFER et al., 2008), et fait l'objet de beaucoup de travaux de recherche. Cette configuration interférométrique est plus répandue que l'utilisation de grille Hartmann, malgré la simplicité du montage, pour des raisons de résolution spatiale. En effet, pour les limiter les effets de "cross-talk" elle serait limitée à une ou deux dizaine(s) de microns en rayons X durs, mais, différentes équipes l'ont déjà mise en œuvre avec succès [(WEN et al., 2010), (MORGAN, PAGANIN et SIU, 2011)].

Cependant la première mise en œuvre d'un interféromètre dans le domaine des rayons X remonte aux années 1965 (BONSE et HART, 1965) avec un interféromètre à cristaux monté en configuration de type Mach-Zender comme représenté sur la figure 2.28 a). Des lames sont taillées dans un cristal de silicium et diffractent le faisceau incident selon la loi de Bragg (2.18). Les deux faisceaux subissent une seconde diffraction de Bragg, puis sont recombinaés avant d'interférer sur le détecteur. Un échantillon peut être placé dans un des bras, et l'analyse de la figure d'interférence permet d'accéder à la phase directement modulo 2π et se fait de façon classique comme dans le cas du LSI. Les faibles densités de matériaux mesurés par cette technique ont démontré sa sensibilité et son intérêt pour l'imagerie de phase (MOMOSE et al., 1996) notamment sur source cohérente synchrotron (MOMOSE, 2003). Cependant l'efficacité de diffraction des lamelles cristallines étant faible, le flux de photons

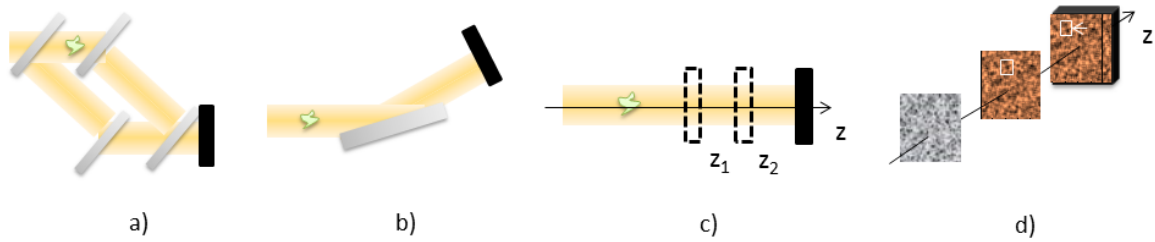


FIGURE 2.28: Autres instruments et méthodes d'imagerie de phase en rayons X, a) Interférométrie Mach-Zehnder à cristal, b) Analyseur à cristal, c) Méthode propagative, d) Méthode de projection de speckle.

reçu par le détecteur est limité et peut conduire à des temps d'acquisitions très longs, de l'ordre 18s (MOMOSE, TAKEDA et ITAI, 2000). Ce point est d'autant plus préjudiciable que la stabilité mécanique est citée dans la littérature comme un des points les plus critiques avec cet instrument. Enfin les phénomènes de diffraction parasite dans la lamelle placée après l'échantillon introduisent du flou dans le signal et limite la résolution spatiale du système estimée alors à une dizaine de microns.

Une autre technique basée sur l'analyse des rayons réfractés par un échantillon utilise un cristal en incidence de Bragg : seuls les photons satisfaisant la loi atteignent le détecteur (voir 2.28 b)) [(FÖRSTER, GOETZ et ZAUMSEIL, 1980), (INGAL et BELIAEVSKAYA, 1995), (DAVIS et al., 1995)]. En faisant varier l'angle du cristal, l'image sur le détecteur révèle un contraste dépendant de l'angle sélectionné. L'extraction quantitative des propriétés globales de réfraction et diffusion de l'échantillon se fait par l'intermédiaire d'algorithmes spécifiques référencés dans (PAGOT et al., 2003). Dans les deux cas ces montages expérimentaux ne fonctionnent réellement qu'en illumination collimatée, ce qui limite leur emploi, mais les rend particulièrement adaptés à l'imagerie sur sources synchrotron.

Les techniques sensibles à la phase ne nécessitant aucune optique dans le trajet du faisceau sont regroupées dans la catégorie des méthodes propagatives [(SNIGIREV et al., 1995), (CLOETENS et al., 1996), (NUGENT et al., 1996)]. Elles consistent à enregistrer les figures de diffraction de Fresnel produites à différentes distances par l'objet sous illumination cohérente. La résolution spatiale de ces méthodes dépend de la qualité du détecteur haute résolution employé pour enregistrer les modulations associées au régime de Fresnel ; elle peut alors atteindre des valeurs inférieures au micron (CLOETENS et al., 2006). Les variations de contraste observées sur le détecteur selon les différentes positions sont décrites par l'équation de transfert en intensité 2.26 (TEAGUE, 1985). Celle-ci démontre que pour un échantillon faiblement absorbant, éclairé par un faisceau uniforme en intensité, pour lequel l'intensité I peut être considérée approximativement constante, alors, le second terme de l'équation s'annule, et l'évolution des contrastes en intensité en propagation correspondent au laplacien ∇^2 du front d'onde.

$$-\frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial I}{\partial z} = I \nabla^2 \Phi + \nabla I \cdot \nabla \Phi \quad (2.26)$$

Une dernière méthode sensible à la phase et développée relativement récemment en métrologie de front d'onde repose sur l'analyse des déplacement d'une figure de tavelure générée par un diffuseur et projetée sur un détecteur (figure 2.28 d)). En comparaison à l'interférométrie à réseau, l'élément diffusant utilisé introduit une modulation haute fréquence dont les déplacements peuvent être analysés par des algorithmes de corrélation croisée comme

la ZNCC ("Zero-normalized cross correlation") [(PAN et al., 2009), (BERUJON et al., 2014)]. Une fois la carte des déplacements $\Delta_{x,y}$ obtenue il est possible de remonter à la dérivée du front d'onde connaissant la distance d séparant les deux plans de prise d'image 2.27. Cette technique a été utilisée en imagerie de phase rayons X [(MORGAN, PAGANIN et SIU, 2012), (WANG et al., 2015)] transposée récemment sur source de laboratoire [(ZHOU et al., 2015), (WANG, KASHYAP et SAWHNEY, 2016)].

$$\frac{\partial\Phi}{\partial x,y} = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\Delta_{x,y}}{d} \quad (2.27)$$

2.5 Bilan et philosophie de conception de l'interféromètre de la Ligne Métrologie

L'état de l'art conduit dans ce chapitre montre la richesse des développements qui ont accompagnés l'évolution des sources X, des optiques nécessaires au transport des faisceaux, et des instruments de métrologie adaptés. L'ensemble des techniques présentées ont démontré expérimentalement leur potentiel et intérêt pour la métrologie et l'imagerie de phase. Nous allons tenter ici de les classer selon quatre critères d'intérêt pour la métrologie sur source synchrotron : la sensibilité de mesure, la résolution spatiale, l'indépendance spectrale de mesure et la possibilité de calibration absolue.

Les expériences sur synchrotron sont extrêmement variées, ce qui mène à une large gamme de spécifications en termes de qualité de front d'onde du faisceau et énergies de travail. Dimensionner un instrument interférométrique compatible avec l'ensemble de ces configurations expérimentales (sans modification lourde) représente un véritable challenge qui ne semble pas avoir été relevé dans le domaine des rayons X durs. Ainsi, l'objectif est de concevoir un instrument permettant d'accéder en une acquisition à une information en deux dimensions sur le front d'onde, par une procédure expérimentale courte, reproductible, sur une large gamme spectrale 10 – 30keV et garantissant des performances de mesures en limite de diffraction sur toute la bande. La difficulté réside aussi dans la réalisation d'une calibration absolue de l'instrument sans laquelle il est impossible de dissocier les erreurs de l'instrument, et de sa configuration, de la mesure physique. Puisque les optiques de transport ne peuvent au mieux que conserver les propriétés de cohérence du faisceau si elles sont limitées par la diffraction, il devient alors impératif de calibrer l'instrument sur la source synchrotron seule en faisceau blanc sur une ligne courte, ou sur une ligne longue en monochromatique avec un trou de filtrage. Cependant, à SOLEIL, les lignes longues étant toujours en construction, nous privilégierons donc la première solution en réalisant la calibration directement sur la ligne Métrologie. Ainsi, outre les contraintes de dilatation thermique possiblement entraînées par cette configuration de mesure, l'instrument doit donc être également capable de fonctionner en faisceau polychromatique et de supporter le rayonnement direct. De plus, l'intérêt de pouvoir tenir en configuration de mesure sous faisceau blanc, réside également dans la possibilité de réaliser la métrologie de la source synchrotron.

Nous pouvons exclure les techniques plus répandues en imagerie de phase comme les méthodes propagatives, à cristal analyseur ou à réseaux couplées à des procédures de mesure de type phase-stepping nécessitant dans chacun de ces cas de nombreuses acquisitions. Il en va de même pour les méthodes d'analyse de déflexion de faisceaux par fentes mobiles. Les techniques de suivi de speckle semblent intéressantes car ne reposent pas sur un montage expérimental très complexe et semblent être faiblement chromatiques du fait de la simplicité de l'optique modulante. Bien que la configuration à distance figée entre diffuseur

et détection compatible d'une calibration absolue ne soit pas la plus répandue pour cet instrument elle reste possible. Il n'est pas certain en revanche que les papiers abrasifs utilisés comme modulateurs résistent à la puissance du faisceau blanc, contrairement aux interféromètres à réseaux et senseurs de front d'onde Hartmann. On privilégiera le premier type d'instrument pour espérer obtenir une meilleure résolution spatiale. En revanche, contrairement aux senseurs Hartmann achromatiques, les interféromètres à réseaux tels que présentés dans la littérature ne satisfont pas à cette contrainte sans accordabilité mécanique qui devient dès lors incompatible avec une calibration absolue. La table 2.3 présente un résumé de ces éléments de classification.

TABLE 2.3: Bilan du classement des techniques de métrologie *in-situ* dans le domaine des rayons X durs.

Techniques	Sensibilité	Rés. spatiale	Ind. spectrale	Calib. absolue
Déflexion	+	--	++	--
Hartmann	++	-	++	++
Speckle	++	+	+	-
LSI 2 réseaux PS	++	++	--	--
LSI 2 réseaux Fourier	++	+	--	+

Le concept adéquat serait donc à la frontière entre la robustesse de mesure d'un senseur Hartmann et la résolution spatiale d'un interféromètre à réseau tout en conservant la possibilité de calibrer l'instrument en absolu. De plus, il devra à la fois fonctionner sous un éclairage polychromatique, et monochromatique sur une large bande spectrale avec des performances de mesures relativement constantes. Par conséquent nous choisirons de développer dans cette thèse un concept innovant d'interféromètre à réseau unique dans une configuration géométrique figée, qu'il reste à définir.

Chapitre 3

Interférométrie à décalage et applications aux rayons X

3.1 Formalisme d'optique ondulatoire

Avant de rentrer dans le vif du sujet, nous présenterons dans cette section les concepts théoriques fondamentaux d'optique ondulatoire. Ce formalisme rend compte de la description des ondes électromagnétiques et de leur propagation. Il sert dans l'ensemble de ces travaux de thèse à la fois à décrire les propriétés de cohérence du rayonnement X (chapitres 2 et 3), mais également à poser le cadre formel de la diffraction du réseau, élément optique central dans la conception de l'interféromètre (chapitre 3).

3.1.1 Définition d'une onde lumineuse

L'onde électromagnétique est représentée par les deux composantes vectorielles que sont le champ électrique \vec{E} et le champ magnétique \vec{B} . En réalité, dans le cadre théorique de l'optique ondulatoire, seule la composante scalaire du champ électrique nous intéresse, et cette restriction suffira à la description théorique de l'ensemble des phénomènes physiques d'intérêt dans cette thèse. Nous définirons alors une onde monochromatique $u(\vec{r}, t)$ dépendant du vecteur de l'espace $\vec{r} = x\vec{u}_x + y\vec{u}_y$ du plan (x, y) et de la variable temporelle t par son amplitude a et sa phase ϕ :

$$u(\vec{r}, t) = a(\vec{r}) \cos[\omega t + \phi(\vec{r})] \quad (3.1)$$

Où $\omega = 2\pi\nu$ correspond à la pulsation de l'onde dépendante de la fréquence ν et peut se réécrire en fonction du nombre d'onde k et de la longueur d'onde λ du rayonnement par $\omega = kc = 2\pi c/\lambda$.

Dans la suite du manuscrit nous travaillerons avec la représentation complexe $U(\vec{r}, t)$ de cette onde telle que :

$$U(\vec{r}, t) = U(\vec{r})e^{i2\pi\nu t} = a(\vec{r})e^{i\phi(\vec{r})}e^{i2\pi\nu t} \quad (3.2)$$

Le module de l'amplitude complexe $U(\vec{r})$ révélera alors l'amplitude de l'onde et l'argument, sa phase. Plus particulièrement les quantités qui nous intéresseront sont l'intensité acquise par un détecteur, celle-ci correspond au module carré de l'onde, $I = |U(\vec{r}, t)|^2 = |U(\vec{r})|^2$, et la seconde correspond à la notion de front d'onde. Ce dernier est défini comme les surfaces iso-phases telles que $\phi(\vec{r}) = 2\pi q$ où $q \in \mathbb{N}$.

L'objet de cette thèse est de développer un instrument sensible non seulement à l'intensité produite par une onde électromagnétique sur un détecteur, mais également à la phase

de celle-ci. Nous étudierons plus particulièrement deux types d'ondes, les ondes planes 3.3 et sphériques 3.4 :

$$U(\vec{r}) = Ae^{-i\vec{k}\cdot\vec{r}} = Ae^{-i(k_x x + k_y y + k_z z)} \quad (3.3)$$

Où \vec{k} est le vecteur d'onde définissant la direction de propagation de l'onde dans l'espace (x, y, z) .

$$U(R) = \frac{A}{R} e^{-ikR} \quad (3.4)$$

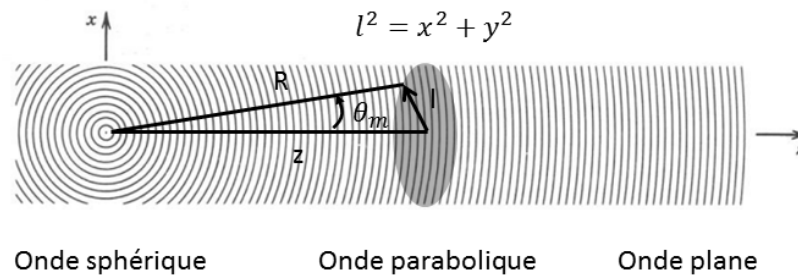


FIGURE 3.1: Schéma de l'émission d'une onde sphérique. Lorsque la distance au point d'émission augmente, celle-ci peut être approximée par une onde parabolique puis plane.

Dans le cas d'une onde sphérique, R correspond au rayon de l'onde et donc à la distance au point source. Il existe un régime intermédiaire pour lequel l'onde sphérique peut être approximée par une onde parabolique, il s'agit de l'approximation de Fresnel qui nous permettra de simplifier les calculs de propagation. Très loin du point source nous considérerons l'onde plane comme étant une bonne approximation de l'onde sphérique initiale comme le montre la figure 3.1. Elle consiste à considérer le développement limité au premier ordre en $\theta^2 = \frac{x^2+y^2}{z^2}$, avec θ l'angle par rapport à l'axe z , tel que $R \approx z \left(1 + \frac{\theta^2}{2}\right) \approx z + \frac{x^2+y^2}{2z}$, et l'expression de l'onde sphérique devient :

$$U(z) = \frac{A}{z} e^{-ikz} e^{-ik\frac{x^2+y^2}{2z}} \quad (3.5)$$

Elle reste valable tant que l'angle de propagation maximal θ_m avec l'axe z vérifie la condition $\frac{N_F \theta_m^2}{4} \ll 1$ avec le nombre de Fresnel $N_F = \frac{l^2}{\lambda z}$, et l la dimension caractéristique de la surface diffractante. Nous pouvons exprimer cet angle en fonction de l'ouverture et de la distance par la relation $\theta_m = l/z$. Ceci impose des distances de travail par rapport à la source telles que $z^3 \gg \frac{l^4}{4\lambda}$. Dans le domaine des rayons X durs pour une longueur d'onde typique de 100pm et pour une ouverture de faisceau de $l = 10\text{mm}$, la distance minimale calculée est de $2,9\text{m}$ ce qui est toujours vérifié à SOLEIL et sur installation synchrotron en général.

3.1.2 Propagation de l'onde dans l'espace libre

Afin de décrire la propagation d'une onde lumineuse dans l'espace libre nous utiliserons le modèle scalaire de la diffraction et notamment la décomposition en ondes planes. Le

3.1. Formalisme d'optique ondulatoire

calcul de la propagation de l'onde peut alors se faire dans l'espace de Fourier au travers de la multiplication avec l'opérateur de propagation P_z à la distance z . Cette fonction présentée par Goodman (GOODMAN, 2005), est définie dans l'espace de Fourier par l'équation 3.6 :

$$P_z(\nu_x, \nu_y) = \begin{cases} e^{-i2\pi z \sqrt{1/\lambda^2 - (\nu_x^2 + \nu_y^2)}} & \text{si } \nu_x^2 + \nu_y^2 \leq \frac{1}{\lambda^2} \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.6)$$

La fonction P_z correspond à la fonction de propagation de l'onde d'un plan $z = 0$ à un plan de cote z . Nous utiliserons en réalité une forme simplifiée issue de l'approximation de Fresnel correspondant au développement limité de la racine de l'argument du propagateur P_z : l'équation 3.7.

$$P_z(\nu_x, \nu_y) = e^{-ikz} e^{i\pi\lambda z(\nu_x^2 + \nu_y^2)} \quad (3.7)$$

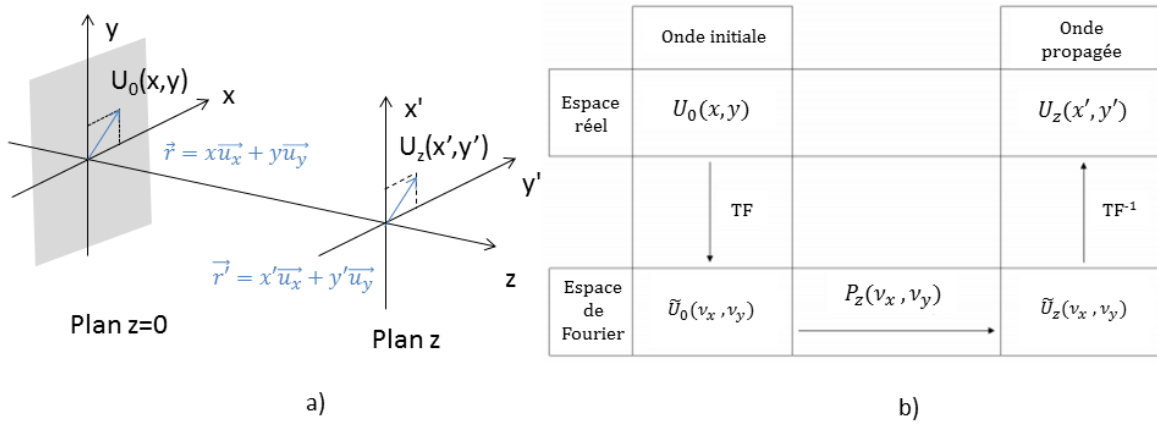


FIGURE 3.2: Propagation d'une onde lumineuse dans un milieu homogène. a) Référentiels de l'espace, b) Algorithme de propagation dans l'espace de Fourier par multiplication avec le propagateur P_z .

Ainsi l'ensemble des calculs de propagation de cette thèse sera donc réalisé à partir de l'équation 3.8 comme illustré sur la figure 3.2 par multiplication dans l'espace de Fourier du spectre de l'onde initiale et du propagateur P_z . L'onde U_z propagée à la distance z sera ensuite obtenue par transformée de Fourier inverse. Nous noterons le spectre d'une onde U par \tilde{U} , et préférons les symboles TF et TF^{-1} pour les expressions mathématiques plus complexes.

$$U_z(x, y) = TF^{-1} \left[\tilde{U}_{z=0}(x, y) \times P_z(\nu_x, \nu_y) \right] \quad (3.8)$$

3.1.3 Cohérence

Les propriétés de cohérence d'une source lumineuse sont extrêmement importantes pour un grand nombre d'applications. On dissocie usuellement deux types de cohérence, la cohérence temporelle, dite longitudinale, dépendant de la largeur de la bande spectrale émise, et la cohérence spatiale, dite transverse, corrélée à la taille de la source. Étudier les propriétés de cohérence d'une source revient à étudier la covariance ou la corrélation des ondes vues en deux points distincts et émis par la source en deux instants différents. On définira alors

la fonction de cohérence mutuelle entre les deux points M et M' définis par les vecteurs positions \vec{r} et \vec{r}' comme l'espérance mathématique du produit scalaire (noté $\langle \dots \rangle$) de $U(\vec{r}, t)$ et $U(\vec{r}', t')$.

$$\Gamma_{coh} = \langle \vec{U}(M, t) \cdot \vec{U}(M', t') \rangle \quad (3.9)$$

Cette fonction est en général toujours non nulle dans un petit volume autour de P du fait des effets de diffraction ou du comportement spatio-temporel de la source. Ainsi, une source sera dite cohérente si l'espérance mathématique d'avoir une relation de phase entre les deux ondes électromagnétiques issues de la source possède une densité de probabilité non nulle. Usuellement, la grandeur permettant de quantifier cette cohérence est appelée degré de cohérence et correspond à la fonction de cohérence normalisée 3.9 :

$$\gamma_{coh} = \frac{\Gamma_{coh}}{\sqrt{\langle UU^*(M, t) \rangle \cdot \langle UU^*(M', t') \rangle}} \quad (3.10)$$

Ce formalisme s'applique à la fois à la description de la cohérence temporelle et spatiale. Nous définirons alors par γ_t le degré de cohérence temporelle γ_t analysé en un point de l'espace entre deux ondes asynchrones, et, par γ_s le degré de cohérence spatiale analysé en deux points de l'espace entre deux ondes émises de façon synchrones.

La cohérence temporelle est reliée à l'aspect monochromatique ou polychromatique de la lumière. En effet, lorsqu'un détecteur est en acquisition, il réalise la moyenne temporelle de la somme d'ondes électromagnétiques de pulsations différentes. Ainsi si leurs longueurs d'onde ne sont pas proches, le déphasage devient tel que leur sommation n'est plus constructive et le contraste des franges d'interférence décroît jusqu'à devenir nul. Le degré de cohérence temporelle 3.11 passe de 1 dans le cas d'un rayonnement purement monochromatique à 0 dans le cas d'ondes totalement asynchrones.

$$\gamma_t(\tau) = \frac{\langle U(t)U(t + \tau) \rangle}{\sqrt{\langle UU^*(t) \rangle \cdot \langle UU^*(t + \tau) \rangle}} \quad (3.11)$$

D'autre part, dans le cas d'un signal supposé stationnaire au sens large et ergodique, le théorème de Wiener permet de relier l'autocorrélation temporelle du signal, qui s'assimile à la fonction de cohérence mutuelle, à la transformée de Fourier de sa densité spectrale de puissance $DSP(\nu)$.

$$\gamma_t(\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} DSP(\nu) \cdot e^{-i2\pi\nu\tau} d\nu \quad (3.12)$$

Notamment, ce théorème permet de calculer, dans le cas d'une distribution gaussienne de densité spectrale de puissance telle que décrite par l'équation 3.13 et un degré de cohérence de 0,5, la longueur de cohérence l_t^c , selon eq.3.14.

$$DSP_{Gauss}(\nu) = \frac{1}{\sigma_\nu \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(\nu-\nu_0)^2}{2\sigma_\nu^2}} \quad (3.13)$$

Avec σ_ν l'écart-type fréquentiel qui se relie à la largeur à mi-hauteur $\Delta\nu = 2,35\sigma_\nu$, et ν_0 la fréquence centrale de la distribution.

$$l_t^c = \frac{\lambda^2}{2,27\Delta\lambda} \quad \text{pour} \quad \gamma_t = 0,5 \quad (3.14)$$

On constate que lorsque $\Delta\lambda \rightarrow \infty$ alors $l_t^c \rightarrow 0$. Et a contrario, la longueur de cohérence longitudinale tend vers l'infini pour $\Delta\lambda \rightarrow 0$. On définira ainsi le degré de monochromatisation par le rapport $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$ ou de façon équivalente en terme d'énergie, par $\frac{\Delta E}{E}$.

De la même façon que pour l'étude de la cohérence longitudinale, on peut définir le degré de cohérence transverse par 3.15. Ainsi, lorsque les deux points M et M' sont confondus, le degré de cohérence spatial γ entre deux ondes émises au même instant est égal à 1. La chute de ce facteur jusque 0 se produit pour deux points non confondus dans le cas d'une source incohérente.

$$\gamma_s(M, M') = \frac{\langle U(\vec{r})U(\vec{r}') \rangle}{\sqrt{\langle UU^*(\vec{r}) \rangle \cdot \langle UU^*(\vec{r}') \rangle}} \quad (3.15)$$

Dans l'approximation paraxiale, le degré de cohérence mutuelle des champs émis par une source de luminance L , en deux points (M, M') du détecteur situé à une distance z de la source est donné par le théorème de Zernike Van-Cittert 3.16.

$$\gamma_s(M, M') = \gamma_s(\vec{r}' - \vec{r}) = e^{i\pi \frac{r^2 - r'^2}{\lambda z}} \cdot \frac{\tilde{L}\left(\frac{\vec{r}' - \vec{r}}{\lambda z}\right)}{\tilde{L}\left(\frac{\vec{0}}{\lambda z}\right)} \quad (3.16)$$

Avec $\vec{0} = 0 \cdot \vec{u}_x + 0 \cdot \vec{u}_y$ correspondant au vecteur nul du plan (x, y) . Le terme au numérateur correspond donc à la normalisation du degré de cohérence spatiale.

De même ce théorème permet de calculer la relation 3.18 entre la largeur à mi-hauteur d'une source de distribution de luminance gaussienne 3.17, la distance z à la source et la longueur d'onde λ .

$$L(x') = \frac{1}{\sigma'_x \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{x'^2}{2\sigma_x'^2}} \quad (3.17)$$

Ici σ'_x correspond à l'écart-type de la distribution spatiale de luminance dans le repère associé à la source et de coordonnées (x', y') . Cet écart-type se relie à la largeur à mi-hauteur $\Delta'_x = 2,35\sigma'_x$. L'équation du théorème de Zernike-Van Cittert donne pour cette distribution l'équation :

$$\gamma_s(x) = e^{-2\pi^2 \sigma_x'^2 \left(\frac{x}{\lambda z}\right)^2} \quad (3.18)$$

Pour un degré de cohérence arbitraire voulu supérieur à 0,5, cette équation mène à la relation 3.19 qui permet de définir alors la longueur de cohérence spatiale l_s^c pour le cas d'égalité.

$$x\Delta x' \leq \frac{\lambda z}{2,27} \quad (3.19)$$

Et ainsi,

$$l_s^c = \frac{\lambda z}{2,27\Delta x'} \quad \text{pour } \gamma_s = 0,5 \quad (3.20)$$

L'expression de la longueur de cohérence spatiale montre que plus la source est de faible dimension, *i.e.* $\Delta x' \rightarrow 0$, plus la longueur de cohérence augmente, et, au contraire, plus la taille de la source augmente plus la longueur de cohérence diminue.

3.2 Interférométrie à décalage latéral

L'interférométrie à décalage latéral représente une famille très vaste d'interféromètres utilisés dans de nombreuses applications comme le contrôle de systèmes optiques, l'optique adaptative, l'étude de flux turbulents en phase liquide ou gazeuse, et la microscopie de phase en biologie. Elle couvre des domaines spectraux allant de l'infrarouge proche aux rayons X durs. V. Ronchi (RONCHI, 1923b) a été le premier dans la première moitié du 20ème siècle à proposer l'analyse de systèmes optiques par le biais de l'interférence de deux fronts d'onde issus d'un réseau de diffraction, test reproduit jusqu'à nos jours en rayons X pour l'analyse de lentilles de Fresnel et de lentilles réfractives [(NILSSON et al., 2012), (UHLÉN et al., 2014)].

3.2.1 Principe

Le principe fondateur d'un interféromètre à décalage latéral repose sur la comparaison de plusieurs répliques, légèrement décalées entre elles, issues d'un même front d'onde initial. La figure d'interférence acquise sur le détecteur est donc révélatrice de la différence des surfaces d'onde. La figure 3.3 illustre le cas du fonctionnement d'un interféromètre à décalage dupliquant l'onde initiale en deux ondes décalées latéralement suivant x .

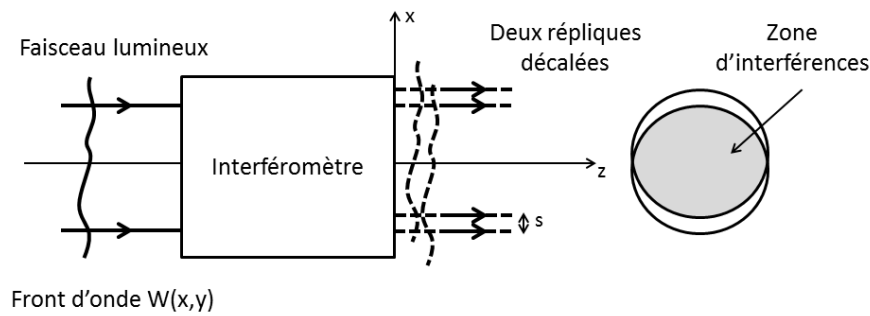


FIGURE 3.3: Principe de l'interféromètre à décalage latéral

Avec les notations de la figure, les deux ondes sont décalées d'une quantité s et la différence de surface d'onde $\Delta W(x, y)$ s'exprime alors en fonction des deux fronts d'onde traduits :

$$\Delta W(x, y) = W\left(x + \frac{s}{2}, y\right) - W\left(x - \frac{s}{2}, y\right) \quad (3.21)$$

Lorsque la surface d'onde W est lentement variable spatialement par rapport au décalage s , la différence ΔW peut être approximée par son développement de Taylor au premier ordre (équation 3.22). Cette condition est considérée comme étant largement satisfaite dans le cas de la métrologie de faisceau. Cependant la question de la validité de cette approche peut être discutée dans le domaine de l'imagerie de phase notamment au niveau des contours et variations abruptes de l'échantillon.

$$\Delta W(x, y) = W(x, y) + \frac{s}{2} \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) - W(x, y) + \frac{s}{2} \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) = s \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \quad (3.22)$$

Comme annoncé au chapitre précédent, nous constatons que l'interférogramme issu de la recombinaison des deux ondes est sensible à la dérivée du front d'onde initial à un facteur de proportionnalité s près.

3.2.2 Utilisation de réseaux de diffraction

Il existe de multiples façons de produire ce décalage entre les ondes. Une solution instrumentale consiste à employer des réseaux de diffraction générant la réplication du front d'onde incident en autant de répliques que d'ordres de diffraction. Chaque onde secondaire ainsi produite est basculée et se propage selon la direction propre à chaque ordre de diffraction du réseau. Ce faisant, le basculement entre les ondes permet d'introduire une ou plusieurs modulations porteuses de l'information sur le front d'onde. L'analyse de ces modulations nous permettra ensuite de remonter aux dérivées de la surface d'onde.

D'un point de vue mathématique nous allons écrire la propagation d'une onde incidente $U_0(x, y)$ à travers un réseau de diffraction. De la même façon que pour la fonction de transmission complexe d'un objet quelconque, nous définissons ici une fonction que nous appellerons fonction de transmittance $T_c^{res}(x, y)$. Il s'agit d'une fonction complexe avec un terme d'amplitude $t^{res}(x, y)$ et d'un terme de déphasage φ^{res} comme décrit dans la relation 3.23 :

$$T_c^{res}(x, y) = t^{res}(x, y)e^{i\varphi^{res}} \quad (3.23)$$

Nous verrons dans la suite que nous classerons les différents réseaux en trois classes, les réseaux d'amplitude pure pour lesquels la phase φ^{res} est toujours nulle, les réseaux de phase pure pour lesquels l'amplitude $t^{res}(x, y)$ vaut 1, et le cas de réseaux mélangeant effet de phase et d'amplitude.

En reprenant le formalisme de la section 3.1.2, et à partir de l'équation de propagation 3.8, l'onde $U_z(x, y)$ propagée à la distance z après le réseau s'écrit :

$$\begin{aligned} U_z(x, y) &= TF^{-1} [TF [U_0(x, y) \times T_c^{res}(x, y)] \times P_z(\nu_x, \nu_y)] \\ &= TF^{-1} \left[\left(\tilde{U}_0(\nu_x, \nu_y) * \tilde{T}_c^{res}(\nu_x, \nu_y) \right) \times P_z(\nu_x, \nu_y) \right] \end{aligned} \quad (3.24)$$

Avec l'opérateur $*$ symbolisant le produit de convolution.

Dans le cas particulier d'un réseau de diffraction de période p dans les deux dimensions de l'espace x et y (cas du damier illustré en figure 3.24), la fonction de transmittance $T_c^{res}(x, y)$ est alors p -périodique et se décompose en série de Fourier de la façon suivante :

$$T_c^{res}(x, y) = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} C_{q,l} e^{\frac{2i\pi}{p}(qx+ly)} \quad (3.25)$$

Où les coefficients de Fourier $C_{q,l}$ recherchés sont donnés par :

$$C_{q,l} = \frac{1}{p^2} \int_{-p/2}^{p/2} \int_{-p/2}^{p/2} T_c^{res}(x, y) e^{-\frac{2i\pi}{p}(qx+ly)} dx dy \quad (3.26)$$

Le spectre de la fonction $T_c^{res}(x, y)$ se calcule alors par transformée de Fourier de 3.25 et se constitue naturellement de pics de Dirac placés sur une grille de pas égal à $1/p$ et pondérés

par les coefficients $C_{q,l}$, formant ainsi l'ensemble des ordres de diffraction du réseau selon l'expression :

$$\tilde{T}_c^{res}(\nu_x, \nu_y) = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} C_{q,l} \delta\left(\nu_x - \frac{q}{p}, \nu_y - \frac{l}{p}\right) \quad (3.27)$$

Ainsi l'équation 3.24 décrit bien la propagation (au travers de la multiplication avec le propagateur P_z) d'ondes secondaires issues de la convolution de l'onde incidente avec les ordres de diffractions du réseau. Les ondes générées sont basculées les unes par rapport aux autres, créant de cette façon un décalage entre elles, dans les dimensions x et y , proportionnel à la distance z d'analyse et à l'angle de basculement associé à chaque ordre. Nous écrirons le décalage s comme un vecteur dont les composantes selon x et y dépendent de ces paramètres mais également des index q et l des coefficients du spectre du réseau, de sa période p et de la longueur d'onde λ :

$$s_{q,l} = z \begin{pmatrix} q \frac{\lambda}{p} \\ l \frac{\lambda}{p} \end{pmatrix} \quad (3.28)$$

Nous avons illustré ce décalage en fonction de l'angle et de la distance des ondes secondaires de façon théorique sur la figure 3.4 a), puis expérimentalement sur la figure b) dans le cas le plus simple d'un réseau d'amplitude. L'image est acquise derrière une grille Hartmann utilisée habituellement en rayons X (pour des énergies supérieures à $5keV$), et dont le pas selon x et y est de $20\mu m$. Il s'agit de la même grille qui a permis d'acquérir le Hartmanngramme en rayons X de la figure 2.25 du chapitre précédent. Cette grille diffracte ici le faisceau issu d'une diode laser fibrée émettant à $\lambda = 644,8nm$. En exagérant le recul de la caméra par rapport à la grille, nous pouvons observer la diffraction de chacun des ordres du réseau convolué avec le support du front d'onde initial.

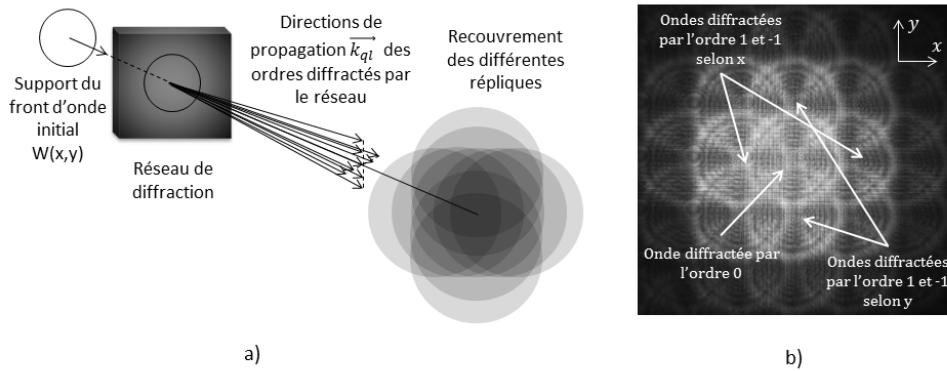


FIGURE 3.4: Diffraction de réseaux quelconques, a) Le front d'onde initial est répliqué en de nombreuses ondes secondaires basculées selon chaque ordre de diffraction, b) Image acquise derrière une grille Hartmann X de pas $20\mu m$ illuminée par une diode laser visible $\lambda = 644,8nm$. Ce cas correspond à la diffraction derrière un réseau d'amplitude pure binaire, de valeur $t(x, y) = 1$ dans les trous et de valeur $t(x, y) = 0$ ailleurs.

Les relations 3.22 et 3.28 montrent alors que la sensibilité de l'instrument dépend de la distance d'analyse au réseau de diffraction, ce qui permet d'obtenir une sensibilité de mesure continuellement réglable pourvu que le contraste des franges soit suffisant. Ce dernier

point n'est pas trivial. En effet, comme nous le constatons sur la figure 3.4 b), le réseau peut diffracter de nombreux fronts d'onde secondaires interférant tous les uns avec les autres. Cette interférence complexe peut mener à de fortes variations du contraste des modulations produites. Ceci sera étudié dans la suite de ce chapitre.

3.2.3 Cas idéaux : deux ondes en une dimension, et quatre ondes en deux dimensions

Un cas théorique intéressant que nous allons détailler désormais correspond à la diffraction de deux ondes par un réseau de transmittance sinusoïdale selon l'axe x . Celui-ci est représenté en figure 3.5. La transformée de Fourier de sa fonction de transmittance correspond à deux Dirac symétriques. Un tel réseau ne génère donc que deux répliques de l'onde incidente. Les directions de propagation \vec{k}_1 et \vec{k}_{-1} des deux répliques sont symétriques par rapport à l'axe z , et la différence de marche entre les deux ondes reste constante au cours de la propagation. La figure d'interférence est alors invariante par propagation. Ce phénomène se retrouve par le calcul dans le cas général de la diffraction d'une onde de front d'onde aberrant $W(x, y)$ et d'amplitude U_0 à travers le réseau :

$$U_0(x, y) = U_0 e^{ikW(x, y)} \quad (3.29)$$

Avec U_0 une constante associée à une amplitude uniforme de l'onde. Le champ en z s'écrit comme la somme des deux répliques inclinées et décalées de s :

$$U_z(x, y) = U_0 e^{i(k_{1x}x + kW(x - \frac{s}{2}, y))} + U_0 e^{i(k_{-1x}x + kW(x + \frac{s}{2}, y))} \quad (3.30)$$

Les quantités k_{1x} et k_{-1x} correspondent aux projections sur l'axe x des deux vecteurs directeurs de propagation des deux répliques.

$$k_{\pm 1x} = \pm \frac{2\pi}{\lambda} \times \frac{\lambda}{p} = \pm \frac{2\pi}{p}. \quad (3.31)$$

On calcule la distribution d'intensité en z en prenant le module carré de l'onde U_z , révélant ainsi l'interférence dépendant du décalage s et de la dérivée du front d'onde selon l'équation 3.22.

$$I_z(x, y) = 2 |U_0|^2 \left[1 + \cos \left(\frac{4\pi}{p}x + sk \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \right) \right] \quad (3.32)$$

Ici le décalage s ne se fait que selon x et s'écrit $s = \frac{2\lambda}{p}z$; ainsi, le produit $sk = \frac{4\pi z}{p}$ est indépendant de la longueur d'onde. Cette propriété théorique est intéressante puisqu'avec un tel réseau, il est possible de développer un dispositif interférométrique présentant la même propriété d'achromaticité rigoureuse que les senseurs de front d'onde Hartmann.

D'autre part, si le front d'onde mesuré est très peu aberrant, proche d'une onde plane comme simulé dans la figure 3.5 b), la dérivée du front d'onde est proche de 0 et l'on retrouve à partir de l'équation 3.32 une intensité $I_z(x)$ indépendante de la distance de propagation z . Enfin, si la figure d'interférence est identique quelle que soit la distance z , cela implique que le contraste des franges et donc le rapport signal sur bruit de la mesure est toujours constant. À rapport signal sur bruit constant, augmenter la distance permet d'augmenter la sensibilité de l'appareil ; en effet, à une même dérivée du front d'onde correspondra un

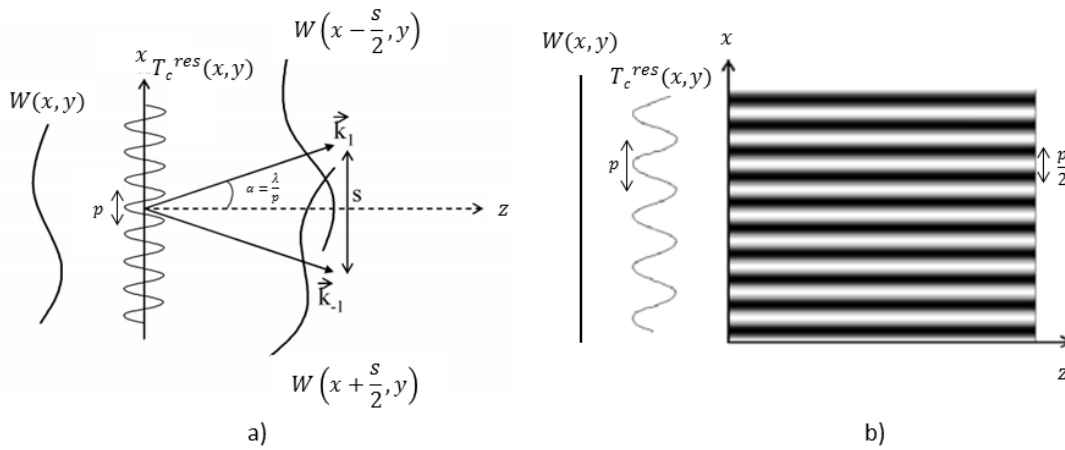


FIGURE 3.5: Cas théorique d'un réseau en transmission d'amplitude sinusoïdale. a) Chaque ordre diffracté par le réseau transporte une réplique basculée de l'onde à analyser, b) la figure d'interférence est invariante en propagation derrière un tel réseau.

déplacement du maillage d'autant plus important. En revanche, il est à noter que plus la distance d'analyse est élevée, plus la diffraction par propagation introduit de la corrélation entre les franges. Il y a donc un compromis à trouver sur la distance d'analyse.

Ce cas idéal se transfère en deux dimensions dans le cas théorique de la diffraction d'un réseau dont la fonction de transmittance serait sinusoïdale selon deux dimensions [figure 3.6 a)]. Elle se décompose selon une fonction d'amplitude et de phase représentées en b) et c).

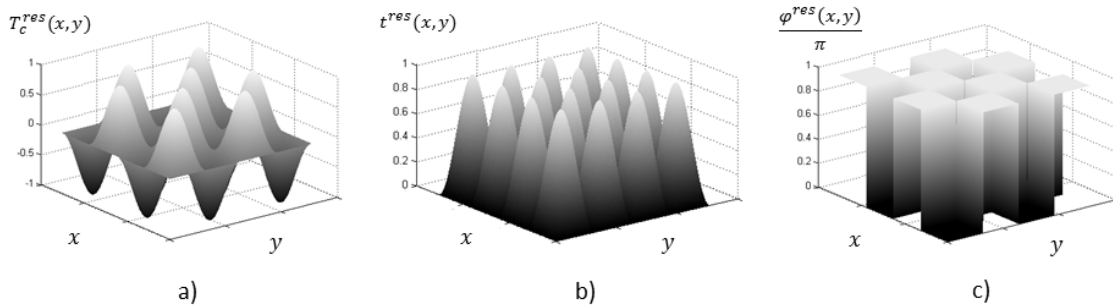


FIGURE 3.6: Décomposition du réseau idéal a) Sinusoïde bidimensionnelle pure, b) Amplitude $t^{res}(x, y) \in [0, 1]$, c) Phase $\varphi^{res}(x, y) \in \{0, \pi\}$.

Le schéma de principe associé à la diffraction d'un tel réseau est reporté sur la figure 3.7 a). La fonction de transmittance étant une sinusoïde en deux dimensions, son spectre se décompose en 4 ordres diffractant selon les directions $\vec{k}_{1,1}$, $\vec{k}_{-1,1}$, $\vec{k}_{-1,-1}$ et $\vec{k}_{1,-1}$. La seconde figure représente le recouvrement des différentes ondes lorsque l'on exagère le recul du détecteur par rapport au réseau. Contrairement au cas réel de la grille Hartmann pour lequel nous pouvons dénombrer sur la figure 3.4 b) pas moins de 25 répliques de l'onde incidente, seules 4 répliques sont ici générées. Le phénomène d'interférence à 4 ondes se produit au centre de la figure. Tant que les quatre ondes se recoupent, le réseau diffracte un tableau 2D de franges invariantes par propagation.

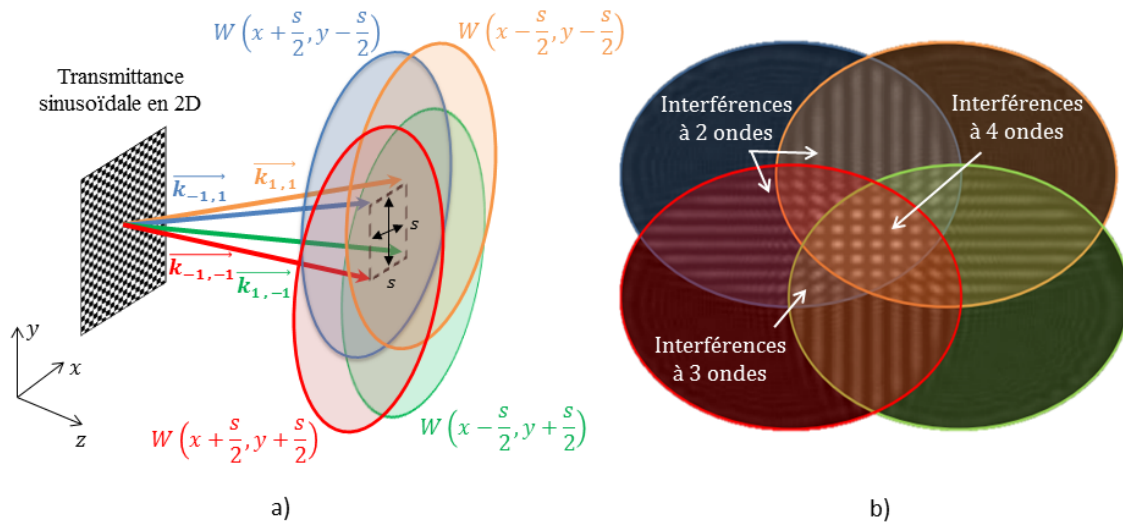


FIGURE 3.7: Principe du quatre ondes ; cas théorique d'un réseau de transmittance sinusoidale à deux dimensions. a) Seulement quatre ondes sont répliquées et basculées entre elles, b) Simulation de la figure d'interférence acquise par le détecteur en exagérant le recul par rapport au réseau. On retrouve trois types d'interférences, à deux, trois et quatre ondes au centre.

Cette configuration interférométrique théorique est un candidat idéal pour la mesure en métrologie de faisceau ; cependant nous allons voir qu'elle n'est pas rigoureusement atteignable d'un point de vue instrumental.

3.2.4 Approximation instrumentale du cas idéal

Malheureusement il est très complexe de réaliser un masque de transmission sinusoidale parfait, qui plus est en deux dimensions. De nombreux travaux ont donc visé à développer un instrument s'approchant de ce modèle théorique idéal dans les domaines spectraux visible et infrarouge [(PRIMOT, 1993), (PRIMOT et GUÉRINEAU, 2000), (VELGHE, 2007)].

L. Sogno a développé au cours de son travail de thèse [(PRIMOT et SOGNO, 1995), (SOGNO, 1996)] une première solution qui consiste à utiliser un montage afocal en aval du réseau de diffraction de façon à ce que la première lentille réalise une transformée de Fourier optique de la fonction de transmittance du réseau pour sélectionner les ordres d'intérêt par un filtrage spatial physique au moyen de diaphragmes dans le plan focal. La seconde lentille réalise l'opération de transformée de Fourier inverse. Le réseau en lui-même a été conçu pour être un réseau de phase codée sur trois niveaux, $(\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3) = (0, 2\pi/3, 4\pi/3)$ sans effet de transmission $t^{res}(x, y) = 1$ et structuré selon un maillage hexagonal de façon à générer trois ordres de diffractions placés suivant un triangle équilatéral, et symétriques par rapport à l'axe de propagation. Le montage, ainsi que l'interférogramme obtenu après décalages des trois répliques, sont représentés sur la figure 3.8.

Ce type de montage a été utilisé sur chaîne de laser intense (CHANTELOUP et al., 1998), mais étant peu compact il a évolué vers la combinaison de deux réseaux de diffraction, un de phase et un autre d'amplitude de sorte à réaliser une approximation à trois niveaux de la sinusoïde parfaite bidimensionnelle. Il est constitué d'un réseau de phase en damier, la phase $\varphi^{res}(x, y) \in \{0, \pi\}$, couplé à un réseau d'amplitude binaire de type masque de Hartmann utilisé en mode diffractif et non géométrique (PRIMOT et GUÉRINEAU, 2000). Cette combinaison a été nommée Masque de Hartmann Modifié (MHM) et sa décomposition

en réseau d'amplitude $t^{MHM}(x, y)$ et masque de phase $\varphi^{MHM}(x, y)$ en damier accordé à π à la longueur d'onde de travail, est reportée sur la figure 3.9.

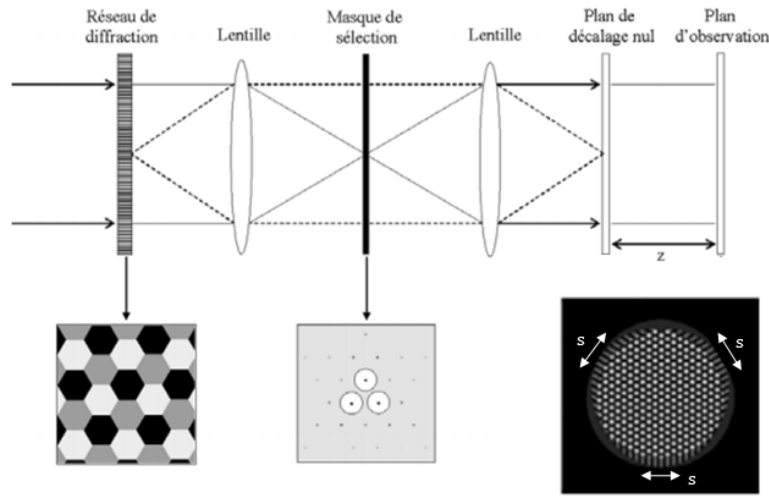


FIGURE 3.8: Sélection des ordres utiles au foyer d'un système afocal au moyen d'un masque de trous. Le système réalise également l'imagerie du réseau de diffraction. En se reculant de ce plan d'imagerie un décalage est introduit entre les trois ondes générées. Figure adaptée de (SOGNO, 1996).

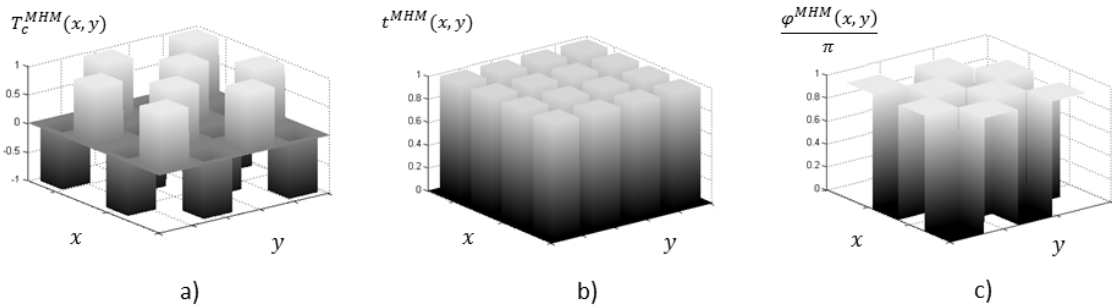


FIGURE 3.9: Décomposition de la transmittance du MHM; a) Approximation à trois niveaux $T_c^{MHM}(x, y)$ de la sinusoïde parfaite, b) amplitude $t^{MHM}(x, y) \in \{0, 1\}$, c) Phase $\varphi^{MHM}(x, y) \in \{0, \pi\}$.

Plus précisément, l'idée derrière cette architecture consiste à dimensionner l'ouverture du masque de Hartmann diffractif de sorte à atténuer, voire supprimer, certains ordres de diffraction du damier seul. En effet, la fonction de transmittance du MHM peut être vue comme un produit de convolution de pics de Dirac de signes alternés avec la géométrie de la structure élémentaire du masque de Hartmann d'ouverture o . Cette représentation est détaillée sur la figure 3.10.

La représentation de ce produit de convolution dans l'espace de Fourier permet de mettre en évidence le filtrage spatial du spectre de la fonction de transmittance. En effet, nous obtenons le produit du spectre de la grille de Dirac (qui correspond lui-même à une grille de Dirac), avec le spectre de l'élément structurant du masque d'amplitude (carré d'ouverture o), dont le spectre correspond à un sinus cardinal. En choisissant une ouverture $o = p/3$, avec p la période du damier de phase, le lieu des premiers zéros du sinus cardinal

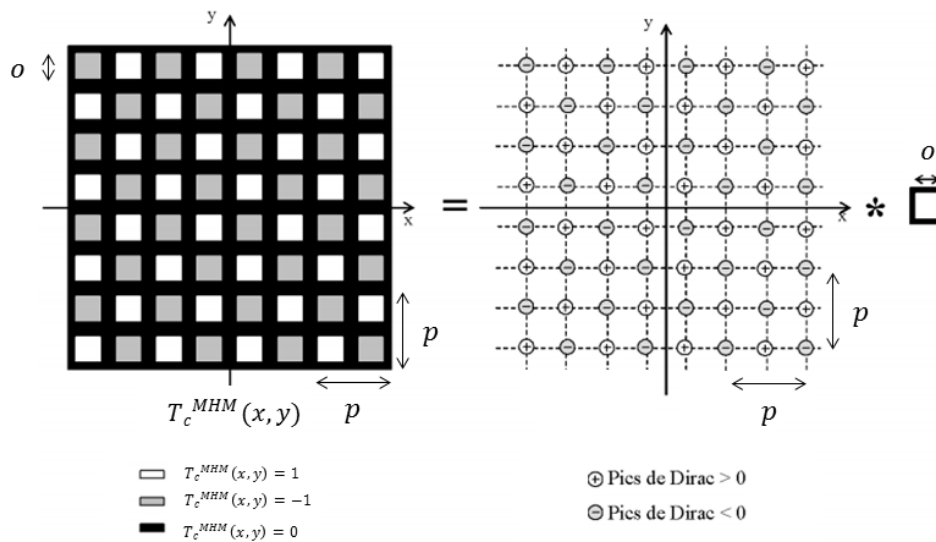


FIGURE 3.10: Décomposition de la transmittance approchée T_c^{MHM} par un produit de convolution. Figure adaptée de (VELGHE, 2007).

correspond à la première série d'ordre de diffraction non désirés. Chaque annulation de ce sinus cardinal permettra de supprimer des ordres du damier de phase. Nous avons représenté en figure 3.11, les transformées de Fourier normalisées de la fonction de transmittance du réseau idéal sinusoïdal en deux dimensions, du réseau de phase $0-\pi$ en damier, ainsi que du MHM afin de visualiser le filtrage des ordres permettant de s'approcher du cas idéal à quatre ondes.

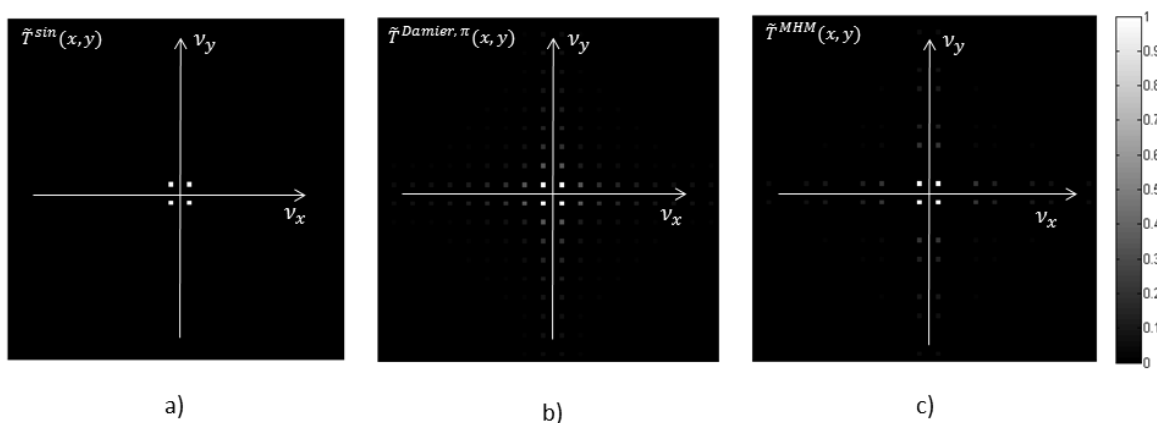


FIGURE 3.11: Spectre des fonctions de transmission de différents réseaux ; a) Sinusoïde bidimensionnelle pure, b) Damier de phase de déphasage $0-\pi$, c) MHM.

Non seulement la configuration de type MHM permet de limiter le nombre d'ordres diffractés par rapport au damier de phase seul, mais il limite aussi l'intensité relative des ordres "parasites" par rapport aux ordres principaux du quatre ondes. Les quatre séries de huit ordres représentés sur la figure 3.11 c) correspondent respectivement à des amplitudes relatives de 20, 42%, 13, 95%, 9, 45% et 4, 17% par rapport à l'amplitude des quatre ordres principaux. Dans le cas b) du réseau de phase $0-\pi$, les quatre amplitudes relatives les plus

fortes sont de 33, 34%, 20, 01%, 9, 45% et 4, 17%.

À partir de l'amplitude des coefficients $C_{q,l}$ il est possible de calculer l'énergie $E_{q,l}$ dans chaque ordre :

$$E_{q,l} = |C_{q,l}|^2 \quad (3.33)$$

Dès lors le théorème de Parseval permet d'obtenir l'énergie totale diffractée par le réseau comme la somme de la contribution de chaque ordre :

$$E^{res} = \iint_{-\infty}^{+\infty} |T^{res}(x, y)|^2 dx dy = \iint_{-\infty}^{+\infty} |\tilde{T}^{res}(\nu_x, \nu_y)|^2 d\nu_x d\nu_y = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} |C_{q,l}|^2 \quad (3.34)$$

Il vient alors que les quatre ordres principaux contiennent 87% de l'énergie dans le cas du MHM et 70% dans le cas du réseau de phase accordé à π , contre 100% dans le cas idéal du quatre ondes. Le MHM est donc considéré dans la littérature comme une bonne approximation du réseau sinusoïdal bidimensionnel.

3.2.5 Introduction de l'ordre 0 et des ordres de diffraction parasites

Cependant, cette approximation n'est rigoureusement valable que dans le cadre d'une utilisation en monochromatique à la longueur d'onde d'accord du réseau de phase définissant le déphasage de π . Dès que le MHM est placé en dehors de ces conditions, avec une illumination de longueur d'onde différente, les effets chromatiques du réseau de phase se font ressentir et de nouveaux ordres de diffraction apparaissent. De plus, l'amplitude relative des ordres entre eux, ainsi que leur phase, varient avec la longueur d'onde changeant ainsi les propriétés de diffraction du MHM. En effet, le déphasage relatif d'un plot de phase par rapport à une zone gravée du réseau suit la loi 3.35. Elle dépend de la différence de marche δ_{Opt} accumulée par un rayon lumineux par rapport à un rayon traversant une zone gravée, et dépend donc de l'épaisseur de matériau traversé. D'autre part, un phénomène de variation de transmission du matériau dans lequel est gravé le réseau de phase peut également engendrer l'introduction d'ordres supplémentaires. Dans le domaine des rayons X ce facteur est non négligeable, mais nous illustrerons uniquement dans cette partie la génération d'ordres parasites par désaccord de phase.

$$\varphi^{res}(\lambda) = \frac{2\pi}{\lambda} \delta_{Opt} = \frac{2\pi}{\lambda} e(n(\lambda) - 1) \quad (3.35)$$

S. Velghe a étudié dans ses travaux de thèse l'impact du désaccord en longueur d'onde du MHM à hauteur de 20% par rapport à la longueur d'accord λ_0 . La variation d'accord de phase résultante est de 20% en supposant la variation d'indice nulle ($\delta(\lambda) = \delta_0(\lambda)$) dans 3.36). Cette hypothèse peut être considérée valide dans les domaines spectraux du visible à l'infrarouge mais l'est beaucoup moins dans le domaine des rayons X. En effet en reprenant sa formule de désaccord de phase $\Delta\varphi^{res}(\lambda)$, et en introduisant le décrément d'indice optique de l'équation 2.7, on obtient la relation :

$$\Delta\varphi^{res}(\lambda) = \pi \frac{\lambda_0}{\lambda} \frac{(n(\lambda) - 1)}{(n_0(\lambda) - 1)} = \pi \frac{\lambda_0}{\lambda} \frac{\delta(\lambda)}{\delta_0(\lambda)} \quad (3.36)$$

Ainsi, imaginons un MHM-X fictif conçu pour travailler sur la bande spectrale 10 et 30keV correspondant à des longueurs d'onde comprises entre 41,3 et 124pm pour une bande spectrale $\Delta\lambda = 82,7pm$, et une longueur d'onde d'accord centrée sur cette bande spectrale à $\lambda_0 = 82,7pm$ (15keV). Le damier de phase de ce MHM-X fictif est constitué de diamant. Ce matériau étant très transparent pour des énergies supérieures à 10keV, nous le considérerons comme un damier de phase pure. Nous pouvons calculer que des plots d'épaisseur $e = 19,82\mu m$ permettent d'atteindre le déphasage de π à 15keV. D'autre part, la variation de la fonction δ_ω du carbone sur la bande spectrale induit de fortes variations de déphasage du damier allant de $\Delta\varphi^{res} = \frac{3}{2}\pi$ à 10keV à $\Delta\varphi^{res} = \frac{\pi}{2}$ à 30keV. L'évolution de l'accord du damier de phase est représentée sur la figure 3.12.

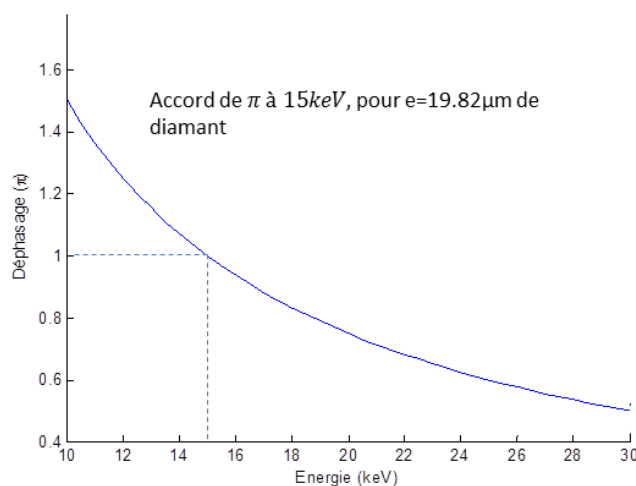


FIGURE 3.12: Comportement d'un MHM-X accordé à 15keV sur la bande spectrale 10-30keV. Variation du déphasage du damier de phase en fraction de π .

Ces variations sont extrêmement élevées et dénaturent complètement le comportement du réseau comme en témoigne le spectre de la fonction de transmittance du réseau calculé à 30keV sur la figure 3.13 a). Nous constatons l'apparition d'une multitude d'ordres de diffraction par rapport au spectre du MHM idéal accordé [3.11 c)], dont l'ordre 0. Nous avons d'ailleurs représenté l'évolution de l'amplitude des coefficients $c_{q,l}$ en fonction de l'énergie pour les quatre coefficients prédominant : $c_{0,0}$, $c_{1,1}$, $c_{2,0}$ et $c_{2,2}$ sur la figure 3.13 b). Nous observons alors que tous les coefficients hormis $c_{1,1}$ s'annulent pour l'accord du MHM à 15keV, mais que leur amplitude augmente en dehors de cet accord alors que celle du coefficient $c_{1,1}$ diminue. Même l'amplitude de l'ordre 0 prédomine en-dessous de 11keV et au-dessus de 24keV. Au vu de la variation des coefficients du spectre de la fonction de transmittance du réseau, les performances du MHM-X ne peuvent rester constantes sur cette bande spectrale du fait des effets chromatiques du réseau de phase.

D'autre part, un autre point bloquant réside dans la réalisation du masque d'absorption. En effet pour espérer pouvoir diffracter les rayons X sur des distances de l'ordre du centimètre à la dizaine de centimètre, le pas du masque de phase doit être de l'ordre de quelques microns. Ainsi dans le cas d'un pas du réseau de phase de $6\mu m$, la règle de conception du MHM impose la fabrication d'une grille de période $3\mu m$ et d'ouverture $2\mu m$. Et ceci, sur des épaisseurs suffisamment importantes pour une bonne absorption des photons X ($30\mu m$ dans le cas de l'or). Un tel réseau est alors très difficile à fabriquer car le rapport d'aspect est très élevé.

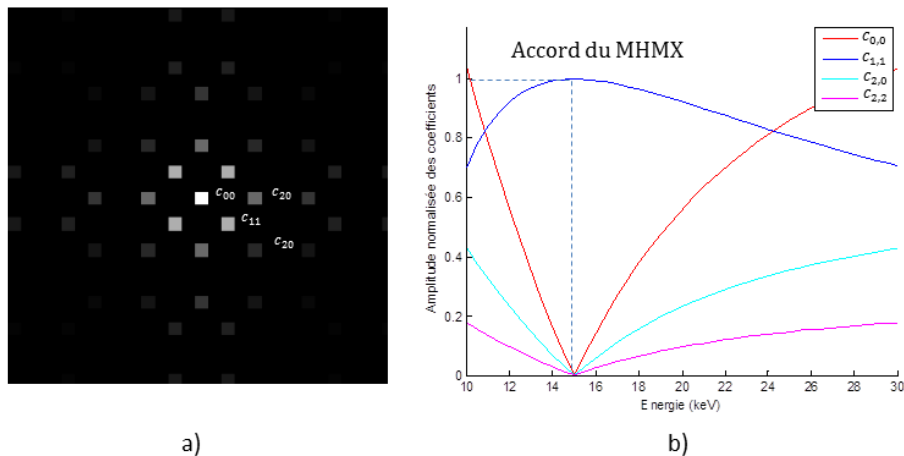


FIGURE 3.13: Comportement d'un MHM-X accordé à 15keV sur la bande spectrale $10\text{-}30\text{keV}$, a) Centre du spectre de la fonction de transmittance du réseau, nous y représentons certains ordres d'intérêt, b) Évolution de l'amplitude de ces ordres en fonction de l'énergie.

Force est de constater que l'approximation instrumentale du quatre ondes par un MHM dans le domaine des rayons X ne convient pas à notre application et justifie une évolution du concept interférométrique. Afin de pouvoir identifier un concept innovant adéquat, il est nécessaire d'étudier les différents types de réseaux de diffraction bidimensionnels et les figures d'interférences qu'ils génèrent en propagation.

3.3 Effet Talbot

Les variations périodiques de la figure d'interférence après un réseau de diffraction ont été identifiées et reportées par Lord Talbot en 1836 (TALBOT, 1836) donnant ainsi son nom à ce phénomène. Ce dernier a été découvert lors de l'observation de rayons lumineux provenant du soleil à travers un réseau d'amplitude. Celui-ci a été fabriqué par J. V. Fraunhofer à partir d'une feuille d'or déposée sur une lame de verre et dans laquelle avaient été coupées des lignes à espacement régulier. La figure d'interférence observée à travers une lentille de fort grossissement reproduisait ainsi des bandes de même orientation que les lignes de transmission du réseau dans certaines couleurs du spectre visible, par paires, et s'alternant au fur et à mesure de la propagation entre raies bleues et jaunes et raies rouges et vertes.

Cette expérience a été répétée en superposant un second réseau dans une direction perpendiculaire au premier ainsi qu'en utilisant un masque de cuivre percé de trous de même diamètre et régulièrement espacés. L'étonnement de Lord Talbot concernait plus particulièrement la netteté de ces bandes de lumière quelle que soit la position d'observation derrière le réseau. Cette expérience a mis en évidence un phénomène d'auto-imagerie du réseau à des positions discrètes, dont la dépendance chromatique est ici évidente. Cette observation est associée au constat de l'existence d'interférences destructives créant des zones dépourvues d'illumination.

Nous étudierons ce phénomène dans cette section en l'appliquant plus particulièrement au cas des rayons X, pour des réseaux $1D$, puis à leur extension en deux dimensions dans le cas de réseaux en damier.

3.3.1 Effet Talbot pour des réseaux binaires unidimensionnels

L'effet Talbot correspond donc au phénomène d'auto-imagerie en propagation d'une structure p -périodique sous illumination cohérente. Ce phénomène est lui-même périodique selon la direction z de propagation de l'onde, et sa période longitudinale, appelée distance de Talbot Z_T , a été calculée analytiquement par Lord Rayleigh (RAYLEIGH, 1881) en 1881 :

$$Z_T = \frac{\lambda}{1 - \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda}{p}\right)^2}} \quad (3.37)$$

Cette expression se simplifie dans le cadre de l'approximation paraxiale ($\lambda/p \ll 1$), condition aisément vérifiée dans le domaine des rayons X :

$$Z_T = \frac{2p^2}{\lambda} \quad (3.38)$$

Ce phénomène d'auto-imagerie périodique se produit pour des réseaux d'amplitude, mais également pour des réseaux de phase. Pour ces derniers, l'effet Talbot a été exhaustivement étudié depuis sa première description théorique en 1971 (GUIGAY, 1971). Dans le domaine des rayons X durs, le phénomène a été observé pour la première fois par P. Cloetens en 97 (CLOETENS et al., 1997) avec des réseaux mono-dimensionnels de phase pure réalisés en matériau plastique et dont la modulation d'épaisseur était de l'ordre de 2,4 μm . Le déphasage associé était faible, de l'ordre de $\pi/20$ pour l'un des réseaux utilisés.

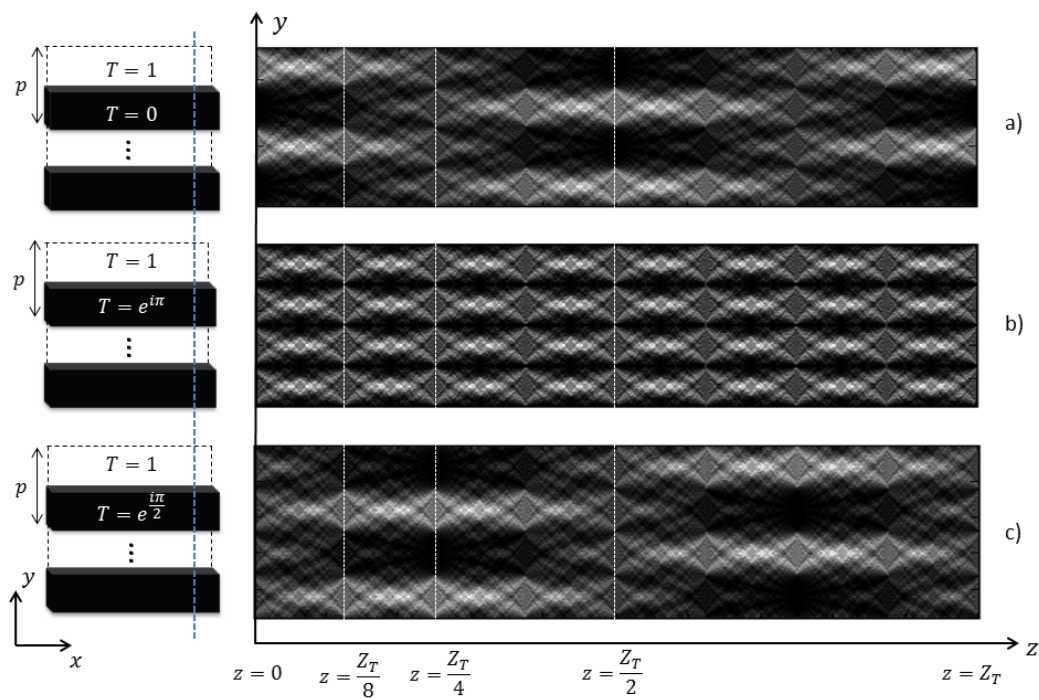


FIGURE 3.14: Coupe verticale sur les figures d'interférences produites par différents réseaux unidimensionnels. Nous observons l'effet Talbot pour des réseaux binaires; a) d'amplitude $t^{res} = 0$ ou $t^{res} = 1$, et de phase dans le cas d'un accord à; b) π et c) $\pi/2$.

La figure 3.14 représente les différentes figures simulées d'effet Talbot obtenues pour les trois types de réseaux 1D les plus utilisés dans le domaine des rayons X, dans l'ordre; le

réseau d'amplitude, et les réseaux de phase dont le saut de phase correspond à π et $\pi/2$. Dans chaque cas, l'évolution de la figure d'interférence est donnée dans le plan (y, z) depuis le plan diffractif jusqu'à la distance de Talbot Z_T . Dans le cas d'une source parfaitement cohérente, cette structuration de la lumière se reproduit à l'infini.

Ces réseaux étant périodiques dans la dimension y , nous abandonnerons dans les notations la dimension x . La fonction de transmittance du réseau se décompose alors en série de Fourier unidimensionnelle à partir de ses coefficients C_l , notation reprise de 3.26 en abandonnant l'indice q associé à l'axe fréquentiel selon x . Ainsi :

$$T_c^{res}(y) = \sum C_l e^{2i\pi l \frac{y}{p}} \quad (3.39)$$

Et le champ diffracté s'écrit selon l'équation 3.8 :

$$U_z(y, z) = T_c^{res}(y) * TF^{-1} [P_z(\nu_x, \nu_y)] = \sum_{l=0}^{\infty} C_l e^{2i\pi l \frac{y}{p}} e^{-i\pi l^2 \left(\frac{z\lambda}{p^2}\right)} \quad (3.40)$$

Cette expression mathématique laisse présager de l'interaction des répliques associées à chaque ordre de diffraction du réseau entre elles. L'intensité sur le détecteur étant proportionnelle au module carré du champ, elle laissera apparaître la somme des contributions du recouvrement de tous les couples de deux ondes. Ainsi, selon chaque coefficient du réseau, et selon le déphasage accumulé en propagation pour chacun d'entre eux, nous pouvons nous attendre à observer une somme d'interférences constructives ou destructives, partiellement ou totalement. D'autre part le terme de phase accumulé pour chaque ordre à l'intérieur de l'exponentielle complexe $\pi l^2 \left(\frac{z\lambda}{p^2}\right)$ évolue intrinsèquement de façon périodique modulo 2π , il est alors concevable d'anticiper une évolution elle-même périodique suivant la distance de propagation z .

Plus précisément nous allons nous intéresser à certaines distances remarquables : les distances $z_k = k \frac{Z_T}{2}$ avec $k \in \mathbb{N}$. Pour les valeurs paires de k , nous retrouvons le phénomène d'auto-imagerie du réseau ; le terme de phase accumulée pour chaque ordre à cette distance s'écrit $e^{-i2\pi l^2} = 1^{l^2} = 1$, il vient alors :

$$U_z(y, k \frac{Z_T}{2}) = \sum_{l=0}^{\infty} C_l e^{2i\pi l \frac{y}{p}} = T_c^{res}(y) \quad \text{pour } k \text{ pair} \quad (3.41)$$

Pour k impair, le terme de phase vaut $e^{-i\pi l^2 z\lambda/p^2} = e^{-i\pi l^2} = (-1)^{l^2}$. Nous pouvons prouver que $(-1)^l = (-1)^{l^2} \forall l \in \mathbb{N}$; ainsi, l'amplitude diffractée s'écrit selon l'équation 3.42 et nous constatons qu'il y a une reproduction de la transmission du réseau mais translatée d'une demi-période.

$$U_z(y, k \frac{Z_T}{2}) = \sum_{l=0}^{\infty} C_l e^{2i\pi l \frac{y}{p}} (-1)^{l^2} = \sum_{l=0}^{\infty} C_l e^{2i\pi l \frac{y}{p}} (-1)^l = T_c^{res}(y - p/2) \quad \text{pour } k \text{ impair} \quad (3.42)$$

L'intensité sur le détecteur étant proportionnelle au module carré de l'amplitude diffractée, à ces distances particulières l'intensité suit le module carré de la transmission des réseaux. Pour un réseau d'amplitude, le contraste est maximal à ces positions puisqu'il reproduit la modulation binaire du réseau entre 0 et 1 ; c'est ce que l'on observe sur le cas a) de la figure 3.14. De plus, il y a bien une translation d'une demi-période à la distance $Z_T/2$. En revanche, pour des réseaux de phase sans effet d'amplitude $|T_c^{res}(y)|^2 = 1$, le contraste est

nul à ces positions comme nous le constatons sur les figures b), c). Nous pouvons toujours parler de phénomène d'auto-imagerie, mais contrairement aux réseaux d'amplitude, il est ici à contraste nul.

Par conséquent la modulation en intensité générée par un réseau de phase ne réalise pas forcément une auto-image de la structure diffractante en propagation. J. C. Guigay a démontré (GUIGAY, 1971) que l'amplitude diffractée à des distances fractionnaires de la distance de Talbot $\frac{k_1}{k_2} Z_T$ avec $(k_1, k_2) \in \mathbb{N}^2$ s'écrit :

$$U(y, \frac{k_1}{k_2} Z_T) = \frac{e^{\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \frac{k_1}{k_2} Z_T\right)} e^{-i\frac{\pi}{4}}}{\sqrt{2k_1 k_2}} \sum_{q=1,2,\dots,k_1 k_2} T\left(y + l \frac{p}{k_2}\right) e^{i\pi \frac{l^2}{2k_1 k_2}} \left[1 + i^{k_1 k_2} (-1)^l\right] \quad (3.43)$$

Cette expression permet de remonter au champ diffracté aux positions remarquables de Talbot fractionnaires identifiées sur la figure 3.14 comme $Z_T/8$, $Z_T/4$ et leurs multiples. Notamment, J.C. Guigay a démontré à partir de cette expression qu'en $Z_T/4$, le champ diffracté pouvait être relié à la fonction de transmittance du réseau par une expression simple :

$$U(y, \frac{Z_T}{4}) \propto T(y) e^{-i\frac{\pi}{4}} + T(y + p/2) e^{i\frac{\pi}{4}} \quad (3.44)$$

Menant ainsi à la distribution d'intensité à cette distance, dépendant principalement du profil de phase $\varphi^{res}(y)$ du réseau et d'un coefficient de proportionnalité κ :

$$I(y, \frac{Z_T}{4}) = |U(y, \frac{Z_T}{4})|^2 = \kappa (1 + \sin[\varphi^{res}(y) - \varphi^{res}(y + p/2)]) \quad (3.45)$$

Ainsi, concernant le réseau de saut de phase $(0, \pi)$, le contraste est nul à cette distance ; il n'y a pas de modulation d'intensité :

$$I(y, \frac{Z_T}{4}) = \kappa (1 + \sin(\pi)) = \kappa \quad (3.46)$$

En revanche pour un réseau de saut de phase $(0, \pi/2)$, nous retrouvons un contraste maximal : la distribution d'intensité reproduit une modulation typique de la distribution de phase du réseau telle que $I \in [0; 2\kappa]$:

$$I(y, \frac{Z_T}{4}) = \begin{cases} \kappa [1 + \sin(\frac{\pi}{2})] = 2\kappa & \text{si } \varphi^{res}(y) = \frac{\pi}{2} \text{ et } \varphi^{res}(y + p/2) = 0 \\ \kappa [1 + \sin(-\frac{\pi}{2})] = 0 & \text{si } \varphi^{res}(y) = 0 \text{ et } \varphi^{res}(y + p/2) = \frac{\pi}{2} \end{cases} \quad (3.47)$$

Dans le cas de ce dernier réseau on retrouve une figure de diffraction semblable au profil d'un réseau d'intensité de même période que le réseau de phase. Ainsi en plaçant un réseau d'absorption de même période que le réseau de phase $\pi/2$ et placé à une distance de $Z_T/4$ derrière celui-ci, le contraste des franges de Moiré est maximal. D'autre part I. Zanette a démontré dans ses travaux de thèse (ZANETTE, 2011) que les zones de contraste maximal des franges générées par un réseau π se trouvent tous les $Z_T/16$ et forment une distribution d'intensité de forme carrée de même contraste que dans le cas d'un réseau $\pi/2$ à $Z_T/4$, ce que l'on retrouve sur la figure 3.14.

Cependant, la modulation générée étant unidimensionnelle il n'est possible d'extraire de la modulation de l'interférogramme qu'une dérivée dans une direction. Les algorithmes d'intégration à partir d'une seule dérivée étant moins stables (KOTTLER et al., 2007) il est préférable de prendre une seconde mesure avec l'échantillon (ou le réseau) tourné de 90° par exemple.

3.3.2 Effet Talbot dans le cas de structures en damier

Ces développements instrumentaux ont donc été poursuivis de sorte à pouvoir accéder à une mesure bidimensionnelle immédiate. Par conséquent les modulations d'intensité générées par le réseau de diffraction doivent se décomposer selon deux dimensions, ce qui implique directement que la structure diffractante soit également périodique dans deux dimensions.

Dans la suite de ces travaux de thèse, nous étudierons plus particulièrement les structures diffractantes en damier. Nous définirons le damier comme un objet périodique de même période p dans les deux dimensions orthogonales de l'espace x et y , avec un rapport cyclique de $\frac{1}{2}$. Par convention nous représenterons une dame noire comme correspondant à une sur-épaisseur de matériau, et une dame blanche comme une zone de transmission unitaire. Du fait de l'équilibre entre les surfaces noires et blanches, la transformée de Fourier de cette objet est simplifiée par l'annulation de l'amplitude de l'ensemble des ordres de diffraction d'indices pairs non nuls.

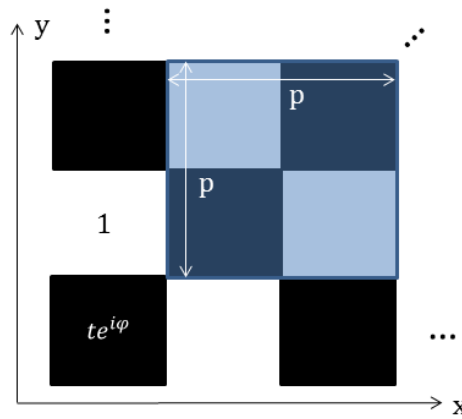


FIGURE 3.15: Définition d'un damier de période p et de transmittance binaire, $T_c^{res} = 1$ ou $T_c^{res} = te^{i\varphi}$

Bien que le terme d'effet Talbot soit initialement utilisé pour décrire les phénomènes d'auto-imagerie de réseaux $1D$, nous garderons cette appellation dans le cadre de la diffraction de réseaux $2D$. Nous pouvons constater sur la figure 3.16 que les modulations en propagation de l'intensité des franges d'interférence peuvent changer de façon drastique par rapport au cas unidimensionnel. En effet, pour ce dernier, l'ensemble des ordres sont situés sur un même axe fréquentiel perpendiculaire à la structure périodique du réseau. Dans le cas bidimensionnel, le spectre de la fonction de transmittance du réseau est bien plus complexe et fait apparaître des ordres dans l'ensemble du plan fréquentiel. Ainsi il existe non seulement plus de couples contributeurs à la figure d'interférence, mais également des couples dont la contribution se produit selon des axes transverses aux axes principaux (x, y) .

Dans un premier temps, nous proposerons une analyse de la diffraction de ces réseaux uniquement fondée sur l'observation des simulations de l'effet Talbot, puis nous décrirons mathématiquement le phénomène dans la section suivante. Nous retrouvons pour le réseau π [3.16 b)] le phénomène de pseudo-focalisation avec un maximum de contraste tous les multiples de $Z_T/16$ impairs et de perte de contraste tous les $Z_T/8$ mais ici de façon exacerbée par rapport au cas $1D$.

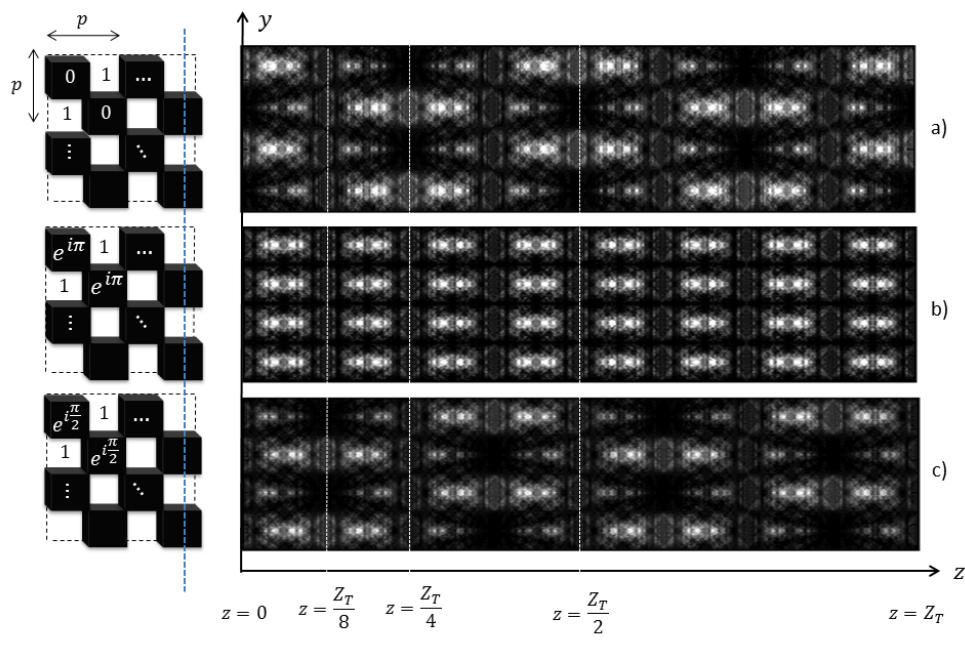


FIGURE 3.16: Coupe verticale sur les figures d'interférences produites par différents réseaux bidimensionnels. Nous observons l'effet Talbot pour des réseaux binaires; a) d'amplitude $t = 0$ ou $t = 1$, et de phase dans le cas d'un accord à; b) π et c) $\pi/2$.

Dans le cas du réseau $\pi/2$ [3.16 c)], les modulations en propagation sont plus chahutées. À une dimension, la perte de contraste se produisait tous les $Z_T/2$ avec une translation des franges d'une demi-période; dans le cas $2D$, les pertes de contraste totales suivies d'une translation du maillage de taches apparaissent deux fois plus souvent, tous les $Z_T/4$, et les maxima de contraste semblent apparaître tous les multiples impairs de $Z_T/8$.

Enfin nous remarquerons que, dans le cas $1D$, la figure de diffraction en propagation d'un réseau $\pi/2$ est similaire à celle d'un réseau d'amplitude décalée longitudinalement de $Z_T/4$. Dans le cas $2D$, le phénomène est identique, mais la figure de diffraction est translaturée en propagation d'une quantité $Z_T/8$.

À notre connaissance, il n'y a pas eu de développement théorique concernant le calcul de l'intensité propagée derrière un réseau quelconque dans le cas $2D$. La difficulté n'est pas tant d'un point de vue conceptuel, car le formalisme théorique est identique au cas $1D$, mais le calcul de diffraction devient plus fastidieux car il nécessite de prendre en compte l'ensemble des ordres hors axes produisant des interférences croisées. Le premier interféromètre à deux réseaux bidimensionnels pour les rayons X reporté dans la littérature (ZANETTE et al., 2010) est composé d'un réseau de phase en damier accordé à π couplé à une grille de type Hartmann. La distance entre les deux réseaux suit la même règle de conception que celle donnée dans le cas $1D$ par T. Weitkamp (WEITKAMP et al., 2006) : Le réseau de lecture de période p_2 doit avoir une période $p_2 = p_1/\eta$, avec p_1 la période du réseau de phase. De plus, il doit être placé à une distance z_k garantissant un contraste de modulation maximum donnée par l'équation 3.48. Un schéma de l'instrument est représenté en figure 3.17.

$$z_k = n \frac{p_1^2}{2\eta^2\lambda} \quad (3.48)$$

Avec,

$$\eta = \begin{cases} 1 & \text{si } \phi = \pi \\ 2 & \text{si } \phi = \frac{\pi}{2} \end{cases}$$

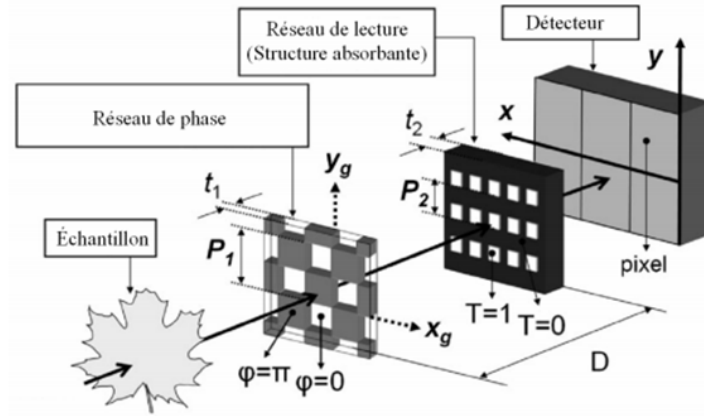


FIGURE 3.17: Interféromètre à deux réseaux bidimensionnels constitué d'un réseau de phase $(0,\pi)$ en damier et d'une grille de type Hartmann. Figure extraite de (ZANETTE et al., 2010).

Que ce soit en $1D$, ou en $2D$, si l'instrument doit travailler sur une large bande spectrale, il est impératif de pouvoir accorder la distance inter-réseaux de façon à conserver un contraste suffisant des franges de Moiré. Ceci explique pourquoi nous relevons différentes distances inter-réseaux dans la littérature en fonction des conditions de mesure.

D'autre part, comme dans le cas du MHM-X fictif, un second problème réside dans l'accord du damier de phase à π . En effet, cet accord n'est respecté qu'à une seule longueur d'onde, et change avec l'énergie (section 3.1.4) du fait des propriétés des matériaux en rayons X. Typiquement, nous avons calculé que pour un réseau de phase accordé à π en milieu de bande à 15keV , la phase du réseau φ appartient à l'intervalle $[\frac{\pi}{2}; \frac{3}{2}\pi]$ (figure 3.12).

Le réseau aura donc un comportement de type π , $\pi/2$ ou hybride entre les deux sur l'ensemble de la bande. Par conséquent, il semble difficile avec un seul réseau d'absorption de garantir un comportement stable de mesure sur l'ensemble de la gamme spectrale puisque la période des franges projetées sur la grille peut varier du simple (cas $\pi/2$) au double (cas π). Le masque d'absorption utilisé en vue de générer des franges de Moiré dans le cas seul d'un accord à π ne pourra garantir un recouvrement adéquat à toutes les énergies. Ce phénomène est illustré sur la figure 3.18. Nous constatons que le maillage de taches à une même distance évolue suivant l'énergie, et ce, quelle que soit la distance d'observation.

Nous ferons remarquer que ce constat est le même pour un réseau d'amplitude. Il s'agit d'un problème plus large associé à l'apparition de l'ordre 0 dans le spectre de la fonction de transmittance du réseau. Nous l'étudierons plus amplement dans la suite.

Ainsi, bien que ce type d'instrument soit très répandu dans la littérature, nous avons montré qu'il n'est pas adapté à un fonctionnement sur une large bande spectrale, du moins sans modifications lourdes du système que ce soit en termes de distance inter-réseau ou d'accord du premier réseau de phase. Ces modifications rendent la calibration absolue plus difficile. Il faudra donc proposer un instrument en rupture avec ce type de concept, plus

simple, à partir d'un seul réseau de diffraction, à définir en trouvant une nouvelle configuration interférométrique permettant de fixer la distance entre réseau et détection, et en adaptant cette dernière à la détection des franges interférométriques de faibles dimensions.

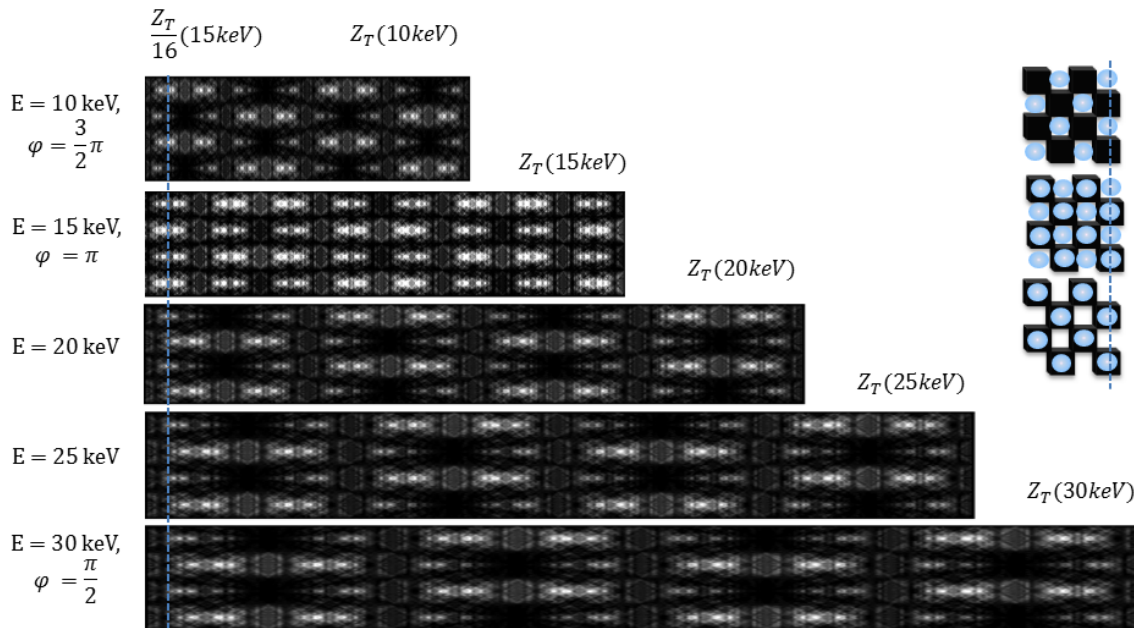


FIGURE 3.18: Évolution des figures de Talbot pour un même réseau accordé à π à 15keV sur une bande de 10 à 30keV . Une coupe en $z = Z_T/16$ est également schématisée pour les énergies 10, 15, 20keV . À droite de la figure nous représentons un schéma du réseau en damier en noir, et les disques en bleu illustrent les franges lumineuses générées par le réseau. Pour une même position, symbolisée sur les figures de Talbot par les traits pointillés, nous constatons que le maillage de frange varie : il se dédouble à 15keV par rapport à 10keV , et se translate d'une demi-période selon x et y à 20keV . Au-delà de cette énergie le maillage est figé mais le contraste des franges diminue.

3.3.3 Impact de la transmission des matériaux

Un autre facteur qui semble moins étudié dans la littérature et qui est exacerbé dans le domaine des rayons X correspond à l'impact de la transmission des matériaux utilisés pour la réalisation des structures diffractantes. Selon les filières technologiques développées par les équipes de recherche, les matériaux constitutifs des réseaux diffèrent. On retrouve principalement des structures à base de nickel, silicium, ou or dans le cas de processus lithographiques couplés à une croissance des structures par électrodéposition de matière. Il est aussi envisageable d'utiliser des structures en résine plastique, mais celles-ci sont susceptibles de se déformer sous faisceau synchrotron notamment en faisceau blanc. Enfin les processus de type etching permettent de structurer des matériaux comme le silicium ou le carbone sous sa forme diamant. Ces matériaux sont plus ou moins absorbants et selon l'épaisseur des structures diffractantes transmettent plus ou moins le rayonnement. Ainsi un réseau de phase peut également avoir un effet de transmission et donc coupler ces effets au cours de la diffraction.

Par exemple, le premier réseau de l'instrument représenté en figure 3.17 est en silicium, avec des dames déphasantes d'une épaisseur de $29\mu\text{m}$. La transmission associée à une telle

épaisseur varie entre à 80 – 99% sur la bande 10 – 30keV. Des réseaux de phase en or ont aussi été utilisés comme réseaux de phase (RIZZI, 2013). Si naturellement $\delta_{Au} > \delta_{Si}$ permet de réduire la hauteur des plots pour un même déphasage à produire, en contre-partie $\beta_{Au} > \beta_{Si}$, ce qui provoque aussi un effet de d'absorption accru. Dans la référence (RIZZI et al., 2013), avec des dames déphasantes d'une hauteur de $3\mu m$, la transmission des dames sur cette bande varie entre 52 – 86.5%. Nous représentons l'impact de ces effets de transmission dans le cas de réseaux fictifs π et $\pi/2$ avec une transmission de 50% sur la figure 3.19. Nous rappelons que la transmission du matériau T se relie au facteur de transmission en amplitude t par la relation $T = t^2$, ainsi le facteur t vaut ici $t = \sqrt{1/2} = \sqrt{2}/2$.

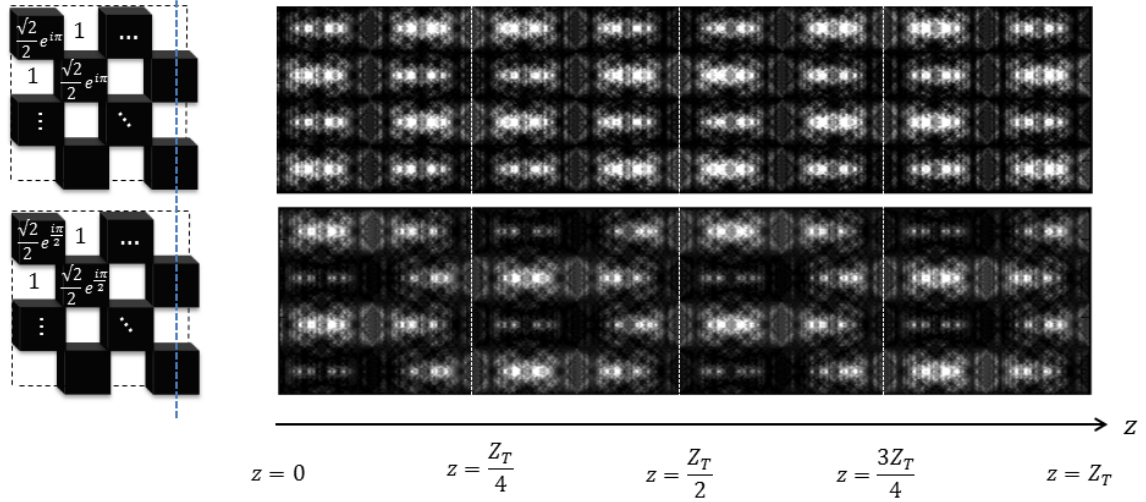


FIGURE 3.19: Effet d'une transmission de $T = 50\%$ sur un réseau π et $\pi/2$

Nous observons une modification du contraste des franges notamment aux positions remarquables pour le réseau d'amplitude pure aux distances multiples de $Z_T/4$. L'effet sur des coupes de franges aussi résolues peut ne pas sembler si catastrophique mais nous verrons expérimentalement dans le chapitre 7, pour des interférogrammes échantillonnés par le système de détection à hauteur de quelques pixels à quelques dizaines de pixels par franges, que l'impact associé à la transmission est plus prononcé que ce que nous pouvons constater ici.

3.3.4 Effet Talbot sur source synchrotron

L'effet Talbot a été décrit ici dans le cas théorique de l'illumination monochromatique du réseau de diffraction par une onde générée par un point ponctuel situé à l'infini. L'onde est alors plane et nous ne prenons pas en compte les effets de cohérence spatiale ou temporelle de la source. Nous allons ici introduire les paramètres de la source de type aimant de courbure de la ligne Métrologie.

La divergence du faisceau X émis par l'aimant de courbure et délimitée par les fentes en tête de ligne étant très faible nous considérons usuellement pour les simulations que le faisceau est collimaté, et donc que l'onde est parfaitement plane. En réalité celle-ci est sphérique et son rayon de courbure est défini par la distance à la source d'émission qui se situe à environ $32m$. À partir de l'expression d'une onde sphérique U_s , il est possible de calculer le facteur de grandissement M des franges observées à une distance z du réseau avec ce dernier placé à une distance R de la source (CLOETENS et al., 1999) :

$$\begin{cases} U_s(x, y) = e^{i\pi \frac{x^2+y^2}{\lambda R}} \\ M = \frac{R+z}{R} \end{cases} \quad (3.49)$$

De la même façon, il y a un phénomène de dilatation des distances dans le cas de l'illumination d'un réseau par une onde sphérique, (CLOETENS et al., 1999), de telle sorte que la distance dilatée d s'exprime selon le rayon de courbure de l'onde sphérique R et la distance au réseau z par la relation :

$$d = z \frac{R}{R-z} \quad (3.50)$$

Pour l'aimant de courbure de la ligne Métrologie le facteur de grandissement M est égale à 1,003, pour une distance de propagation derrière le réseau de l'ordre de dix centimètres. De plus nous évaluons une dilatation de la distance d'un facteur 1,004 dans le cas de la distance de Talbot fractionnaire $Z_T/4 = 12\text{cm}$ à 10keV. L'effet est donc négligeable. Nous verrons par la suite que dans le cas de l'instrument développé sur la ligne Métrologie, nous restons dans ces gammes de distance de propagation. Par conséquent, nous validons l'hypothèse de faisceau collimaté pour la réalisation des simulations et dans la suite du manuscrit nous négligerons ces effets de dilatation. Cependant, il est à noter que l'instrument sera sensible à la courbure du front d'onde aussi faible soit-elle.

3.3.4.1 Cohérence spatiale

Une seconde approximation faite consiste à considérer la source comme parfaitement cohérente spatialement et temporellement ; cependant, nous avons vu que cette cohérence n'est que partielle. Ces effets ont été très largement étudiés et quantifiés [(WEITKAMP et al., 2006), (BECH, 2008)]. La référence (WANG et al., 2010) reprend le calcul dans le cas 2D, en supposant une source gaussienne de largeur à mi-hauteur $\Delta_{x,y}^s$ projetée sur la caméra avec une taille $\Delta_{x,y}^p$ en fonction des distances du réseau à la source D et de la détection au réseau z .

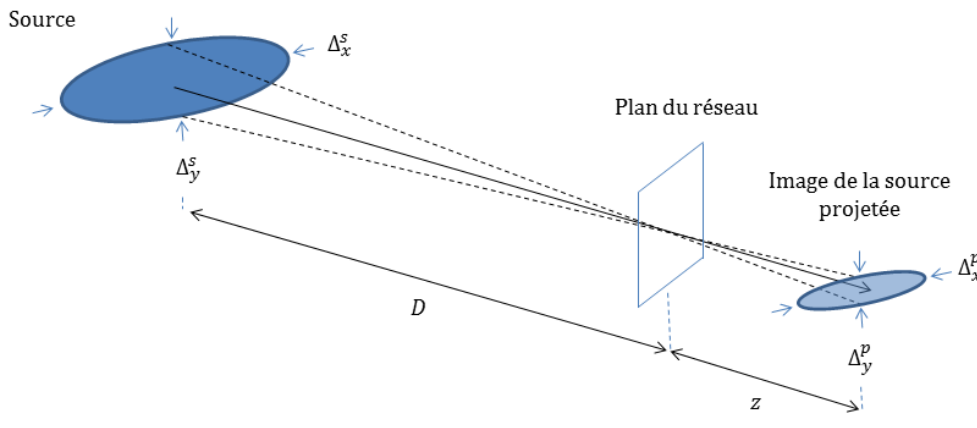


FIGURE 3.20: Schéma cohérence spatiale.

$$\Delta_{x,y}^p = \Delta_{x,y}^s \frac{z}{D}. \quad (3.51)$$

Avec $D = 32m$, et une taille de source en vertical de $59\mu m$ et en horizontal de $141,3\mu m$ (largeurs à mi-hauteur), nous obtenons pour une distance z de $10cm$, des tailles de source projetées de l'ordre de $0,18\mu m$ et $0,44\mu m$ en vertical et en horizontal respectivement. La fonction gaussienne de source projetée se convolue avec la distribution d'intensité dans le cas parfaitement cohérent. Par conséquent, selon la période des franges générées, le contraste de celles-ci peut fortement se détériorer voire même s'annuler. Pour un réseau de période $6\mu m$ générant des franges reproduisant la structure en damier à différentes positions d'auto-imagerie, l'effet de perte de contraste par convolution reste modéré pour des distances de l'ordre de la dizaine de centimètres, en revanche à $1m$, la taille de source projetée est 10 fois plus élevée. Elle atteint $1,8\mu m$ en vertical et $4,4\mu m$ en horizontal. Le contraste tend à s'annuler comme on peut le constater sur la figure 3.21 et les franges détectées deviennent quasi rectilignes en horizontal. Ainsi, on considérera que la distance d'analyse derrière le réseau de diffraction est limitée par la cohérence transverse horizontale de la source dans le cas de la ligne Métrologie.

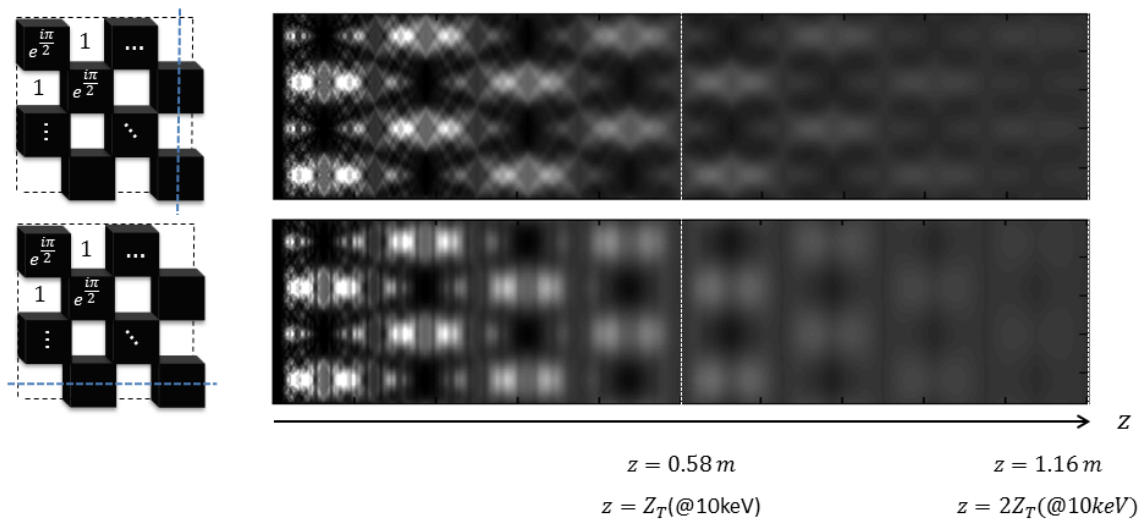


FIGURE 3.21: Effet cohérence spatiale en vertical et en horizontal dans le cas d'un réseau $\pi/2$ de pas $6\mu m$ à $10keV$ pour la source de la ligne Métrologie.

De façon plus globale, ces effets sont à l'origine de l'introduction d'un troisième réseau de diffraction souvent appelé réseau de cohérence dans la transposition de l'interféromètre à deux réseaux des sources synchrotrons vers les sources de laboratoire de type tube X. La cohérence réintroduite par effet Lau (JAHNS et LOHMANN, 1979) est liée à la création de sources secondaires par diffraction. Celles-ci interfèrent de façon constructive à des distances discrètes et permettent de réaliser l'analyse de franges d'interférences même dans le cas d'une source incohérente.

3.3.4.2 Cohérence temporelle

Nous allons désormais nous intéresser à l'effet de la cohérence temporelle partielle de la source. Celle-ci est en général un facteur de dégradation du contraste des franges moins dramatique que la cohérence spatiale. L'interférogramme en polychromatique peut être vu comme la somme des contributions à chaque énergie pondérée par les coefficients du spectre de la source. Dans le cas de l'effet Talbot, nous avons vu que la dépendance en longueur

d'onde de la distance de Talbot engendre des contractions et dilatations en z , avec une variation de maillage de franges selon l'accord à l'énergie considérée et selon la distance où l'on se place.

Par conséquent, nous pouvons imaginer, à partir d'une configuration à une distance fixe et à une énergie donnée pour laquelle le contraste des franges est initialement suffisant, qu'en élargissant la bande modérément l'on retrouve une somme de distribution d'intensité proches et donc que les interférences ne soient pas totalement destructives. Les franges ne se brouillent pas totalement, et le maillage subsiste avec une perte de contraste (ENGELHARDT et al., 2008). Nous avons représenté la distribution d'intensité en propagation pour un réseau simulé en diamant accordé à π à $15keV$ illuminé par le spectre de la ligne entre $10-30keV$ (figure 3.22).

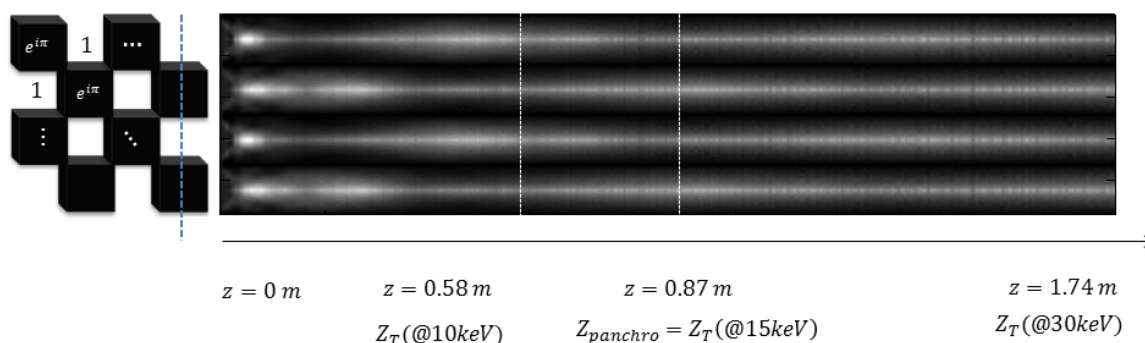


FIGURE 3.22: Effet de la cohérence temporelle partielle de la source. Simulation des franges générées en propagation par le réseau pour le spectre de la ligne Métrologie tronqué entre 10 et $30keV$. Nous constatons la stabilisation des battements du maillage de franges après la distance panchromatique $Z_{panchro}$.

Nous retrouvons le phénomène d'effet panchromatique décrit par [(PRIMOT et GUÉRINEAU, 2000), (GUÉRINEAU, HARCHAOUI et PRIMOT, 2000)], qui fait état de la stabilisation des battements des franges en propagation à partir de la distance panchromatique $Z_{panchro}$ définie par 3.52. Dans le domaine des rayons X ce phénomène a également été reporté (RIZZI et al., 2011), et nous pouvons calculer sur la bande spectrale fixée de $10-30keV$, pour un réseau de période $6\mu m$, une distance panchromatique de $87cm$.

$$Z_{panchro} = 2 \frac{p^2}{\Delta\lambda} \quad (3.52)$$

Cet effet a été très étudié dans différents domaines de longueur d'onde, car il permet grâce à l'élargissement spectral de retrouver une propagation de l'intensité proche de celle du cas idéal d'un réseau sinusoïdal à deux dimensions avec un maillage de franges invariant par propagation. Il est d'ailleurs à l'origine de la conception du premier banc développé sur la ligne Métrologie (RIZZI, 2013).

Cependant, celui-ci ne répond pas à l'ensemble du besoin que nous avons formulé. En effet, bien qu'il soit possible de figer la distance entre réseau de diffraction et détection à une valeur supérieure à la distance panchromatique, l'instrument ne convient pas à une utilisation autre qu'en faisceau polychromatique avec l'ensemble de la bande spectrale prise en

compte lors de la conception, et en faisceau monochromatique à la longueur d'onde d'accord définissant le déphasage de π . En dehors de ces deux configurations, la stabilisation du maillage n'est plus vraie, des battements sont réintroduits comme en figure 3.18. Les variations de maillage se répercutent sur le contraste des franges et donc sur les performances de mesure.

D'autre part, cette stabilisation ne se fait qu'à partir de la distance panchromatique et nous l'avons estimée à 87cm . Cette valeur est trop élevée et va à l'encontre du développement d'un instrument compact. Pour la diminuer il faudrait soit changer la bande spectrale, ce qui n'est pas possible physiquement, soit diminuer la période du damier d'un facteur $2\sqrt{2}$ pour obtenir un facteur 8 sur la distance. La période du réseau serait de l'ordre de $2\mu\text{m}$ et la structure diffractante plus difficile à réaliser.

D'autre part, du fait des propriétés physiques de la source, la cohérence spatiale réduit le contraste des franges à plus grande distance. Notamment, nous avons vérifié expérimentalement (figure 3.23) la chute de contraste à grande distance sur la ligne Métrologie avec un réseau en or d'épaisseur $3\mu\text{m}$ et de période bidimensionnelle $6 \times 6\mu\text{m}^2$. Il y a une incompatibilité entre la mise en place de cette configuration interférométrique exploitant le régime panchromatique et les propriétés de la source.

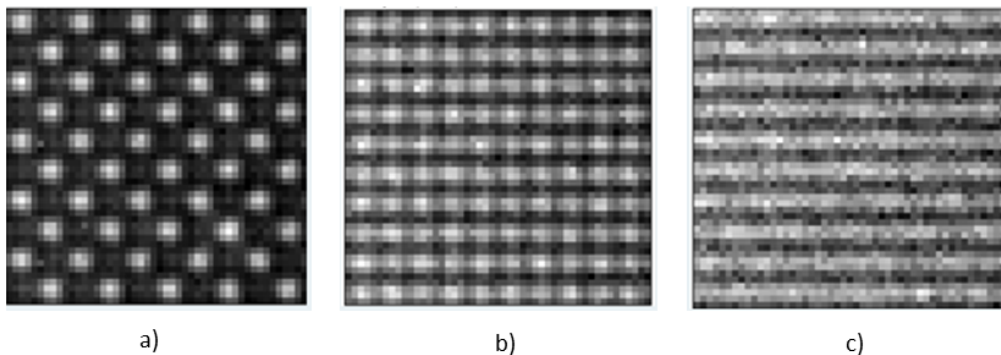


FIGURE 3.23: Interférences en faisceau blanc sur la ligne Métrologie. Les interférogrammes sont acquis par une détection indirecte derrière un réseau en or de période $6 \times 6\mu\text{m}^2$ dont les dames déphasantes mesurent $3\mu\text{m}$ d'épais. a) 10, 7cm, b) 30, 7cm, c) 65, 7cm. On distingue la perte de cohérence en horizontal du fait des propriétés de la source.

L'ensemble de ces raisons justifie le développement d'un concept interférométrique innovant en rupture avec ce qui a déjà été reporté dans la littérature. Afin d'orienter la recherche d'une nouvelle configuration interférométrique, nous allons développer les calculs de diffraction des réseaux en damier.

3.4 Théorie des damiers diffractants

Les variations de déphasage et de transmission des structures diffractantes sur une large bande spectrale correspondent à des limitations physiques associées à l'interaction du rayonnement X avec la matière qu'il est impossible d'éviter. Nous proposons de développer dans cette section les calculs théoriques, tenant compte de ces effets, pour décrire dans un premier temps le spectre de l'objet damier dans le cas général, puis sa diffraction.

3.4.1 Calcul des coefficients d'un damier quelconque

Afin de mener le calcul des coefficients de la transformée de Fourier de la fonction de transmittance du réseau, nous choisissons de considérer le damier tourné de 45° par rapport aux axes (x,y) usuels dans le but de faciliter le calcul. Nous reviendrons à une orientation classique sans rotation dans un second temps.

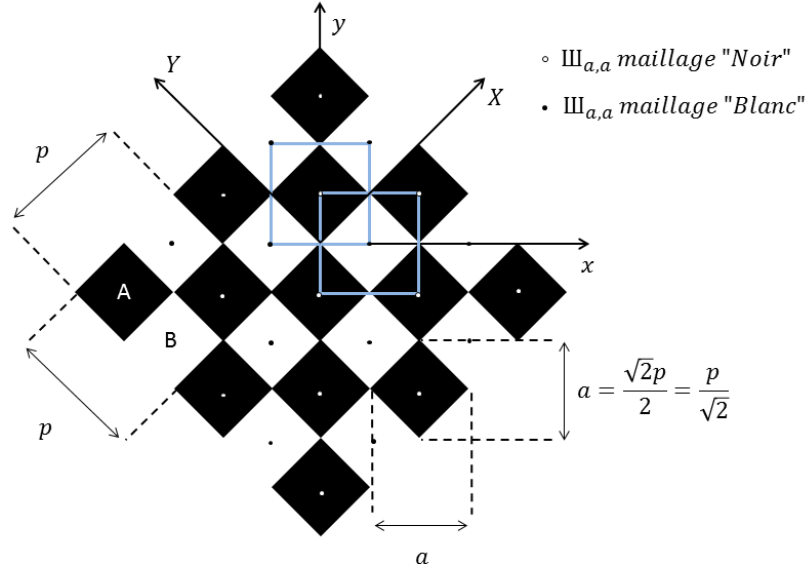


FIGURE 3.24: Damier et conventions mathématiques de calcul.

Dans ce repère, et selon les notations de la figure 3.24, la fonction de transmittance correspond à la combinaison de deux maillages de pas identique a , dont les dames sont tournées de 45° , avec des amplitudes complexes A et B . Si $(A, B) \in \mathbb{C}$, c'est afin de rendre compte de la possibilité que les dames soient à la fois déphasantes et absorbantes. Par rapport au centre du repère, ces deux maillages sont traduits d'une quantité $\frac{a}{2}$, avec $a = p/\sqrt{2}$, selon l'axe x pour le réseau de dames "blanches" (B), et selon l'axe y pour le réseau de dames "noires" (A). $T_c^{res}(x, y)$ s'écrit alors comme la somme de ces deux maillages de dames :

$$T_c^{res}(x, y) = \begin{cases} A \left(\text{III}_{a,a} * \Pi_{45^\circ, \frac{p}{2}}(x, y) * \delta(x, y - \frac{a}{2}) \right) \\ + B \left(\text{III}_{a,a} * \Pi_{45^\circ, \frac{p}{2}}(x, y) * \delta(x - \frac{a}{2}, y) \right) \end{cases} \quad (3.53)$$

Où $*$ représente le produit de convolution, $\text{III}_{a,a}$ représente un peigne de Dirac 2D de pas a dans les deux dimensions, et $\Pi_{45^\circ, \frac{p}{2}}(x, y)$ une fonction porte à deux dimensions de largeur $\frac{p}{2}$ et tournée d'un angle de 45° . On définira la fonction porte non tournée par :

$$\Pi_{0^\circ, \frac{p}{2}}(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{si } |x| \leq \frac{p}{4} \text{ et } |y| \leq \frac{p}{4} \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.54)$$

La transformée de Fourier de la fonction de transmittance s'écrit directement :

$$\tilde{T}_c^{res}(\nu_x, \nu_y) = \begin{cases} \frac{A}{a^2} \left(\text{III}_{\frac{1}{a}, \frac{1}{a}} \times \tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}(\nu_x, \nu_y) \times e^{i\pi a \nu_y} \right) \\ + \frac{B}{a^2} \left(\text{III}_{\frac{1}{a}, \frac{1}{a}} \times \tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}(\nu_x, \nu_y) \times e^{i\pi a \nu_x} \right) \end{cases} \quad (3.55)$$

Le calcul de la fonction $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}$ transformée de Fourier de la fonction porte tournée est détaillée en annexe A. Du fait de la discrétisation du spectre par les peignes de Dirac fréquentiels, le spectre \tilde{T}_c^{res} se réduit à :

$$\tilde{T}_c^{res} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right) = \sum_j \sum_k \tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right) (Ae^{i\pi k} + Be^{i\pi j}) \quad (3.56)$$

Avec

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right) = \frac{a^2}{2} \text{sinc} \left(\frac{\pi}{2}(j-k) \right) \times \text{sinc} \left(\frac{\pi}{2}(j+k) \right) \quad (3.57)$$

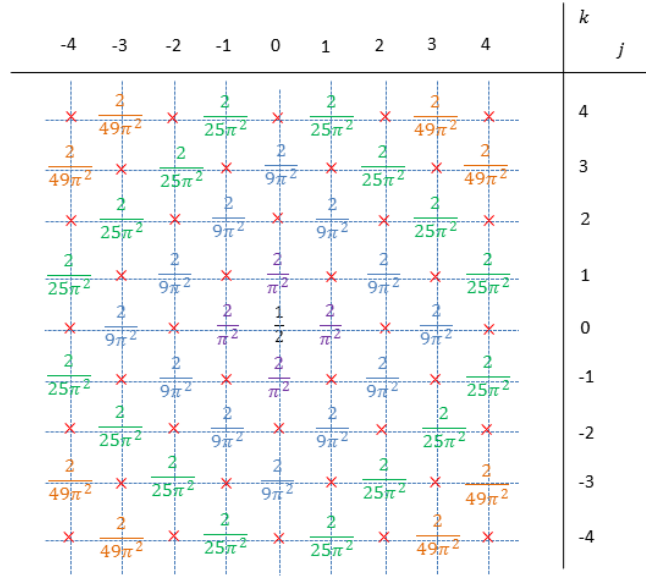


FIGURE 3.25: Coefficients de la fonction de pondération $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right)$ normalisés d'un facteur a^2 .

La fonction $\tilde{\Pi}$ correspond alors à une pondération des coefficients du spectre issus de la transformée de Fourier de la forme géométrique élémentaire des dames du réseau. Elle fait donc apparaître naturellement une pondération en sinus cardinal ($\text{sinc}(x) = \frac{\sin(x)}{x}$ ici).

En dehors du cas $j = k = 0$, où la fonction vaut $1/2$, on distingue deux cas. Soit la fonction est nulle, ce qui rejoint le fait que l'équilibre des surfaces "noires" et "blanches" du damier supprime les ordres pairs de la fonction de transmission du réseau. Dans ce cas la fonction s'annule car :

$$\frac{\pi}{2}(j-k) \propto \pi \quad \text{et/ou} \quad \frac{\pi}{2}(j+k) \propto \pi \quad (3.58)$$

Soit la fonction ne s'annule pas puisque :

$$\frac{\pi}{2}(j-k) \propto \frac{\pi}{2} \quad \text{et} \quad \frac{\pi}{2}(j+k) \propto \frac{\pi}{2} \quad (3.59)$$

Dans ce second cas elle se réduit à une expression simplifiée :

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right) = \frac{2a^2}{(j-k)(k+j)\pi^2} \quad (3.60)$$

Appliquons ce calcul au cas d'un réseau de diffraction dont les dames "noires" prennent l'amplitude complexe $A = te^{i\varphi}$, et dont celle des dames "blanches" sont réduites à $B = 1$. Il s'agit du cas d'un réseau de phase quelconque avec les dames "noires" représentant le maillage en sur-épaisseur de matière avec un effet de phase. Nous proposons de revenir à une notation plus usuelle avec un réseau non tourné de 45° . Pour cela, il suffit d'appliquer un changement de coefficients tel que $q = j - k$ et $l = j + k$.

Détaillons les expressions des coefficients de la transformée de Fourier de la fonction de transmittance du damier. Le premier cas correspond au coefficient $C_{0,0}$ tel que $(q, l) = (0, 0)$:

$$C_{0,0} = \frac{1}{2} (1 + te^{i\varphi}) \quad (3.61)$$

Le second cas correspond aux coefficients $C_{q,l}$, tel que $(q, l) \neq (0, 0)$:

$$C_{q,l} = \frac{2}{\pi^2 ql} \left(te^{i\varphi} e^{i\frac{\pi}{2}(l-q)} + e^{i\frac{\pi}{2}(l+q)} \right) \quad (3.62)$$

A partir de cette dernière équation nous prouvons (annexe B) une propriété qui lie l'ensemble des coefficients $C_{q,l}$ au coefficient $C_{1,1}$:

$$C_{q,l} = -\frac{C_{1,1}}{|ql|} (-1)^{\frac{|q|+|l|}{2}} \quad (3.63)$$

Avec

$$C_{1,1} = \frac{2}{\pi^2} (te^{i\varphi} - 1) \quad (3.64)$$

Enfin, il vient de l'équation 3.63 :

$$C_{q,l} = C_{-q,l} = C_{q,-l} = C_{-q,-l} \quad (3.65)$$

Afin de pouvoir analyser le comportement des différents types de réseaux en damier, nous allons calculer l'énergie des ordres de diffraction pondérés par ces coefficients $C_{q,l}$. Commençons par l'énergie de l'ordre 0 :

$$E_{0,0} = C_{0,0}C_{0,0}^* = \frac{1}{4} (1 + 2t\cos(\varphi) + t^2) \quad (3.66)$$

Pour les autres ordres de diffraction, nous allons nous appuyer sur 3.63 pour exprimer leur énergie diffractée :

$$E_{q,l} = C_{q,l}C_{q,l}^* = \frac{C_{1,1}C_{1,1}^*}{(ql)^2} = \frac{E_{1,1}}{(ql)^2} = \frac{4}{\pi^4 q^2 l^2} (1 - 2t\cos(\varphi) + t^2) \quad (3.67)$$

Cette dernière équation montre que, quel que soit le type de damier, l'évolution de l'énergie $E_{q,l}$ avec $(q, l) \neq (0, 0)$ est toujours la même en fonction de la transmission t et de la phase φ . Seul un coefficient $\frac{1}{(ql)^2}$ intervient. La table 3.1 montre le pourcentage d'énergie diffractée dans chaque ordre par rapport à l'énergie $E_{1,1}$. Nous considérerons dans la suite que les ordres $\leq 10\%$ en relatif sont négligeables. Ceci est d'autant plus valide qu'en général les ordres de diffraction d'amplitude $C_{1,1}, C_{-1,1}, C_{1,-1}, C_{-1,-1}$ et donc d'énergie $E_{1,1}$ ne sont pas les ordres de diffraction principaux dans de nombreux cas.

TABLE 3.1: Énergies $E_{q,l}$ exprimées en relatif par rapport à l'énergie $E_{1,1}$.

	$E_{1,1}$	$E_{1,3}$	$E_{1,5}$	$E_{3,3}$	$E_{3,5}$	$E_{5,5}$
% de $E_{1,1}$	100	33	20	11	6,7	4

Nous avons représenté sur la figure 3.26, la distribution des ordres de diffraction [a)], mais également une représentation en fonction de l'accord de phase φ et de la transmission t du réseau l'évolution des énergies $E_{0,0}$ et $E_{1,1}$ respectivement en [b),c)]. Les énergies pour les ordres de diffraction supérieurs étant proportionnelles à la carte d'énergie $E_{1,1}$ par le biais de la relation 3.67, ces deux cartes nous renseignent sur le comportement de tout réseau en damier. Nous constatons que l'énergie $E_{1,1}$ est maximale pour un accord de π et vaut 16%. Quatre ordres diffractent cette même quantité d'énergie ; nous retrouvons donc un total de 64%. À cet accord l'énergie de l'ordre 0 est nulle.

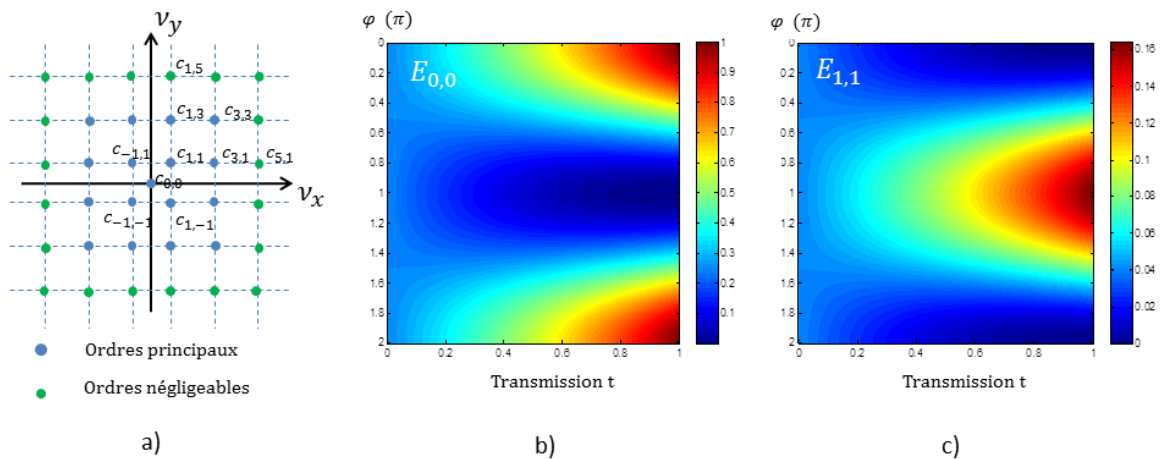


FIGURE 3.26: a) Spectre d'un damier dans le cas général. Les ordres ayant une énergie diffractée supérieure à 10% sont représentés en bleu, les autres en vert. b) Évolution de l'énergie de l'ordre 0 en fonction de t et φ , c) *Idem* pour l'ordre 1.

Ces équations se simplifient pour des valeurs remarquables de t et φ correspondant aux réseaux usuels décrits dans la section précédente. La table 3.2 les regroupe. La première colonne (a.) de la table montre le cas d'un réseau de déphasage nul ou multiple de 2π , mais qui peut avoir un effet de transmission partielle. Le cas $\varphi = 0$ correspond au cas, sans intérêt, d'une lame à faces parallèles. Il n'y a pas de structuration en damier, la transmission est uniforme sur l'ensemble de l'objet et par convention de calcul vaut 1 ; il n'y a alors pas d'énergie diffractée dans les ordres de diffraction mis à part l'ordre 0. Lorsque le déphasage des dames est proportionnel à 2π , il y a bien une sur-épaisseur de matériau permettant de générer ce déphasage et l'objet correspond bien à une structure en damier. Dans ce cas, il y a un effet de diffraction uniquement si le matériau est absorbant. Si $t = 1$, seul l'ordre 0 diffracte. En revanche, si la transmission de la dame est strictement inférieure à 1 ($t < 1$), nous retrouvons bien le cas d'un damier avec effet de transmission, sans effet de phase comme décrit en suivant :

$$\begin{cases} E_{0,0} = \frac{1}{4}(1+t)^2 \\ E_{q,l} = \frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1-t)^2 \end{cases} \quad (3.68)$$

La colonne suivante (b.) correspond au réseau de phase π . Nous calculons l'énergie de l'ordre 0 et des autres ordres d'index $(q, l) \neq (0, 0)$:

$$\begin{cases} E_{0,0} = \frac{1}{4}(1-t)^2 \\ E_{q,l} = \frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1+t)^2 \end{cases} \quad (3.69)$$

En comparaison avec le cas précédent nous remarquerons que les comportements de $E_{0,0}$ et $E_{q,l}$ sont inversés par rapport à la transmission t des dames. Il se retrouve sur les figures 3.26 b) et c). D'autre part, l'énergie $E_{0,0}$ de ce type de réseaux est nulle grâce à l'accord dans le seul cas où $t = 1$. Dès lors que la transmission n'est pas parfaite, il y a réapparition de l'ordre 0 dont l'énergie $E_{0,0}$ croît à mesure que la transmission diminue. Cette augmentation se fait conjointement à une diminution de l'énergie diffractée dans les autres ordres, jusqu'à retrouver le cas limite lorsque $t = 0$ d'un réseau à effet de transmission sans effet de phase.

Concernant le réseau de phase $\pi/2$ (colonne (c.)) nous calculons :

$$\begin{cases} E_{0,0} = \frac{1}{4}(1+t^2) \\ E_{q,l} = \frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1+t^2) \end{cases} \quad (3.70)$$

Enfin pour un réseau de transmission binaire (colonne (d.)), $t = 0$ ou $t = 1$:

$$\begin{cases} E_{0,0} = \frac{1}{4} \\ E_{q,l} = \frac{4}{(\pi^2 ql)^2} \end{cases} \quad (3.71)$$

Pour ces deux derniers réseaux, nous pouvons remarquer que l'expression de l'ensemble des énergies des ordres diffractés est proportionnelle à l'énergie $E_{0,0}$ d'un facteur $\frac{1}{16\pi^4(ql)^2}$.

TABLE 3.2: Expression mathématique des énergies dans les cas usuels.

	a.	b.	c.	d.
	$\varphi = 0(2\pi)$	$\varphi = \pi(2\pi)$	$\varphi = \frac{\pi}{2}(2\pi)$	$t = 0$
$E_{0,0}$	$\frac{1}{4}(1+t)^2$	$\frac{1}{4}(1-t)^2$	$\frac{1}{4}(1+t^2)$	$\frac{1}{4}$
$E_{q,l}$	$\frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1-t)^2$	$\frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1+t)^2$	$\frac{4}{(\pi^2 ql)^2}(1+t^2)$	$\frac{4}{(\pi^2 ql)^2}$

Grâce à ces équations nous pouvons désormais réaliser une première analyse des comportements diffractifs de tout type de réseau en damier. Nous remarquerons que deux comportements semblent se dégager vis-à-vis de la transmission ; l'énergie de l'ordre 0 évolue de façon contraire à l'énergie des autres ordres de diffraction pour les colonnes (a.) et (b.), alors que pour les deux colonnes (c.) et (d.) toutes les énergies suivent la même évolution.

D'autre part, nous avons observé sur les figures de Talbot en propagation dans la section précédente que parmi ces réseaux étudiés, seul celui accordé à π sans effet de transmission partielle ($t = 1$) ne présentait pas d'alternance du maillage de franges. Cette propriété de pseudo-guidage des franges est associée à l'annulation de l'ordre 0. Afin de le vérifier et de quantifier les variations de maillage et de contraste des franges, il est désormais nécessaire de pousser le calcul jusqu'à la distribution d'intensité pour toute distance de propagation.

3.4.2 Diffraction de ce type de réseaux

Reprenons l'équation de propagation d'une onde 3.24, afin de calculer la distribution d'intensité générée par la propagation d'une onde plane à travers un damier diffractant. L'intensité s'écrit en tout point de l'espace :

$$I_z(x, y) = \sum_{m=-\infty}^{+\infty} \sum_{n=-\infty}^{+\infty} V_{m,n}(z) e^{\frac{2i\pi}{p}(mx+ny)} \quad (3.72)$$

Cette équation décrit alors l'intensité comme une somme de modulations sinusoidales unidimensionnelles de période et d'orientation variable dans le plan (x, y) et pondérée en amplitude par une fonction $V_{m,n}(z)$. Chaque modulation sinusoidale de fréquence spatiale $(m/p, n/p)$ est issue des interférences de tous les couples de répliques propagées $\{U_{q+m, l+n}, U_{p,l}\}$, et $V_{m,n}(z)$ s'écrit :

$$V_{m,n}(z) = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} C_{q+m, l+n} C_{q,l}^* e^{i(\Phi_{q+m, l+n}(z) - \Phi_{q,l}(z))} \quad (3.73)$$

Avec $\Phi_{q,l}$ le déphasage dû à la propagation de la réplique U_{ql} selon l'ordre $C_{q,l}$:

$$\Phi_{q,l}(z) = \frac{\pi}{p^2} \lambda z (q^2 + l^2) \quad (3.74)$$

Cette phase accumulée en propagation correspond à une équation de cercle. Nous définissons alors des groupes d'ordres de diffraction. Par exemple, le groupe d'ordres 1 regroupe tous les $C_{q,l}$ tels que $\phi_{q,l} = \frac{2\pi}{p} \lambda z$. Chaque ordre d'un même cercle subira le même déphasage en propagation que les autres ordres du même groupe. Cette phase étant la seule quantité dépendante de z dans l'équation $V_{m,n}(z)$, elle est la seule responsable de l'évolution de la distribution d'intensité en z . De plus cette phase étant définie à 2π près, nous pouvons nous attendre à retrouver à partir de cette fonction les variations périodiques de structuration de la lumière observées dans le cas de l'effet Talbot du chapitre précédent. La figure 3.27 représente les ordres diffractés par le réseau et la nomenclature de regroupement avec les quatre premiers cercles d'ordres.

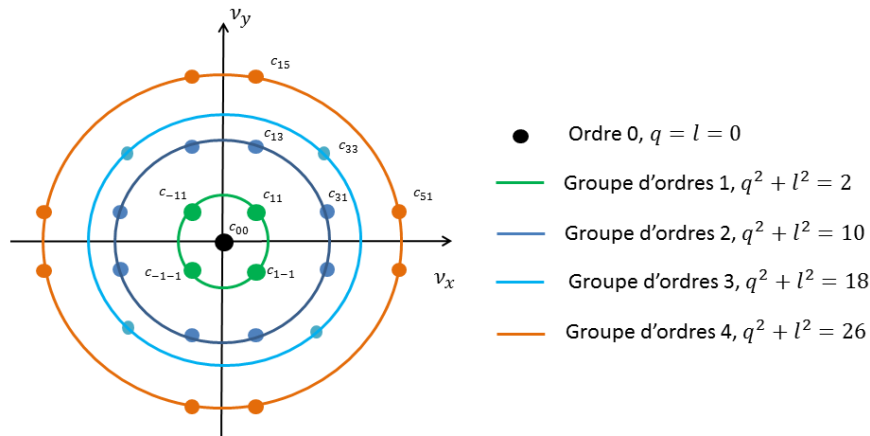


FIGURE 3.27: Nomenclature des cercles d'ordres de diffraction

À la lumière de ce constat et d'après les équations 3.73, 3.74, nous retrouvons la propriété d'invariance par propagation, décrite dans les références [(MONTGOMERY, 1967), (DURNIN, 1985)], pour toutes interférences générées par recouvrement des répliques issues d'ordres appartenant à un même cercle. En effet pour chacun de ces ordres le déphasage ϕ est le même quel que soit z . La fonction de pondération devient indépendante de z , la distribution d'intensité est alors constante. En revanche, il n'en est rien pour les interférences entre ordres de cercles différents. Ces dernières nous intéressent donc plus particulièrement et nous tâcherons de les décrire dans la suite de ces développements.

Néanmoins le calcul de la valeur exacte de cette fonction $V_{m,n}$ peut être fastidieux selon la modulation d'indice (m, n) considérée et le nombre d'ordres impliqués. Afin de limiter la complexité des calculs tout en veillant à rester représentatif du phénomène physique, nous restreindrons en premier lieu l'ensemble des modulations étudiées et chercherons à limiter le nombre d'ordres pris en compte dans le calcul. Dans la pratique, nous travaillerons avec une approximation à 17 ordres du réseau, en tenant compte de l'ordre 0 et des cercles 1, 2 et 3 d'ordres de diffraction.

Afin de suivre les propriétés de diffraction de ce réseau modèle, nous utiliserons la transformée de Fourier. Appliquée à l'équation 3.72 de l'intensité I_z , elle révèle un spectre discret, dont les harmoniques sont placés tous les $(m/p, n/p)$ avec une amplitude complexe $V_{m,n}(z)$. Nous noterons ces harmoniques $H_{m,n}(z)$, et le spectre s'écrit mathématiquement :

$$\tilde{I}_z(x, y) = \sum_{m=-\infty}^{+\infty} \sum_{n=-\infty}^{+\infty} H_{m,n}(z) = \sum_{m=-\infty}^{+\infty} \sum_{n=-\infty}^{+\infty} V_{m,n}(z) * \delta \left(\nu_x - \frac{m}{p}, \nu_y - \frac{n}{p} \right) \quad (3.75)$$

Ainsi, suivre l'évolution en z d'une harmonique $H_{m,n}(z)$ permet alors de remonter à la fonction complexe $V_{m,n}(z)$ caractéristique de la diffraction en propagation du réseau. De plus, ce choix théorique concernant la description du phénomène de diffraction au travers d'un suivi dans l'espace de Fourier est totalement cohérent avec le fait que nous avons choisi d'extraire l'information des interférogrammes par démodulation Fourier (chapitre 4).

Du fait de la géométrie du damier, et de la répartition dans l'espace fréquentiel des ordres de diffraction du réseau, seules les harmoniques telles que $|m| + |n| = 2k, k \in \mathbb{N}$ sont excitées. Voici en figure 3.28 a) un interférogramme type simulé dans le cas d'un réseau accordé à $\pi/2$ à une distance d'observation depuis le réseau de $0, 2Z_T$, et échantillonné de sorte à avoir 6 pixels par période de réseau. Nous reviendrons plus particulièrement sur les problématiques d'échantillonnage du signal par la caméra et le filtrage des harmoniques dans le prochain chapitre. L'interférogramme et le module de son spectre sont donnés ici à titre illustratif 3.28 b).

Le nombre de modulations présentes dans l'interférogramme dépend des paramètres du système de détection ; notamment, de l'échantillonnage qu'il introduit et du filtrage des franges d'interférences qu'il impose. Dans le cas de la figure 3.28, l'interférogramme se décompose en seulement 6 modulations sinusoïdales, menant dans l'espace fréquentiel à 12 harmoniques en plus de l'harmonique centrale. Ce premier constat permet de réduire le nombre d'harmoniques que nous allons étudier.

Nous constatons par ailleurs que les harmoniques de plus forte intensité sont l'harmonique centrale $H_{0,0}$ et le couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$. D'autres, de fréquences porteuses plus élevées sont également présentes comme $(H_{2,0}, H_{0,2})$, et $(H_{2,2}, H_{-2,2})$. Le filtrage du plan

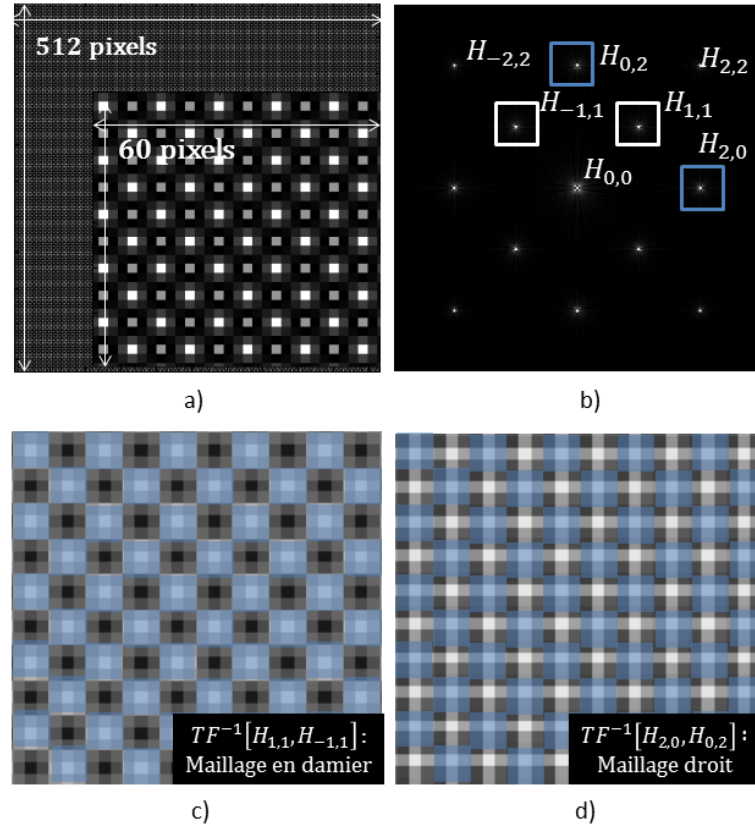


FIGURE 3.28: Suivi des harmoniques de l'interférogramme; a) Interférogramme simulé pour un réseau $\pi/2$ à $0, 2Z_T$ pour un échantillonnage de 6 pixels par période de réseau, b) Module carré du spectre de a), c) Transformée de Fourier inverse de b) filtrée de sorte à annuler l'ensemble du plan Fourier sauf les harmoniques $H_{1,1}$ et $H_{-1,1}$, d) *Idem* mais en conservant cette fois les harmoniques $H_{0,2}$ et $H_{2,0}$. Sur c) et d) nous avons également représenté en bleu la structure du damier du réseau.

Fourier consiste à ne sélectionner que les couples d'harmoniques d'intérêt ($H_{1,1}, H_{-1,1}$) ou ($H_{2,0}, H_{0,2}$). Par transformée de Fourier inverse, nous pouvons accéder aux maillages correspondant [3.28 b)]. Le premier est associé à un maillage re produisant la géométrie en damier du réseau [3.28 c)], alors que le second est associé à un maillage de fréquence double présentant 2×2 franges par période de réseau [3.28 d)]. Nous remarquerons que ces deux maillages, auxquels nous ferons référence comme étant le maillage en damier et le maillage doublé dans la suite de ce manuscrit, sont caractéristiques des franges diffractées par un réseau de phase de type $\pi/2$ pour le premier et de type π pour le second. Par conséquent, le suivi de ces deux couples d'harmoniques nous permettra de retrouver et démontrer l'évolution en propagation de la figure d'interférence telle que nous l'avons observée en $2D$ dans la section précédente.

En dehors de l'harmonique $H_{0,0}$, l'expression de leur amplitude $V_{m,n}$ est relativement complexe car beaucoup de couples de répliques ($U_{q,l}, U_{q',l'}$) y contribuent, notamment tous ceux vérifiant la condition :

$$\forall (m, n) \in \mathbb{N} \begin{cases} m = q - q' \\ n = l - l' \end{cases} \quad (3.76)$$

Ainsi dans le cas $m = n = 0$, l'expression se réduit à :

$$V_{0,0}(z) = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} E_{ql} \quad (3.77)$$

L'harmonique centrale est donc égale à la somme des énergies diffractées dans chaque ordre. Elle est constante, ce qui se traduit, en propagation, seulement par une variation de la structuration de la lumière, et non une variation de l'énergie globale diffractée.

Dans le cas de l'harmonique $H_{1,1}$, il n'y a que deux couples de répliques satisfaisant la condition 3.76 : $(U_{0,0}, U_{1,1})$ et $(U_{0,0}, U_{-1,-1})$. La propriété $C_{q,l} = C_{-q,l} = C_{q,-l} = C_{-q,-l}$ permet de justifier dans le cas d'une onde plane que $H_{1,1} = H_{-1,1} = H_{1,-1} = H_{-1,-1}$. Ainsi nous ne détaillerons que le calcul de l'amplitude $V_{1,1}(z)$ de $H_{1,1}$:

$$\begin{aligned} V_{1,1}(z) &= C_{1,1}C_{0,0}^*e^{i(\phi_{11}(z)-\phi_{0,0}(z))} + C_{0,0}C_{-1,-1}^*e^{i(\phi_{0,0}(z)-\phi_{-1,-1}(z))} \\ &= 2Re \left(C_{1,1}C_{0,0}^*e^{i\left(\frac{2\pi}{p^2}\lambda z\right)} \right) \\ &= \frac{2}{\pi^2} \left[(t^2 - 1)\cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/2} \right) - 2t\sin(\phi)\sin \left(2\pi \frac{z}{Z_T/2} \right) \right] \end{aligned} \quad (3.78)$$

Concernant le calcul de l'amplitude des harmoniques $H_{2,0}$ et $H_{0,2}$, nous remarquerons que $C_{q,l} = C_{l,q}$ ce qui mène également à l'égalité entre $H_{2,0}(z)$ et $H_{0,2}(z)$. Nous ne détaillerons donc que le calcul de $V_{2,0}$. Celui-ci fait intervenir beaucoup plus de couples d'ordres de diffraction ; en effet les répliques satisfaisant la condition 3.76 sont $(U_{1,1}, U_{-1,1})$, $(U_{1,3}, U_{-1,3})$, $(U_{3,1}, U_{1,1})$, $(U_{-1,1}, U_{-3,1})$ et enfin $(U_{3,3}, U_{1,3})$, $(U_{-1,3}, U_{-3,3})$ ainsi que leurs symétriques par rapport à l'axe ν_x . Ce calcul étant plus lourd il sera détaillé en annexe C dans le cas général d'une onde aberrante, le cas d'une onde plane se retrouvant à partir de ce dernier.

$$\begin{aligned} V_{2,0}(z) &= 2E_{1,1} \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27}\cos \left(2\pi \frac{4\lambda z}{p^2} \right) \right] \\ &= \frac{8}{\pi^4} (1 - 2t\cos(\phi) + t^2) \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27}\cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/8} \right) \right] \end{aligned} \quad (3.79)$$

En conclusion, à partir des calculs des coefficients du spectre de la fonction de transmittance du réseaux, nous avons pu dans cette partie décrire mathématiquement les lois d'évolution en propagation des harmoniques d'intérêts en fonction des paramètres de transmission et de déphasage du réseau. Ces équations révèlent une évolution sinusoïdale à une seule fréquence lorsque l'on ne considère que les ordres de diffraction contenus dans les trois premiers groupes d'ordres du réseau, ce qui consiste en une approximation à 17 ordres de diffraction. Dès lors que l'on considère la diffraction d'ordres supérieurs, la dépendance en z des harmoniques sera décrite comme la somme de sinusoïdes de périodicités de plus en plus élevées, liées au terme de phase accumulée en propagation $\phi_{q,l}$.

3.4.3 Cas des réseaux canoniques

Afin de vérifier la cohérence de ces formules avec l'effet Talbot 2D observé dans les précédentes sections, nous avons réalisé la simulation des réseaux canoniques de phase et

de transmission en se limitant à 17 ordres. Plus l'on échantillonne une période de réseau, *i.e.* plus l'on augmente le nombre de pixels numériques représentant cette période, plus le nombre d'ordres de diffraction présents dans la transformée de Fourier de la fonction de transmittance du réseau est élevé. Ainsi en limitant l'échantillonnage à 8 pixels par période de réseau dans les deux dimensions, on limite de fait le nombre d'ordres propagés à 17.

La figure 3.29 montre la parfaite concordance entre la formule théorique en traits pleins et la simulation du suivi de l'évolution des harmoniques $H_{1,1}$ et $H_{2,0}$ dans le cas de la propagation d'une onde plane à travers trois réseaux ; $\pi, \pi/2, t = 0$, sur une distance z appartenant à l'intervalle $[0, Z_T/2]$. Nous présenterons ensuite dans chaque cas les simplifications formelles de l'expression mathématique des harmoniques et commenterons leurs amplitudes relatives, ainsi que les distances remarquables. Les annulations respectives de $V_{1,1}$ et $V_{2,0}$ donneront les positions pour lesquelles le contraste du maillage en damier dans le premier cas et du maillage doublé dans le second cas s'annule. Au contraire, les positions d'amplitude maximale de ces fonctions donneront les lieux pour lesquels le contraste de chacun de ces deux maillage est maximal.

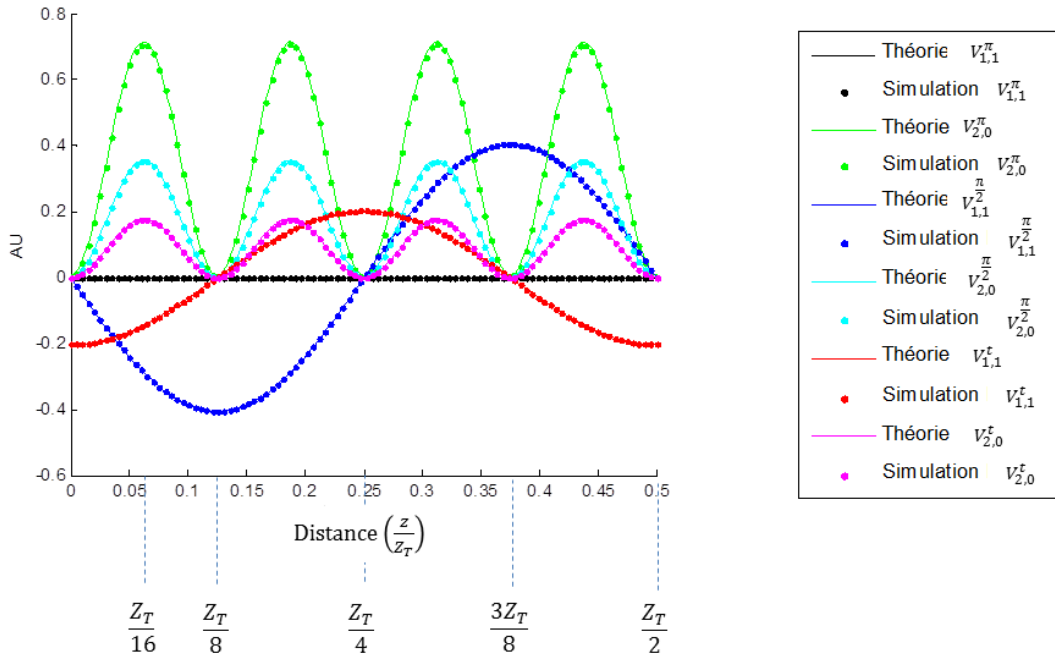


FIGURE 3.29: Simulation et théorie dans le cas des réseaux canoniques $\pi, \pi/2$, $t = 0$ restreints à 17 ordres.

Commençons par le réseau π . Nous noterons la fonction $V_{m,n}$ d'un exposant π pour signifier qu'il s'agit de ce type de réseau. Les équations 3.78, 3.79 sont représentées respectivement en trait plein noir et vert sur la figure 3.29, et deviennent :

$$\begin{cases} V_{1,1}^{\pi}(z) = \frac{2}{\pi^2} (t^2 - 1) \cos\left(2\pi \frac{z}{Z_T/2}\right) \\ V_{2,0}^{\pi}(z) = \frac{8}{\pi^4} (1 + t)^2 \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27} \cos\left(2\pi \frac{z}{Z_T/8}\right) \right] \end{cases}$$

L'accord à π annule le second terme de l'équation de $V_{1,1}^{\pi}$, ainsi si la transmission du réseau est uniforme $t = 1$ sur tout le réseau $V_{1,1}^{\pi}$ devient nulle pour tout z . Dans ce cas, le

contraste du maillage en damier s'annule à toutes les positions, ce qui explique que l'on observe sur les figures de Talbot uniquement un maillage de franges doublé.

Concernant l'amplitude $V_{2,0}^\pi$, celle-ci est maximale pour toutes distances $kZ_T/16$, avec k impair, et s'annule pour toutes distances multiples de $Z_T/8$. Ce comportement est vrai quelle que soit la valeur de la transmission du réseau. Nous retrouvons ceci sur les figures de Talbot déjà observées.

Étudions désormais le réseau de type $\pi/2$, l'amplitude $V_{1,1}^{\pi/2}$ est représentée en trait plein bleu et $V_{2,0}^{\pi/2}$ en trait plein cyan sur la figure 3.29 :

$$\begin{cases} V_{1,1}^{\pi/2}(z) = \frac{2}{\pi^2} \left[(t^2 - 1) \cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/2} \right) - 2t \sin \left(2\pi \frac{z}{Z_T/2} \right) \right] \\ V_{2,0}^{\pi/2}(z) = \frac{8}{\pi^4} (1 + t^2) \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27} \cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/8} \right) \right] \end{cases}$$

Ici les maxima de la fonction $V_{1,1}^{\pi/2}$ prédominent légèrement en valeur absolue sur ceux de $V_{2,0}^{\pi/2}$. Ils sont atteints tous les multiples impairs de $Z_T/8$, alors que l'amplitude $V_{1,1}^{\pi/2}$ s'annule totalement pour les multiples de $Z_T/4$. De même que pour le réseau π , l'amplitude $V_{2,0}^{\pi/2}$ s'annule pour tous les multiples de $Z_T/8$. La prédominance de $V_{1,1}^{\pi/2}$ explique pourquoi le maillage de franges en damier correspond au maillage globalement privilégié par la diffraction avec ce type de réseaux, comme nous avons pu le constater sur les figures de Talbot.

Il existe cependant, de part et d'autre de l'annulation conjointe des deux amplitudes en $Z_T/4$, une zone restreinte pour laquelle $V_{2,0}^{\pi/2} \geq V_{1,1}^{\pi/2}$ en valeur absolue. Dans ces zones, le maillage privilégié est donc doublé et non en damier. D'autre part, $V_{1,1}^{\pi/2}$ change de signe en $Z_T/4$, donc se déphase d'une quantité $e^{i\pi}$ dans l'espace de Fourier ce qui se traduit par une translation dans l'espace réel d'une quantité $p/2$. Nous retrouvons ici le phénomène de translation d'une demi-période du réseau, de la figure d'interférence. L'ensemble de ces remarques sont illustrées sur la figure 3.16.

Concernant le réseau de transmission sans effet de phase, les amplitudes des harmoniques $V_{1,1}^t$ en rouge sur la figure 3.29, et $V_{2,0}^t$ en magenta s'écrivent :

$$\begin{cases} V_{1,1}^t(z) = -\frac{2}{\pi^2} \cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/2} \right) \\ V_{2,0}^t(z) = \frac{8}{\pi^4} \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27} \cos \left(2\pi \frac{z}{Z_T/8} \right) \right] \end{cases}$$

Nous retrouvons ainsi une évolution des harmoniques similaire au cas $\pi/2$ seulement avec des amplitudes moindres. Par ailleurs, les amplitudes $V_{1,1}$ pour ces deux réseaux sont en quadrature ; autrement dit, les annulations de contraste des franges pour le réseau d'amplitude se retrouvent tous les multiples impairs de $Z_T/8$. Les maxima se retrouvent pour tous les multiples pairs.

Ces équations (même si elles ne traduisent que la diffraction de deux couples d'harmoniques, et non la totalité des modulations diffractées par le réseau) ont démontré qu'elles permettaient de retrouver et de quantifier mathématiquement le comportement diffractif des réseaux canoniques en damier observés dans la section 3.3.2.

3.4.4 Évolution des fonctions $V_{1,1}^{\pi/2}$ et $V_{2,0}^{\pi}$ en fonction des paramètres (T, φ)

La formalisation de l'expression des harmoniques nous permet désormais de quantifier l'impact des paramètres de transmission et de phase des plots sur l'amplitude de ces harmoniques et donc potentiellement le rapport signal sur bruit de la mesure. Il ressort de la figure 3.29 la perspective de deux configurations interférométriques, l'une consistant à travailler avec un réseau globalement accordé à π en analysant le couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$ et l'autre, à travailler avec un réseau de type $\pi/2$ en analysant le couple d'harmoniques $(H_{1,1}, H_{-1,1})$. Nous abandonnerons l'idée de concept reposant sur un réseau d'absorption du fait du faible flux de photons en transmission limitant le rapport signal sur bruit des interférogrammes acquis par la détection, et la faible efficacité de diffraction en comparaison des deux autres configurations interférométriques.

3.4.4.1 Impact de la transmission

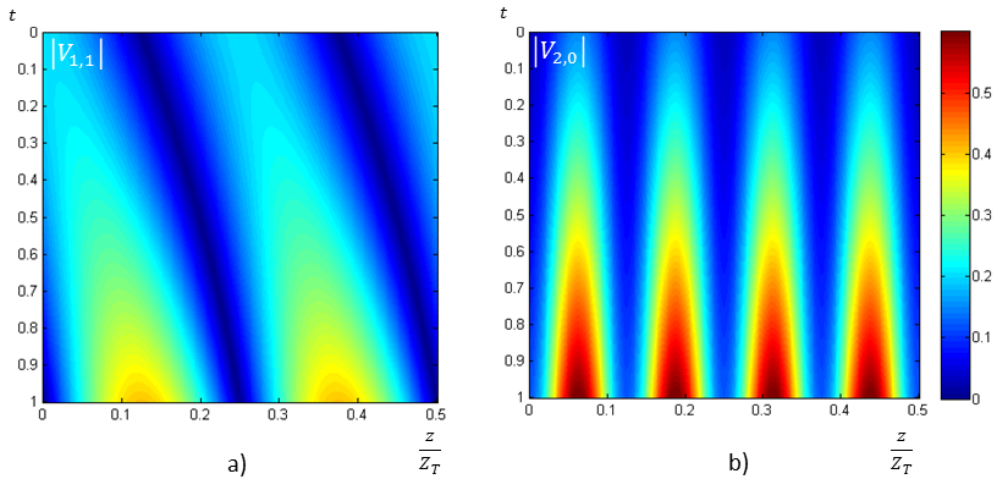


FIGURE 3.30: Robustesse à un effet de transmission, a) Pour la configuration correspondant à l'analyse du couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$ pour un réseau accordé à $\pi/2$, b) correspondant à l'analyse du couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$ pour un réseau accordé à π . La même LUT de couleur est appliquée aux deux images.

Nous commencerons cette analyse comparative avec l'évolution des harmoniques en fonction de la transmission. Dans la section précédente, nous avons calculé que l'amplitude $V_{2,0}^{\pi}$ était affectée d'un facteur $(1+t)^2$. Ainsi entre les cas extrêmes de transmission totale $t = 1$ et d'absorption totale de la lame ($t = 0$), il faut s'attendre à subir une variation maximale d'un facteur 4, ce qui peut se traduire à bruit constant par une perte de rapport signal sur bruit de ce même facteur. Nous avons vu en section 3.3.3 que pour un réseau en or dont les lames déphasantes sont d'une épaisseur de $3\mu m$, que nous avons une variation de transmission entre 52% et 86,5% entre les basses et les hautes énergies (valeurs en 10 et $30keV$). Un tel écart induit un facteur 0,80 sur l'amplitude entre les basses et les hautes énergies dans notre gamme de travail. Le comportement de $V_{1,1}^{\pi/2}$ est en revanche plus complexe car couplé à la perte d'amplitude se produit un décalage des maxima et minima de la fonction. Les distances d'annulation de l'harmonique suivent alors l'équation :

$$z_k = \frac{Z_T}{4} \left[\frac{1}{\pi} \left(\arctan \left(\frac{t^2 - 1}{2t} \right) + k\pi \right) \right] \quad (3.80)$$

Avec \arctan la fonction arc tangente. Ainsi lorsque $t = 1$ la fonction s'annule tous les $kZ_T/4$ et lorsque $t = 0$ la fonction s'annule tous les $(k - \frac{1}{2})Z_T/4$ soit en $Z_T/8, \frac{3}{2}Z_T/8$ etc... Par conséquent les minima ont tendance à se rapprocher avec l'augmentation de l'absorption. Ce phénomène est cohérent avec les observations des figures de Talbot entre le réseau d'amplitude binaire et le réseau de phase $\pi/2$ puisque ce rapprochement en fonction de la perte de transmission correspond à l'évolution progressive du réseau de phase vers le réseau de transmission.

L'amplitude de l'harmonique $H_{1,1}$ du réseau $\pi/2$ suit (pour ses maxima) une loi linéaire en t , par conséquent une variation de transmission de 86,5% à 52% se répercutera directement sur l'amplitude à hauteur d'un facteur 0,78. En termes de variation d'amplitude vis-à-vis de la transmission des dames, les deux harmoniques ont une évolution similaire. Nous les avons représentés sur une distance comprise entre 0 et $Z_T/2$ sont représentés sur la figure 3.30 en fonction du paramètre de transmission.

3.4.4.2 Impact du déphasage

Désormais, nous nous intéressons à l'impact du déphasage sur ces deux configurations interférométriques. Il s'agit d'un paramètre crucial dans notre conception car la large bande spectrale de travail impose des variations de phase φ élevées. Pour un réseau de transmission homogène $t = 1$, les équations 3.78 et 3.79 deviennent alors :

$$\begin{cases} V_{1,1}^{t=1}(z) = -\frac{4}{\pi^2} \sin(\varphi) \sin\left(2\pi \frac{z}{Z_T/2}\right) \\ V_{2,0}^{t=1}(z) = \frac{16}{\pi^4} (1 - \cos(\varphi)) \left[\frac{10}{9} + \frac{20}{27} \cos\left(2\pi \frac{z}{Z_T/8}\right) \right] \end{cases}$$

Du fait de la dépendance en $\sin(\varphi)$ de son amplitude, l'harmonique $H_{1,1}$ est maximale pour un accord de $\pi/2$ et s'annule pour un accord de π . L'harmonique $H_{2,0}$ a un comportement opposé, et du fait du terme en $(1 - \cos(\varphi))$, les extinctions de l'harmonique sont repoussées aux valeurs multiples de 2π . Le comportement de $H_{2,0}$ semble plus robuste par rapport au déphasage introduit par le réseau (figure 3.31).

Ces deux cartes d'amplitudes démontrant le comportement des harmoniques en fonction du déphasage permettent également de préciser les deux configurations envisageables pour l'instrument final. Dans le cas d'une configuration reposant sur l'exploitation de $H_{1,1}$ nous constatons qu'il est préférable de travailler avec un accord global proche de $\pi/2$ mais qu'il est surtout très important d'éviter un déphasage du réseau multiple de π car dans ces cas l'annulation de l'amplitude de l'harmonique annule le contraste des franges rendant ainsi la mesure impossible. Dans le cas de l'harmonique $H_{2,0}$, l'accord souhaitable se trouve autour de π , d'ailleurs son amplitude est supérieure à celle de l'autre harmonique ce qui permettrait d'obtenir un meilleur rapport signal sur bruit en mesure.

Néanmoins, il est à noter que la variation en fonction de la propagation de $H_{1,1}$ est plus lente que celle de $H_{2,0}$. De la même façon il faudra éviter les positions d'annulation des harmoniques qui se trouvent respectivement en $Z_T/4$ et $Z_T/8$, tout en couvrant l'ensemble de la bande spectrale de travail. Ces deux configurations sont représentées sur la figure 3.31 par les délimitations en pointillés blancs notés 1 et 2.

Ainsi si l'harmonique $H_{2,0}$ est moins contrainte vis-à-vis du déphasage, elle l'est en revanche deux fois plus vis-à-vis de la propagation. Ce dernier point est d'autant plus important que cette distance conditionne la sensibilité de mesure de l'interféromètre comme nous le verrons dans le prochain chapitre. En effet, il n'est pas évident que le gain en rapport signal sur bruit équilibre, ou même dépasse le gain en sensibilité sur la mesure.

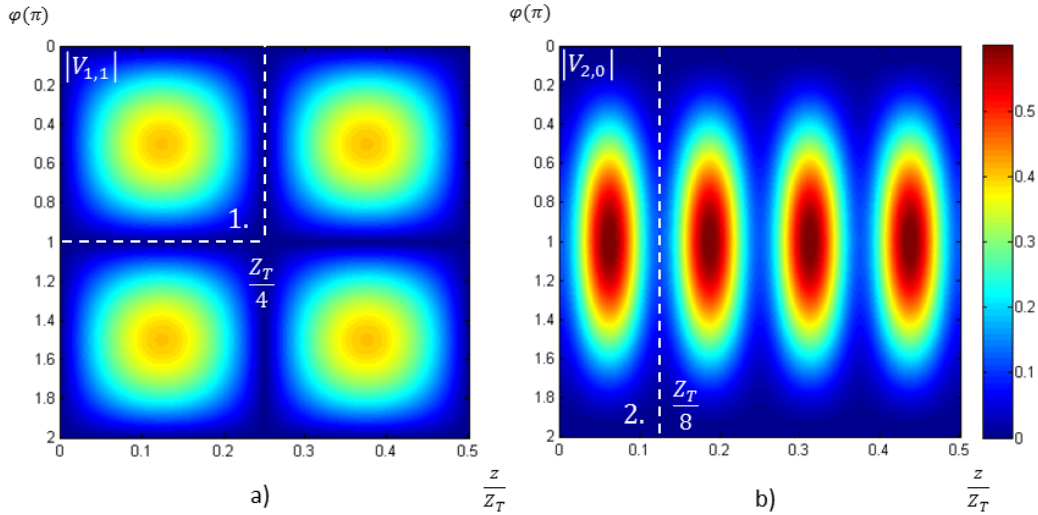


FIGURE 3.31: Robustesse à un effet de déphasage, a) Pour la configuration correspondant à l'analyse du couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$, b) correspondant à l'analyse du couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$. La même LUT de couleur est appliquée aux deux images.

3.4.4.3 Multiplicité des contributeurs

Nous allons exposer ici l'argument définitif qui orientera la conception de l'interféromètre. Nous n'avons pas insisté en section 3.4.2, lors du calcul général de $V_{1,1}$ et $V_{2,0}$, sur le nombre de contributeurs pour chaque fonction. En effet, contrairement au couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$, les interférences de multiples répliques contribuent pour le couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$. Nous allons les dénombrer sur la figure 3.32 à partir du spectre de la fonction de transmittance du réseau limité à 17 ordres.

Dans le cas du couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$, nous pouvons compter trois ordres contributeurs par harmonique, correspondant à deux couples de répliques satisfaisant la condition d'interférence. Dans le cas de l'harmonique $H_{1,1}$ pour lequel nous avons développé le calcul, nous avons écrit l'interférence de $(U_{1,1}, U_{0,0})$, et $(U_{0,0}, U_{-1,-1})$ issus des ordres de diffraction d'amplitude $C_{1,1}$, $C_{0,0}$ et $C_{-1,-1}$. Les deux couples sont entourés en noir sur la figure 3.32 a). Les ordres contribuant à l'harmonique $H_{-1,1}$ ont été entourés en orange.

En revanche dans le cas du couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$ illustré en 3.32 b), nous pouvons compter 16 ordres de diffraction contributeurs par harmonique (tous sauf l'ordre 0), correspondant à 12 couples de répliques. De la même façon, nous avons entouré en noir les couples contributeurs de l'harmonique $H_{2,0}$, et en orange ceux de l'harmonique $H_{0,2}$.

Nous comprenons dès lors que l'information portée par ce couple d'harmonique est beaucoup plus complexe que celle portée par le couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$. Ainsi en travaillant avec ce dernier, nous filtrons l'influence de toutes les autres répliques ; tout se passe comme si le réseau était réduit à 5 ordres de diffraction : les quatre du quatre onde idéal et l'ordre central. En ciblant les traitements de ces harmoniques nous simplifions le composant diffractif ce qui permettra une analyse plus saine ne mélangeant pas les contributions de multiples interférences. Il s'agit donc du choix le plus compatible aux applications de métrologie ainsi que d'imagerie de phase quantitative.

cas du réseau $\pi/2$ il s'agit du couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$, et dans le cas du réseau π , du couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$.

Malgré les avantages que la dernière configuration semble offrir, nous avons montré que l'information portée était plus complexe et mélangeait de nombreuses contributions. Nous choisissons donc plutôt de travailler avec le couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$. Compte tenu de notre étude théorique, ce choix oriente l'instrument vers un réseau de phase de type $\pi/2$. En effet, un réseau de phase π annule l'ordre 0, qui se trouve être dans le cas de l'analyse du couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$ un des contributeurs. L'annuler revient à réduire à 0 l'amplitude des harmoniques de travail.

Le chapitre suivant va nous permettre de comprendre le lien physique entre harmoniques et front d'onde, et nous pourrons poursuivre la modélisation de l'instrument en tenant compte des traitements numériques d'analyse pour ensuite optimiser cette configuration interférométrique dans le chapitre 5.

Chapitre 4

Analyse des interférogrammes

Ce chapitre est dédié à l'analyse Fourier des interférogrammes générés par le réseau de diffraction et aux post-traitements des données extraites. En effet, dans le chapitre précédent nous nous sommes intéressés au cas de la propagation d'une onde plane à travers le réseau, pour le suivi et la prédiction de l'amplitude des harmoniques ; ici, il s'agira de présenter le comportement de l'instrument lors de l'analyse d'une onde quelconque, potentiellement porteuse d'aberrations.

D'autre part, l'extraction de ces informations par analyse dans le domaine fréquentiel peut entraîner l'apparition d'artefacts, dès lors que l'on s'éloigne des conditions mathématiques idéales d'application de la transformée de Fourier. Nous détaillerons alors une procédure de pré-traitement des interférogrammes afin de les conditionner de sorte à s'affranchir des artefacts de bords (liés aux dimensions finies de l'image), ainsi que diverses méthodes de filtrage spectral dans l'espace de Fourier, afin de s'affranchir des artefacts intra-pupillaires liés aux discontinuités éventuelles des dérivées du front d'onde.

Enfin, après avoir garanti la justesse des dérivées extraites, nous présenterons différents algorithmes d'intégration numérique permettant de reconstruire le front d'onde. Nous étudierons l'impact de cette étape numérique sur le signal reconstruit.

4.1 Interprétation et extraction des informations contenues dans les interférogrammes

L'analyse des modulations d'une image peut se faire par de nombreuses méthodes, comme le calcul barycentrique (BAKER et MOALLEM, 2007), les algorithmes de corrélation croisée [(LEWIS, 1995), (POYNEER et al., 2005), (MORGAN, PAGANIN et SIU, 2011)], les transformées de Hilbert Huang (TRUSIAK, PATORSKI et POKORSKI, 2013), les méthodes de "tracking" (VILLA, QUIROGA et SERVÍN, 2000), ou l'analyse Fourier [(TAKEDA, INA et KOBAYASHI, 1982), (VELGHE et al., 2005), (WEN et al., 2010)]. Nous choisirons ce dernier type d'extraction pour la suite de ce manuscrit et nous chercherons à faire le lien dans cette section entre les harmoniques du spectre des interférogrammes et les déformations du maillage de franges.

Le choix de cette extraction est lié aux paramètres de l'instrument vers lesquels nous nous dirigeons. Dans le domaine des rayons X les périodes des réseaux de diffraction sont micrométriques pour pouvoir produire un effet de diffraction notable sur des distances de l'ordre de quelques centimètres. Sans second réseau générant des franges de Moiré de grandes dimensions devant l'échantillonnage du détecteur, il est nécessaire d'adapter la détection. Les systèmes de microscopie standard que nous utilisons alors pour grandir les franges sur le détecteur, avec des grossissements entre $\times 5$ et $\times 10$, échantillonnent alors idéalement les franges pour une extraction Fourier. De plus, les algorithmes dédiés de calcul dans l'espace de Fourier permettent un traitement rapide de l'information.

4.1.1 Démodulation Fourier du cas 1D

S. Velghe dans sa thèse (VELGHE, 2007) propose une comparaison entre l'interférométrie à décalage et la modulation et démodulation de phase en télécommunication. La propagation d'un signal de basse fréquence étant difficile sur de longues distances, il est possible d'associer cette première onde à une seconde de plus haute fréquence. Celle-ci sera porteuse de l'information de la première, et il conviendra d'analyser la combinaison des deux pour obtenir par démodulation l'onde basse fréquence initiale. Ce parallèle est ici très adapté au cas de l'interférométrie à décalage latéral, car le réseau de diffraction est générateur d'une ou plusieurs modulations hautes fréquences qui seront chacune porteuse d'une information plus basse fréquence associée à l'échantillon ou plus généralement au front d'onde analysé. La démodulation consistera alors dans le domaine de Fourier à extraire le support de l'harmonique de travail [(TAKEDA, INA et KOBAYASHI, 1982), (RODDIER et RODDIER, 1987)], étape que nous décrirons plus largement ici.

Afin d'illustrer ceci, reprenons le cas de la diffraction d'une onde aberrante $W(x, y)$ à travers un réseau idéal à deux ordres de diffraction. Nous avons calculé que la distribution d'intensité sur le détecteur est, dans ce cas particulier, invariante par propagation et suit l'équation :

$$I_z(x, y) = 2I_0 \left[1 + \cos \left(\frac{4\pi}{p} x + \frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \right) \right] \quad (4.1)$$

Le spectre de l'interférogramme s'exprime alors par transformée de Fourier :

$$TF [I_z](\nu_x, \nu_y) = 2I_0 \left[\begin{array}{c} \delta(0, 0) \\ +H_1(\nu_x, \nu_y)^* \delta \left(\nu_x - \frac{2}{p}, 0 \right) \\ +H_{-1}(\nu_x, \nu_y)^* \delta \left(\nu_x + \frac{2}{p}, 0 \right) \end{array} \right]$$

Il se décompose en trois Dirac, dont deux excentrés d'une fréquence porteuse $\nu_p = \frac{2}{p}$. Comme nous présentons le cas d'une modulation à une dimension, nous laisserons de côté la nomenclature $H_{m,n}$ jusqu'à la section suivante. Les deux harmoniques présentes sont notées H_1 et sa symétrique H_{-1} . Ces Dirac sont convolués à la fonction complexe de l'harmonique qui s'écrit ici :

$$H_{\pm 1}(\nu_x, \nu_y) = TF \left[e^{\pm i \frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}(x, y)} \right] \quad (4.2)$$

Dès que le front d'onde analysé présente des variations spatiales *i.e.* $\frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \neq 0$, il devient possible par simple transformée de Fourier inverse de récupérer l'exponentielle complexe, dont l'argument est relié à la dérivée du front d'onde. Chaque harmonique ne se différencie ici que par le signe de l'argument de l'exponentielle. La figure 4.1 a) montre l'interférogramme généré par un réseau à deux ondes parfait à une distance z quelconque dans le cas d'une onde plane, et en présence d'une aberration sphérique [b)]. Enfin, le module de la transformée de Fourier de ce dernier cas est également représenté [c)].

Le décalage entre les deux ondes du réseau ne se faisant que selon la direction x , nous constatons que la déformation des franges ne se fait que selon cette même direction. D'autre part, en reprenant l'équation 2.20 des polynômes R_n^m de Zernike pour les termes associés à l'aberration sphérique [$Z_4^0 = 1 + 6(\rho^4 - \rho^2)$] et à la coma [$Z_3^1 = (3\rho^3 - 2\rho)\cos(\theta)$], nous

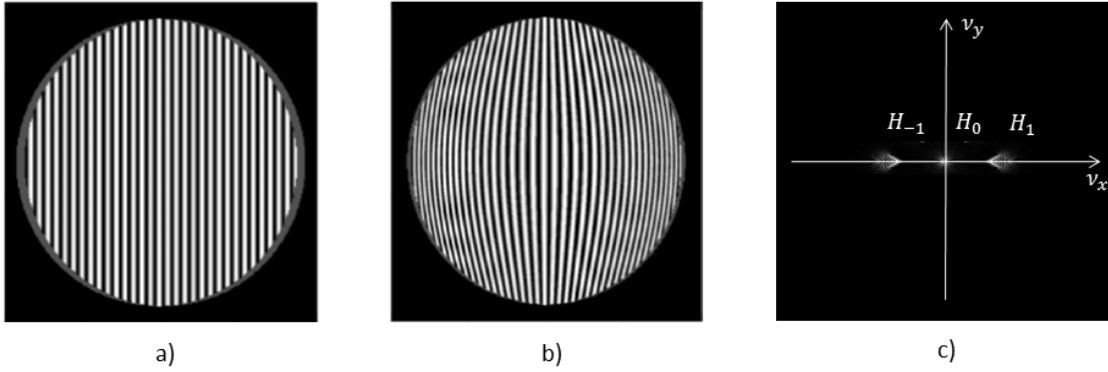


FIGURE 4.1: Déformation d'un interférogramme 1D en présence d'une aberration sphérique, a) Interférogramme d'une onde plane, b) Interférogramme d'une onde sphérique, c) Transformée de Fourier de b).

retrouvons par dérivation du monôme de plus haut degré le terme en ρ^3 de la coma. Ceci explique pourquoi l'on retrouve sur la figure 4.1 c) les formes typiques d'aigrettes de coma sur les harmoniques H_1 et H_{-1} .

Un autre cas intéressant à étudier correspond à celui de la courbure de l'onde incidente. Le front d'onde $W(x, y)$ associé s'exprime :

$$W(x, y) = a(x^2 + y^2) \quad (4.3)$$

Ainsi l'analyse d'une telle onde mène au terme dérivé :

$$\frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) = \frac{8\pi}{p} z a x. \quad (4.4)$$

Les deux harmoniques s'écrivent :

$$H_{\pm 1}(\nu_x, \nu_y) = TF \left[e^{\pm i \frac{8\pi}{p} z a x} \right] = \delta(\nu_x \pm \nu_a) \quad \text{avec} \quad \nu_a = \frac{4az}{p} \quad (4.5)$$

La courbure de l'onde correspond à un basculement des dérivées qui se traduit par un décalage des harmoniques dans l'espace de Fourier d'une quantité ν_a . Le sens de déplacement de l'harmonique est dicté par le signe de la parabole, ainsi si $a < 0$, l'onde est divergente et l'harmonique se déplace vers l'harmonique centrale en $(\nu_x, \nu_y) = (0, 0)$. Vu dans l'espace réel, l'onde est divergente, les franges s'espacent et leur échantillonnage augmente au fur et à mesure de la propagation. La modulation tend alors vers les basses fréquences. À l'inverse si $a > 0$, l'onde est convergente et l'harmonique s'excentre davantage dans le plan Fourier.

4.1.2 Démodulation Fourier dans le cas 2D

Il est possible de généraliser le cas 1D au cas 2D à partir de l'équation de distribution de l'intensité diffractée au plan de côte z en aval du réseau 3.72. A partir de cette distribution d'intensité, nous pouvons calculer le spectre de l'interférogramme par transformée de Fourier et exprimer, comme au chapitre précédent, les amplitudes des harmoniques du spectre à partir de l'équation des $V_{m,n}$ (équation 3.73). La différence majeure avec la section

précédente correspond au fait que désormais nous tiendrons compte de la diffraction d'un front d'onde aberrant $W(x, y)$ à travers le réseau. Celle-ci s'exprime en fonction des coefficients $C_{q,l}$ du spectre de la fonction de transmittance du réseau, et de la phase accumulée $\Phi_{q,l}$ au cours de la propagation. Nous noterons l'amplitude complexe $V_{m,n}(z, W(x, y))$ dans la suite :

$$V_{m,n}(z, W(x, y)) = \sum_{q=-\infty}^{+\infty} \sum_{l=-\infty}^{+\infty} C_{q+m,l+n} C_{q,l}^* e^{i(\Phi_{q+m,l+n}(z) - \Phi_{q,l}(z))} TF^{-1} \left[e^{-ik(W(x-s_{q+m}, y-s_{l+n}) - W(x-s_q, y-s_l))} \right]$$

Avec, s_q le décalage entre les deux ondes considérées, proportionnel à la distance z et à l'angle $\tan(\alpha) \approx \alpha = \lambda/p$ de l'ordre de diffraction. Dans le domaine des rayons X, l'approximation de la tangente au premier ordre est valide du fait des très faibles longueurs d'onde devant la période du réseau. Il en est de même pour le décalage s_l dans la dimension orthogonale à s_q . Ainsi $s_q = q\lambda/p$ et $s_l = l\lambda/p$. De cette façon, nous calculons l'amplitude complexe $V_{1,1}(z, W(x, y))$ de l'harmonique $H_{1,1}$ en présence d'un front d'onde aberrant à partir de l'interférence de 2 couples de répliques $(U_{1,1}, U_{0,0})$, et $(U_{0,0}, U_{-1,-1})$, elles-mêmes issues des ordres $C_{1,1}, C_{0,0}, C_{-1,-1}$.

$$V_{1,1}(z, W(x, y)) = \begin{cases} C_{1,1} C_{0,0}^* e^{i(\phi_{1,1}(z) - \phi_{0,0}(z))} TF^{-1} \left[e^{-ik(W(x-s_1, y-s_1) - W(x, y))} \right] \\ + C_{0,0} C_{-1,-1}^* e^{i(\phi_{0,0}(z) - \phi_{-1,-1}(z))} TF^{-1} \left[e^{-ik(W(x, y) - W(x-s_{-1}, y-s_{-1}))} \right] \end{cases}$$

Avec pour simplification, le développement de Taylor en deux dimensions et l'expression des dérivées en x et y selon l'axe x' tel que $x' = \frac{1}{\sqrt{2}}(x+y)$ [voir figure 4.2 b)]. L'amplitude complexe se décompose alors d'une part en son module $V_{1,1}(z)$ qui correspond à la valeur de l'amplitude complexe calculée dans le chapitre précédent pour une onde plane 3.78, et d'autre part en une exponentielle complexe dont l'argument dépend de la dérivée du front d'onde selon x' .

$$\begin{aligned} V_{1,1}(z, W(x, y)) &= 2Re \left(C_{1,1} C_{0,0}^* e^{i\left(\frac{2\pi}{p^2} \lambda z\right)} TF^{-1} \left[e^{i\frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x'}} \right] \right) \\ &= V_{1,1}(z) TF^{-1} \left[e^{i\frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x'}} \right] \end{aligned} \quad (4.6)$$

Nous écrirons de même l'harmonique d'amplitude complexe $V_{-1,1}(z, W(x, y))$ selon l'axe y' , tel que $y' = \frac{1}{\sqrt{2}}(-x+y)$.

L'extraction des arguments permet alors d'obtenir les dérivées du front d'onde selon les axes (x', y') :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial x'} = \frac{p}{2\sqrt{2}\pi z} Arg \left\{ TF^{-1} [V_{1,1}(z, W(x, y))] \right\} \\ \frac{\partial W}{\partial y'} = \frac{p}{2\sqrt{2}\pi z} Arg \left\{ TF^{-1} [V_{-1,1}(z, W(x, y))] \right\} \end{cases} \quad (4.7)$$

4.1. Interprétation et extraction des informations contenues dans les interférogrammes

Enfin une rotation de 45° permet de retrouver les dérivées selon les orientations usuelles du laboratoire (x,y) :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial x}(x,y) = \frac{\sqrt{2}}{2} \left(\frac{\partial W}{\partial x'} + \frac{\partial W}{\partial y'} \right) \\ \frac{\partial W}{\partial y}(x,y) = \frac{\sqrt{2}}{2} \left(-\frac{\partial W}{\partial x'} + \frac{\partial W}{\partial y'} \right) \end{cases} \quad (4.8)$$

Une illustration de l'interférogramme et de son plan Fourier est proposée en figure 4.2 dans le cas de la même aberration sphérique qu'en section 4.1.1, diffractée cette fois à travers un réseau bi-dimensionnel à une distance de propagation z arbitraire.

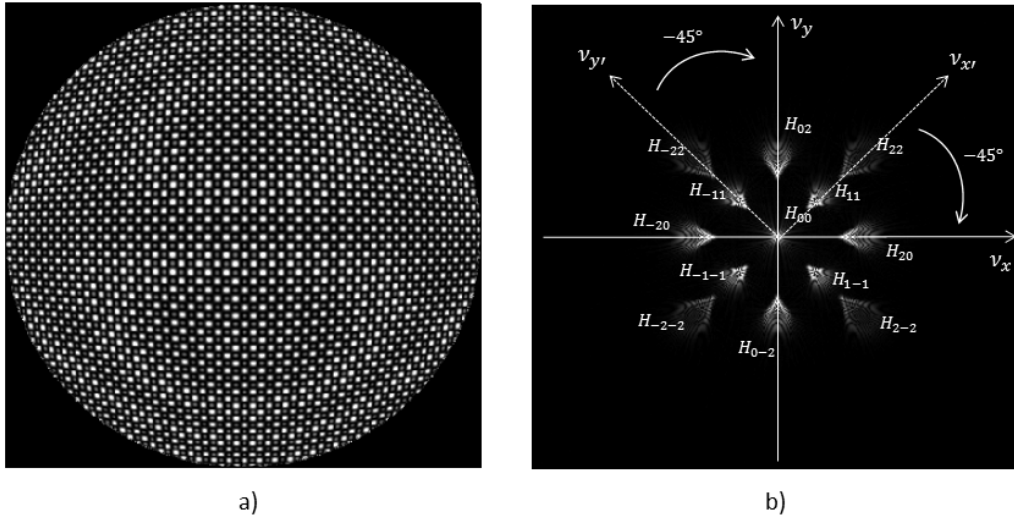


FIGURE 4.2: Démodulation d'un interférogramme 2D, a) Déformation de l'interférogramme dans le cas de l'analyse d'une aberration sphérique, b) Spectre de a) faisant apparaître trois couples d'harmoniques $(H_{1,1}, H_{-1,1})$, $(H_{2,0}, H_{0,2})$, $(H_{2,2}, H_{-2,2})$.

De la même façon, il est possible d'extraire directement les dérivées en x et en y à partir du couple d'harmoniques $(H_{2,0}, H_{0,2})$. Nous obtenons alors un résultat similaire à celui de $V_{1,1}(z, W(x,y))$ pour $V_{2,0}(z, W(x,y))$:

$$\begin{cases} V_{2,0}(z, W(x,y)) = V_{2,0}(z) TF^{-1} \left[e^{i \frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}} \right] \\ V_{0,2}(z, W(x,y)) = V_{0,2}(z) TF^{-1} \left[e^{i \frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial y}} \right] \end{cases} \quad (4.9)$$

Et par inversion directe, nous obtenons les dérivées selon les axes (x,y) :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial x}(x,y) = \frac{p}{4\pi z} \text{Arg} \left\{ TF^{-1} [V_{2,0}(z, W(x,y))] \right\} \\ \frac{\partial W}{\partial y}(x,y) = \frac{p}{4\pi z} \text{Arg} \left\{ TF^{-1} [V_{0,2}(z, W(x,y))] \right\} \end{cases} \quad (4.10)$$

Même si nous ne présentons pas les résultats, il en va de même pour le couple $(H_{2,2}, H_{-2,2})$. Ainsi chaque harmonique H_{mn} est porteuse de la dérivée du front d'onde selon l'axe défini par le vecteur $\vec{u}_{m,n} = m\vec{u}_x + n\vec{u}_y$. Ceci explique pourquoi les aigrettes de coma du spectre de l'interférogramme représenté en figure 4.2 b) selon ce même vecteur $\vec{u}_{m,n}$.

4.1.3 Démodulation Fourier en pratique

Dans la pratique, l'étape de démodulation consistant à opérer la transformée de Fourier inverse de l'harmonique de travail se réalise selon la procédure décrite par (TAKEDA, INA et KOBAYASHI, 1982) par troncature d'un support autour de l'harmonique. La matrice extraite du spectre de l'interférogramme est alors insérée au centre d'une matrice de même taille que celle du spectre initial remplie de zéros, de façon à conserver le même échantillonnage, ainsi que la même taille d'image entre le jeu de dérivées extraites et l'interférogramme traité. Cette opération correspond à un filtrage du spectre de l'interférogramme de sorte à s'affranchir des autres modulations et permet l'extraction de la dérivée d'intérêt.

4.1.3.1 Dimension de la fenêtre d'extraction

La définition de la taille du support de l'harmonique est alors cruciale et impacte directement l'information extraite. La largeur de la fenêtre d'extraction délimite l'extension maximale du spectre de l'harmonique analysée par la procédure de traitement des franges, et donc la fréquence maximale ν_r résolue par le traitement numérique. Cette fréquence maximale se relie à une dimension caractéristique r dans l'espace réel, que nous considérerons comme étant la résolution spatiale de l'instrument, puisque tous détails inférieurs à cette dimension sont filtrés par troncature de l'harmonique dans l'espace de Fourier. r se relie alors à la demi-largeur l_h de la fenêtre d'extraction, le nombre de pixels de l'image $N \times N$ et la largeur du pixel pix par la relation 4.11. La résolution dans l'espace réel étant inversement proportionnelle à la largeur de la fenêtre d'extraction, nous comprenons qu'il est préférable d'étendre le support de l'harmonique au maximum.

$$r = \frac{N}{2l_h} pix \quad (4.11)$$

Seulement cette extension est limitée par les harmoniques adjacentes. En effet, afin de ne pas mélanger les informations portées par les différentes harmoniques, il est impératif de définir un support relativement restreint au moment de l'extraction de sorte à ne pas inclure une partie du spectre d'une autre harmonique. Une règle de conception raisonnable consiste alors à limiter l'étendue de la fenêtre à la distance entre les harmoniques. Nous avons vu qu'elles étaient disposées tous $(m/p, n/p)$ avec p le pas du réseau. Par conséquent, la largeur maximale totale $2l_h$ se relie à la période du réseau p :

$$2l_h pix_{freq} = \frac{1}{p} = \frac{1}{nb \times pix} = \frac{N}{nb} pix_{freq} \quad (4.12)$$

De cette façon nous obtenons l'expression de l_h :

$$l_h = \frac{N}{2nb} \quad (4.13)$$

Avec nb le nombre de pixels échantillonnant une période de réseau et pix_{freq} le pixel numérique d'échantillonnage dans le plan Fourier. Ce qui se traduit donc par une taille de fenêtre maximale de N/nb en nombre de pixels numériques dans l'espace de Fourier. Ainsi à taille d'image N constante, il est préférable de peu échantillonner la période de réseau afin de pouvoir étendre au maximum la taille de la fenêtre d'extraction. Ceci est illustré sur la figure 4.3 pour trois échantillonnages différents, 6, 5, 4 pixels par période de réseau et donc par période de franges, puisque les franges reproduisent le damier du réseau.

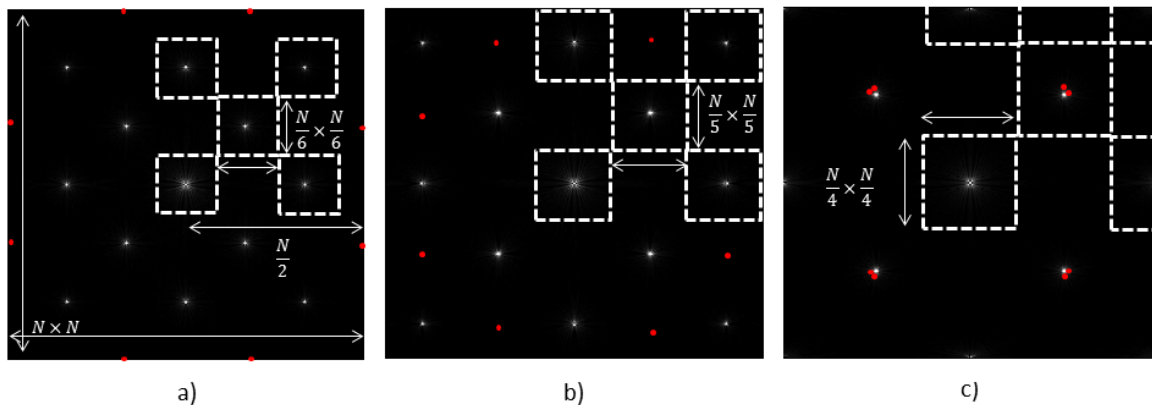


FIGURE 4.3: Plan Fourier de l'interférogramme en fonction de l'échantillonnage des franges, a) Échantillonnage de 6 pixels par période de réseau, b) Échantillonnage de 5 pixels par période de réseau, c) Échantillonnage de 4 pixels par période de réseau. En rouge ont été rajoutées les harmoniques de fréquences supérieures qui peuvent être repliés.

4.1.3.2 Échantillonnage et repliement spectral

Nous rediscuterons du choix de l'échantillonnage dans la suite, car en réalité les 13 harmoniques représentées dans la figure 4.3 ne sont pas les seules harmoniques générées par le réseau. Notamment les harmoniques de fréquences supérieures, telles que $|m| + |n| = 6$, à savoir $H_{5,1}, H_{1,5}, H_{1,-5}, H_{-5,1}, H_{-5,-1}, H_{-1,-5}, H_{-1,5}, H_{5,-1}$ peuvent être repliés dans le plan Fourier par "aliasing" si l'échantillonnage des franges est trop faible. La figure 4.4 décrit ce phénomène de repliement spectral qui apparaît lors de l'échantillonnage d'un signal continu, comme dans le cas de nos franges d'interférences par la matrice du détecteur. Ce phénomène est directement dépendant de la fonction de transfert globale du système de détection, comprenant celui de la matrice CCD, et du système optique. Du fait de la périodisation générée par la TFD à la fréquence d'échantillonnage du signal transformé, le spectre entre $[0, 2\nu_{Nyquist}]$ avec $\nu_{Nyquist} = \frac{1}{2pix}$, se décompose en 4 parties : celle non affectée par le repliement et correspondant aux basses fréquences du spectre de l'image, celle pouvant potentiellement être affectée par un repliement de fréquence et disposée proche de la fréquence de Nyquist délimitant le spectre accessible de l'image, la partie se repliant juste après la fréquence de Nyquist, et enfin la zone non repliable proche de la fréquence de périodisation $\nu = 2\nu_{Nyquist}$.

Par conséquent, si des harmoniques de hautes fréquences générées par le réseau appartiennent à la partie C du spectre, elles peuvent être repliées dans le plan Fourier accessible par TFD de l'interférogramme. Cet effet a été symbolisé pour les trois cas d'échantillonnage des franges de la figure 4.3 par les points rouges se rapprochant des basses fréquences du spectre au fur et à mesure que l'échantillonnage des franges diminue.

Ainsi, pour 6 pixels par période de réseau, l'ensemble de ces harmoniques en rouge sont placées en lisière du plan Fourier, aux fréquences de Nyquist. Pour 5 pixels par période de réseau, celles-ci se rapprochent et se positionnent à hauteur des harmoniques $H_{2,2}, H_{-2,2}, H_{2,-2}$ et $H_{-2,-2}$. Enfin, le cas 4 pixels par période de réseau est le plus "pathologique" car les harmoniques se retrouvent repliées exactement à la position des harmoniques de travail $H_{1,1}, H_{-1,1}, H_{1,-1}$ et $H_{-1,-1}$, biaisant ainsi inévitablement la mesure par inclusion des harmoniques repliées.

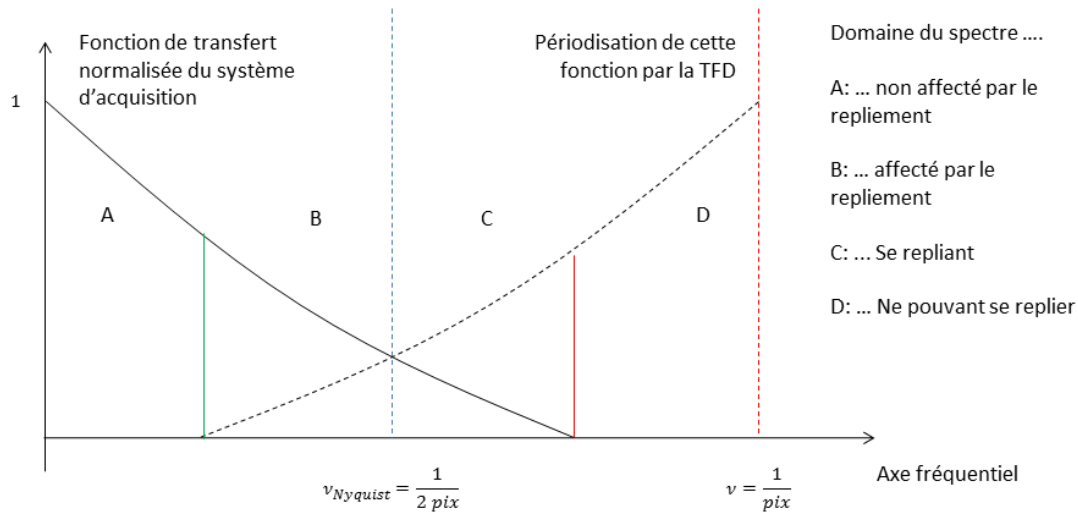


FIGURE 4.4: Problématique de repliement spectral illustrée sur le domaine fréquentiel entre $[0, 2\nu_{Nyquist}]$.

Il y a donc un compromis à trouver, concernant l'échantillonnage, entre la résolution souhaitée associée à l'extension de la fenêtre d'extraction et la pureté du signal extrait. Nous choisirons dans notre cas un échantillonnage de 6 pixels par période de réseau, soit 3 pixels par frange blanche et 3 pixels par frange sombre dans les deux dimensions. Ainsi, nous limitons au maximum le phénomène de repliement au niveau des harmoniques de travail.

4.1.3.3 Dynamique

En fixant ainsi l'échantillonnage, la position de l'harmonique dans le plan Fourier (pour un éclairage collimaté) l'est également, ainsi que l'extension du support d'extraction. D'autre part, nous avons vu dans le cas 1D que la courbure provoque un déplacement des harmoniques dans le plan Fourier ; par conséquent, à fenêtrage fixe, l'harmonique se déplace dans la fenêtre et la dynamique de mesure de l'appareil correspond au déplacement maximum alors mesurable. Il est ici de $l_h \cdot pix_{freq} = 1/(2p)$. De plus, nous avons vu dans le cas de la courbure que le terme en ax^2 se traduit par un basculement des dérivées, pour l'harmonique $H_{1,1}$ celui-ci s'écrit $\frac{4\sqrt{2}\pi}{p} azx$. De même, en utilisant la propriété de la transformée de Fourier d'une exponentielle complexe $TF \left[e^{i\frac{4\sqrt{2}\pi}{p} azx} \right] = \delta(\nu_x - \nu_a)$, avec $\nu_a = \frac{2\sqrt{2}az}{p}$, on trouve pour une translation dans l'espace fréquentiel d'une quantité $l_h \cdot pix_{freq}$ la relation :

$$l_h \cdot pix_{freq} = \frac{1}{2p} = \frac{2\sqrt{2}az}{p} \quad (4.14)$$

Nous obtenons ainsi l'expression du coefficient a en suivant. Elle est toujours vraie, quel que soit l'échantillonnage des franges si la taille de la fenêtre est fixée à $1/p$:

$$a = \frac{1}{4\sqrt{2}z} \quad (4.15)$$

Sachant que le rayon de courbure R de l'onde s'écrit $R = \frac{1}{2a}$, nous obtenons la relation :

$$R = 2\sqrt{2}z \quad (4.16)$$

Par conséquent, pour un interféromètre dont la distance réseau détection est de l'ordre de 10cm ($Z_T/4 = 12.7\text{cm}$ à 10keV pour un réseau de pas $6\mu\text{m}$), nous trouvons un rayon de courbure mesurable maximum de $\pm 28.2\text{cm}$ pour un déplacement de l'harmonique de part et d'autre de la fenêtre d'extraction. Cette valeur est suffisante pour nos applications de métrologie optique dans le domaine des rayons X durs.

4.1.3.4 Déroulement des dérivées

De façon conjointe, fixer le fenêtrage dans le plan Fourier de l'interférogramme, et laisser l'harmonique se déplacer dans celle-ci, peut engendrer des effets de repliement des valeurs des dérivées. Ce repliement s'explique par le fait que les dérivées sont extraites de l'argument de l'exponentielle complexe, ce dernier correspond à un angle défini modulo 2π . Cet angle est compris dans l'intervalle $[-\pi, \pi[$ lors de notre procédure d'extraction. Dès lors que le front d'onde analysé possède une courbure relativement élevée, des phénomènes de repliements des dérivées sont observables.

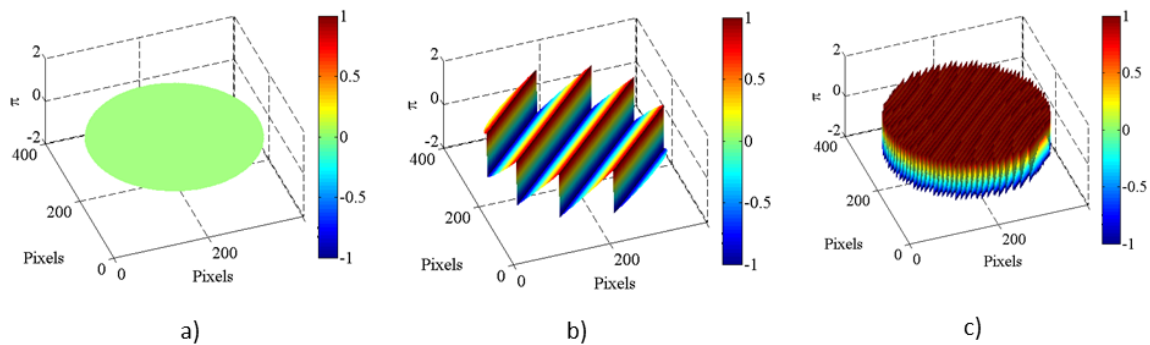


FIGURE 4.5: Illustration de la problématique de déroulement des dérivées, a) Angle extrait dans le cas de l'analyse d'une onde plane pour un harmonique parfaitement centrée dans la fenêtre d'extraction, b) Angle extrait dans le cas de l'analyse d'une onde sphérique générant un déplacement de 3 pixels fréquentiels selon ν_x et ν_y , c) *Idem* que b) dans le cas d'un déplacement de l'harmonique de 30 pixels fréquentiels selon ν_x et ν_y .

Sur la figure 4.5 a), b), c), nous nous plaçons dans le cas de l'analyse d'une onde théorique dont le support est circulaire et inclus dans une image 401×401 pixels. Nous choisissons une taille d'image impaire de sorte à pouvoir centrer exactement le support de l'extraction sur le maximum de l'harmonique (dans le cas d'une onde plane). L'échantillonnage des franges est de 6 pixels par pas de réseau et nous analysons l'angle de l'exponentielle complexe associée à l'harmonique $H_{1,1}$. La taille de la fenêtre d'extraction est alors de $N/6 \approx 67$ pixels, et le déplacement maximal de l'harmonique de bord à bord de la fenêtre et dans les deux dimensions est de 33 pixels à partir du centre.

Nous avons représenté trois cas ; le premier correspond à l'angle extrait dans le cas d'une onde plane ; l'harmonique est parfaitement centré dans sa fenêtre d'extraction, l'angle est nul [a)]. Le second correspond à l'angle extrait lorsque l'on analyse un front d'onde courbe générant un déplacement de l'harmonique de 3 pixels fréquentiels selon les directions ν_x et

ν_y [b]). Le déplacement est faible et représente 10% de la dynamique de mesure qui permet d'analyser un déplacement jusqu'à ± 33 pixels dans les deux dimensions. Nous dénombrons alors 4 repliements de l'angle. Enfin, pour un déplacement presque maximal de 30 pixels de sorte à illustrer le cas d'une forte courbure en limite de dynamique de mesure, nous comptons alors plus de 37 repliements de l'angle.

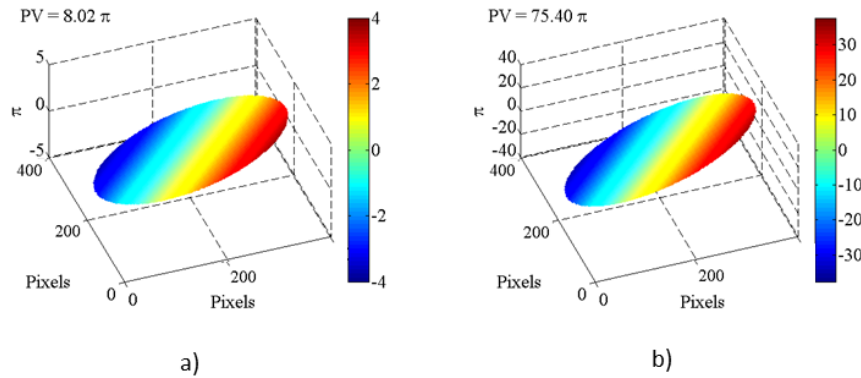


FIGURE 4.6: Opération de déroulement des dérivées, a) Résultat du déroulement de 4.5 b), b) Résultat du déroulement de 4.5 c).

Cette problématique de repliement est commune à différents domaines de recherche dont notamment la synthèse d'ouverture radar et l'interférométrie. Afin de s'affranchir de ce phénomène, différents algorithmes dit de "phase unwrapping" permettent de dérouler la phase (ou le mesurande associé). De nombreux algorithmes ont été proposés depuis la fin des années 70 et l'ont peut regrouper la plupart d'entre eux en trois catégories : les méthodes de minimisation par moindres carrés [(FRIED, 1977), (GHIGLIA et PRITT, 1998)]; les méthodes dites de "Branch Cuts" [(GOLDSTEIN, ZEBKER et WERNER, 1988), (PRATI, GIANI et LEURATTI, 1990)] reposant sur l'intégration de la différence de pixels voisins en évitant les zones de dislocation pour lesquelles la valeur de la différence est incohérente; enfin, les méthodes dites de "Network Flow" (COSTANTINI, 1998) se différenciant des méthodes "Branch Cuts" par le fait qu'elles n'évitent pas l'intégration dans les zones de discontinuités mais qu'elles quantifient la valeur de cette discontinuité et cherchent ensuite à minimiser l'ensemble des discontinuités de l'image.

Pour la suite de ces travaux de thèse, nous avons repris l'algorithme "cunwrap.m" codé à partir de (COSTANTINI, 1998) et proposé en libre accès sur la plateforme "MATLAB Central" par Bruno Luong. L'application de cet algorithme sur les dérivées b) et c) de la figure 4.5 mène aux dérivées déroulées sans artefact a) et b) de la figure 4.6. Les valeurs PV sur l'angle sont alors respectivement de 8π et $75,4\pi$, valeurs cohérentes avec le nombre de repliements de hauteur 2π observés sur les figures 4.5 b) et c).

4.1.3.5 Soustraction des aberrations du montage

Enfin, lors de l'opération de démodulation, l'algorithme extrait dans le cas réel les informations concernant le front d'onde analysé mais également celles se regroupant sous un autre terme $W_{ab}(x, y)$ correspondant à la somme des aberrations intrinsèques de l'instrument. Elles sont associées par exemple aux conditions d'utilisation, au montage de l'instrument ainsi qu'aux défauts que chaque élément constitutif peut introduire dans la mesure. La contribution de ce terme d'erreur se fait pour chaque harmonique. Nous développerons

la décomposition de $H_{1,1}^{ech}$ en fonction de ces deux termes, avec l'exposant *ech* indiquant qu'il s'agit de l'harmonique extraite dans le cas d'un interférogramme acquis en présence de l'échantillon d'intérêt :

$$H_{1,1}^{ech}(\nu_x, \nu_y) = TF \left[e^{i \frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial(W+W_{ab})}{\partial x'}} \right] (\nu_x, \nu_y) = TF \left[e^{i \frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x'}} e^{i \frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W_{ab}}{\partial x'}} \right] (\nu_x, \nu_y) \quad (4.17)$$

L'équation 4.17 fait alors apparaître une exponentielle complexe dont l'argument dépend des aberrations du montage et dont il est possible de s'affranchir par extraction de l'information issue d'un interférogramme de référence pris sans échantillon. L'harmonique ainsi extraite sera notée $H_{1,1}^{ref}$. Par suite, la multiplication de part et d'autre de l'équation 4.17 par le conjugué de l'harmonique de référence $H_{1,1}^{ref}$ mène à la valeur de la dérivée du front d'onde de l'échantillon seul :

$$\frac{\partial W}{\partial x'} = \frac{p}{2\sqrt{2}\pi z} Arg \left\{ TF^{-1} \left[H_{1,1}^{ech}(\nu_x, \nu_y) \right] \cdot \left(TF^{-1} \left[H_{1,1}^{ref}(\nu_x, \nu_y) \right] \right)^* \right\} \quad (4.18)$$

Où "." symbolise l'opération de multiplication terme à terme et donc pixel à pixel des deux transformées de Fourier inverse des harmoniques avec et sans échantillon. Cette prise de référence peut être faite à chaque nouvelle mesure, ainsi le mode de fonctionnement de l'interféromètre est dit "relatif", ou alors peut être faite une seule fois sur une source de référence générant une onde parfaite, permettant de cette façon d'isoler les erreurs de l'instrument et de le calibrer en "absolu". Idéalement, cette onde de référence est obtenue par filtrage spatial du faisceau incident.

4.2 Affranchissement des artefacts de démodulation

Si l'extraction par transformée de Fourier représente une technique d'analyse des interférogrammes rapide et facile d'implémentation, elle peut cependant introduire des artefacts qui peuvent affecter et corrompre les données extraites. Ils peuvent alors conduire à des interprétations trompeuses concernant l'échantillon d'un point de vue qualitatif voire même quantitatif. Nous présenterons dans cette section les artefacts typiques générés dès lors que l'interférogramme analysé s'éloigne des conditions idéales d'application de la transformée de Fourier. Ceci arrive dans deux cas : pour des discontinuités en bords de pupille d'analyse ou bien à l'intérieur de celle-ci. Le second cas correspond à des ruptures dans les dérivées. Dans le premier cas, nous détaillerons un algorithme de pré-traitement des images permettant de s'affranchir de ces artefacts, ayant fait l'objet d'une publication (MONTAUX-LAMBERT, MERCÈRE et PRIMOT, 2015), puis nous discuterons ensuite du second cas de discontinuités.

4.2.1 Transformée de Fourier discrète et phénomène de Gibbs

L'analyse par transformée de Fourier (TAKEDA, INA et KOBAYASHI, 1982) repose sur l'utilisation d'algorithmes de type "Fast Fourier Transform" (FFT). La relation entre l'image échantillonnée par la caméra et son spectre numérique dans le domaine fréquentiel est réalisé par Transformée de Fourier Discrète (TFD). Celle-ci utilise l'identité d'Euler pour réaliser l'approximation du signal par un développement en série sur une base de fonctions sinus et cosinus continues. Par conséquent, dès lors qu'une discontinuité du signal initial est présente, qu'elle soit en bords de pupille d'analyse ou bien à l'intérieur de celle-ci, elle entraîne

du fait de cette décomposition des artefacts oscillants connus sous le nom de phénomène de Gibbs [(GIBBS, 1898), (BÔCHER, 1906), (BONE, BACHOR et SANDEMAN, 1986)].

Considérons une image binaire d'un carré : celui-ci se décompose en série de Fourier et présente un spectre discret avec une multitude d'harmoniques. Par filtrage central de ce spectre autour de la fréquence $(\nu_x, \nu_y) = (0, 0)$, en ne conservant que 3, puis 5, puis 30 harmoniques (tout en annulant le reste du plan Fourier), nous avons illustré sur la figure 4.7 dans l'espace réel, les oscillations typiques du phénomène de Gibbs générées par la troncature abrupte du spectre. Plus le nombre d'harmoniques pris en compte est élevé, plus la période des oscillations dans l'espace réel diminue, et plus l'amplitude maximale du ressaut à la discontinuité augmente et tend vers la valeur limite appelée constante de Gibbs-Wilbraham, d'une valeur proche de 9% de la discontinuité.

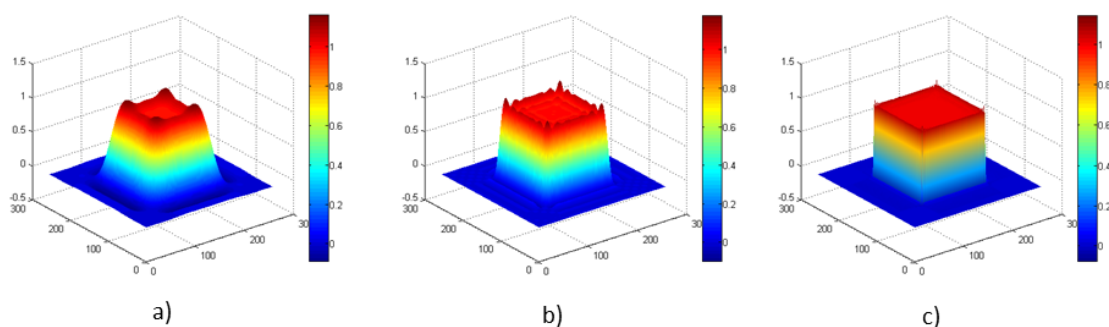


FIGURE 4.7: Phénomènes de Gibbs lors de la synthèse harmonique d'un carré. Résultats de la restriction du spectre à a) 3 harmoniques, b) 5 harmoniques, c) 30 harmoniques.

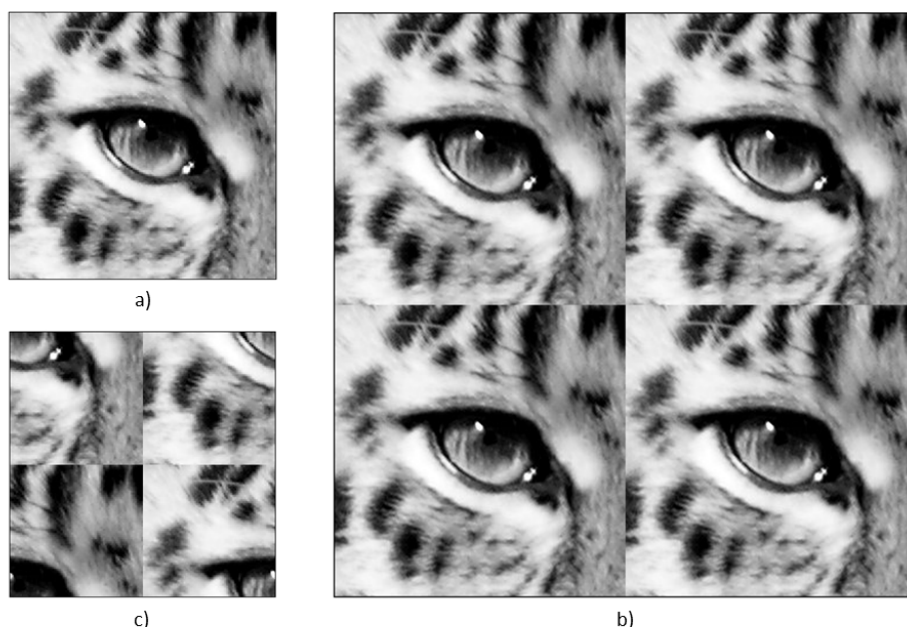


FIGURE 4.8: Discontinuités des bords d'une image d'un oeil de panthère, a) Image initiale, b) Périodisation de l'image initiale en horizontal et en vertical, c) Zoom sur les discontinuités au centre. Crédit de la photographie : Antoine Montaux-Lambert ; Panthère du Zoo du Parc de la Tête d'or à Lyon.

Cet effet peut également se manifester sur une image *a priori* sans discontinuité, si les bords de son support ne se raccordent pas parfaitement. En effet, les algorithmes de type FFT réalisent naturellement la périodisation du signal initial, ce qui génère alors une discontinuité et donc des artefacts oscillants. Prenons une image arbitraire d'une photographie d'un oeil de panthère [4.8 a)]. Cette image est discontinue à ses bords, les discontinuités sont visibles si l'on périodise l'image en horizontal et en vertical. La croix centrale séparant les quatre répliques révèle les discontinuités, que ce soit au niveau des taches noires ou au niveau de l'intensité du pelage [b)]. La figure c) représente un zoom sur le centre de l'image périodisée. Ainsi, lors de l'extraction des dérivées, la transformée de Fourier est susceptible de générer des artefacts oscillants quelque soit l'image traitée.

Afin de mettre en lumière l'apparition des effets de Gibbs, nous présenterons, à partir de simulations d'interférogrammes simples, les différentes sources de discontinuités associées aux conditions expérimentales usuelles. Nous analyserons l'aberration la plus simple détectée par l'instrument, à savoir le basculement de la surface d'onde que nous orienterons selon l'axe x . Les paramètres de simulation ont été choisis de façon à reproduire des conditions proches de l'instrument développé auparavant et utilisé sur la ligne Métrologie (RIZZI, 2013). Les interférogrammes simulés, à une distance de $4,96\text{cm}$ d'un réseau de phase accordé à π , reproduisent alors un maillage droit, avec 6 pixels par période de réseaux dans les deux dimensions, pour un réseau de pas $p = 8\mu\text{m}$, et ce sur une pupille de l'instrument de 132×132 pixels, afin de réaliser l'analyse sur un nombre entier de périodes de réseau. La taille de pixel est alors fixée à $\frac{p}{6} = 1,33\mu\text{m}$. Le front d'onde aberrant analysé correspond alors à un plan incliné positif selon l'axe x , et la dérivée en x à un offset, qui a été fixé arbitrairement à une valeur de $26,906\mu\text{rad}$ par décalage d'une colonne de pixels entre la mesure et la référence.

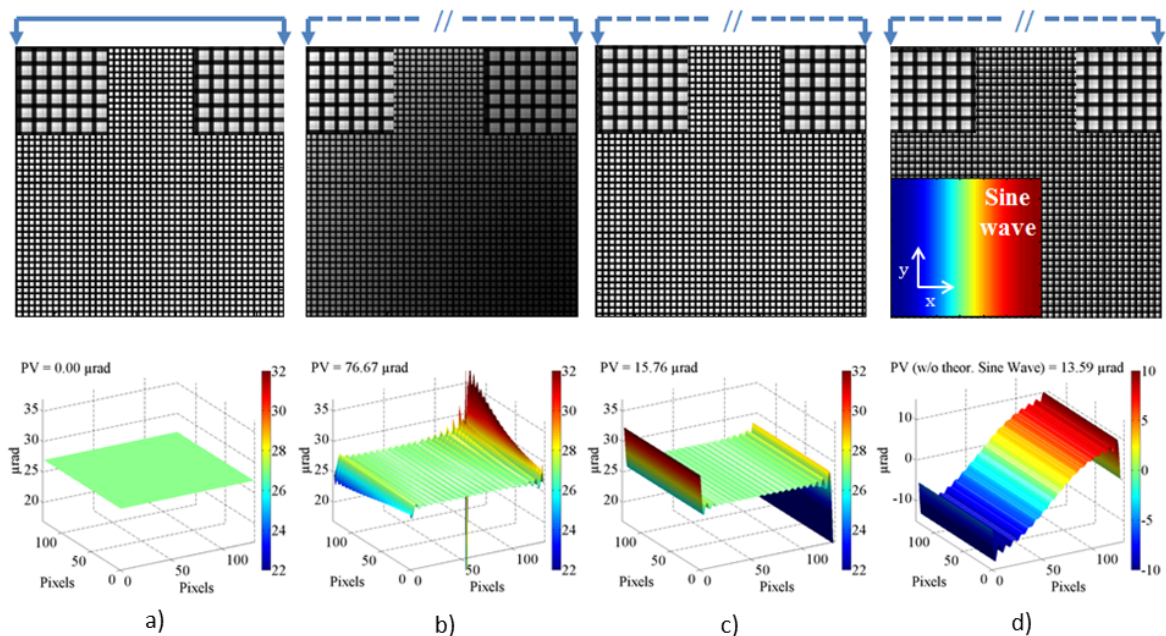


FIGURE 4.9: Différents interférogrammes et dérivées extraites de l'harmonique H_{20} dans le cas d'une illumination totale de la pupille de l'analyseur, a) Interférogramme idéal obtenu à partir de la propagation d'une onde plane basculée, b) De même que pour a) avec une inhomogénéité d'éclairement de la pupille, c) De même que pour a) mais avec une troncature de l'interférogramme d'une colonne, d) Interférogramme généré par propagation d'une demi-période de sinusöide.

L'interférogramme idéal a) assure la continuité entre les bords du support de l'image ; les franges se raccordent parfaitement. Ainsi lors de l'application de la TFD, aucun artefact n'est généré, et la moyenne de la dérivée extraite correspond à la valeur théorique attendue à l'erreur numérique près. Au contraire, les trois cas suivants illustrent les discontinuités caractéristiques que l'on peut retrouver en mesure. La première consiste en une inhomogénéité d'éclairage basse fréquence appliquée à l'interférogramme idéal b). Le second en c) n'est pas affecté d'une telle variation d'illumination, mais subit une troncature d'une colonne de pixels, de telle sorte que les franges de part et d'autre de l'image ne se raccordent plus en horizontal. Enfin le dernier cas d), représente le cas d'une onde d'amplitude constante, mais dont la phase correspond à une demi-période de sinusoïde.

Comme nous l'attendions, dès lors qu'une discontinuité est introduite dans un interférogramme, la dérivée extraite présente de fortes oscillations de Gibbs avec une amplitude décroissante depuis les bords jusqu'au centre du support de l'image. De plus dans le cas b) du fait de la discontinuité 2D introduite par l'inhomogénéité d'illumination, la dérivée présente également des oscillations transverses selon la verticale de l'image, démontrant ainsi la nature bi-dimensionnelle de ces effets, même dans le cas de l'extraction d'une dérivée unidimensionnelle.

4.2.2 Procédure WASP

Afin de s'affranchir de ces discontinuités de bord de support et des phénomènes de Gibbs générés par démodulation Fourier, nous proposons d'appliquer une procédure de conditionnement de l'interférogramme avant l'étape de démodulation visant à rétablir la continuité entre les bords du support. Une première solution triviale consiste à utiliser des filtres directement sur l'interférogramme par des fenêtrage de Hamming, Hann ou Blackman par exemple. Mais cette première solution ne sera pas sans conséquence sur l'information extraite et biaisera la mesure. La priorité étant de préserver la totalité de l'information utile dans la pupille de l'analyseur, une autre approche consiste à réaliser une extrapolation de l'interférogramme assurant la continuité des bords.

La procédure que nous allons désormais proposer est inspirée des travaux (RODDIER et RODDIER, 1987) et repose sur un algorithme itératif de type Gerchberg (GERCHBERG, 1974). Nous l'avons nommée procédure WASP pour "Wavefront Analysis by Support Periodization". Dans la description et l'optimisation à venir de cette procédure, nous avons travaillé sur un cas combinant à la fois les discontinuités b) et c) de la figure 4.9, à savoir une discontinuité d'illumination et une troncature du support, qui correspondent aux deux cas que l'on retrouve le plus souvent expérimentalement.

Cette procédure schématisée sur la figure 4.10 débute par l'incrustation de l'interférogramme initial dans un support à valeurs nulles de plus grande dimension. Comme le positionnement de l'interférogramme à l'intérieur de ce support d'extension n'a aucune incidence sur la procédure ou son résultat, nous avons choisi ici de le placer dans le coin supérieur gauche de façon à créer un bandeau de zéros en forme de "L" sur le pourtour bas-droit de l'image, délimitant ainsi une aire de raccordement. Cet interférogramme étendu subit alors une première transformée de Fourier. Son spectre est ensuite filtré dans l'espace fréquentiel par sélection de chaque harmonique présente. La transformée de Fourier inverse permet alors d'obtenir une image de franges étendues à l'ensemble du support. De cette façon, l'aire de raccordement est recouverte de modulations artificielles. Cependant cette étape de filtrage corrompt les données initiales. Afin de les restaurer, il suffit d'insérer de

nouveau l'interférogramme initial sur le support étendu. Enfin, ce nouvel interférogramme remplace le précédent pour l'itération suivante.

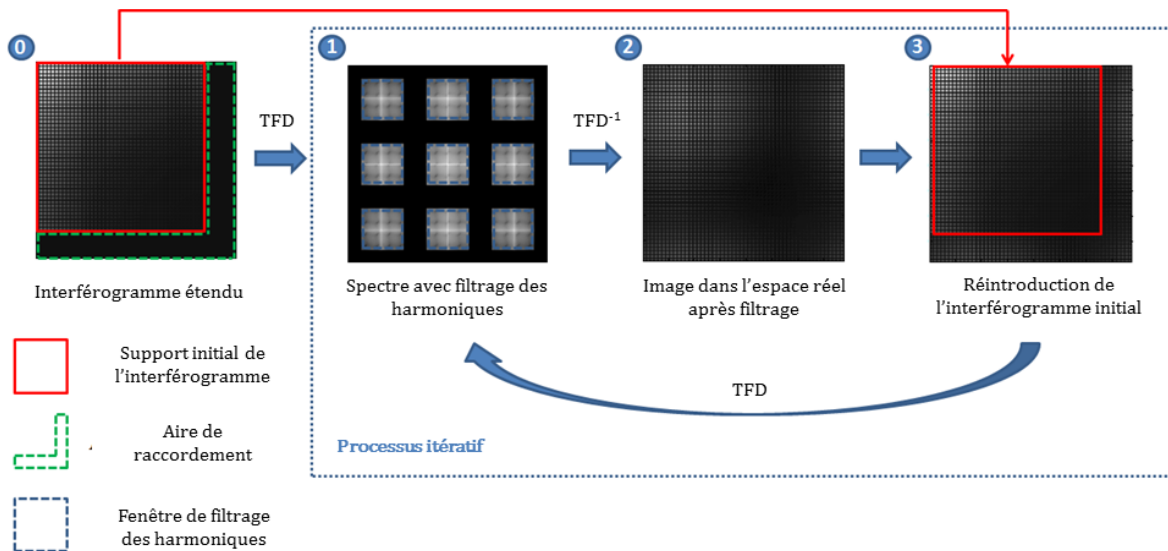


FIGURE 4.10: Procédure WASP.

D'autre part, afin de contraindre la procédure à réaliser l'extrapolation de franges raccordant au mieux les bords du support, il est nécessaire de faire évoluer le filtrage du spectre de l'interférogramme étendu dans le domaine fréquentiel, en augmentant progressivement la taille des fenêtres de sélection. Il faut commencer par un fenêtrage extrêmement resserré autour des harmoniques de l'ordre de quelques pixels, puis l'étendre petit à petit. Ce paramètre évolutif permet d'entamer la convergence de l'algorithme doucement avec des franges qui, au fur et à mesure que le filtrage s'élargit dans le domaine fréquentiel, vont évoluer en intensité et spatialement de façon à se raccorder parfaitement après quelques dizaines d'itérations [figure 4.11]. Afin d'illustrer le processus, nous avons présenté comme dans le cas de l'image de l'oeil de panthère, l'image initiale avec l'interférogramme et le bandeau de raccordement, puis un zoom au centre de l'image périodisée en horizontal et en vertical. Nous observons ainsi le raccord entre les quatre coins de l'image au fur et à mesure de la convergence de l'algorithme.

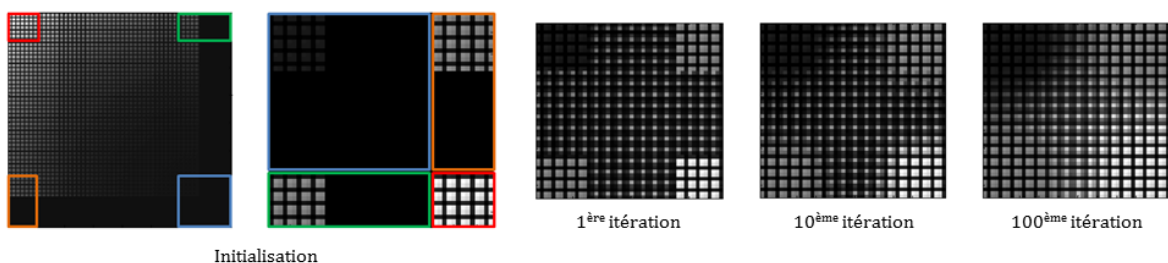


FIGURE 4.11: Évolution du raccord entre les quatre coins de l'interférogramme étendu au cours de la convergence de l'algorithme.

Une telle procédure de conditionnement permet alors de raccorder de façon continue les bords du support de l'interférogramme étendu, et par conséquent d'éviter l'apparition

de phénomènes de Gibbs. La démodulation Fourier est réalisée sur la totalité de l'interférogramme étendu et la dérivée utile est extraite du support initial de l'interférogramme. En comparaison aux travaux (RODDIER et RODDIER, 1987), l'implémentation du filtrage évolutif permet à l'algorithme de converger vers le minimum global du problème, même dans le cas d'interférogrammes très fortement distordus. Ce point sera notamment vérifié sur un interférogramme expérimental en imagerie de phase dans le chapitre 6.

De plus, nous insisterons sur le fait que les franges extrapolées ne portent pas préjudice à la mesure, puisqu'elles n'interviennent qu'en dehors du support de l'image initiale.

4.2.3 Optimisation des paramètres de la procédure

Nous allons désormais étudier la convergence et les performances de l'algorithme en fonction de l'ensemble de ses paramètres, à savoir, la taille du bandeau de raccordement, la bande passante du filtrage spectral dans l'espace fréquentiel, et, pour finir, l'efficacité de correction de la procédure en fonction du nombre d'itérations. Comme annoncé précédemment, cette analyse sera effectuée sur un interférogramme pour lequel les discontinuités des figures 4.9 b) et c) sont combinées. L'extraction directe des dérivées sur un tel interférogramme mène à une erreur de pente de $76,31 \mu rad PV$ et une valeur moyenne de $26,73 \mu rad$. De même à des fins de comparaison, l'ensemble des valeurs PV et moyenne calculées dans cette section le seront sur le support initial de l'image et non sur la dérivée étendue.

Afin de fixer les meilleurs paramètres pour l'algorithme, nous avons considéré dix filtres spectraux différents définis à partir de la taille $N \times N$ de l'image initiale. Pour $N = 132$, la largeur des fenêtres de sélection appliquées dans le plan Fourier peut atteindre une taille maximale de $N/3 = 44$ pixels, soit $32,59\%$ de la taille du support de l'image. Comme représenté sur la figure 4.10, l'échantillonnage de l'interférogramme permet en effet de placer chacune des 9 harmoniques au centre de chaque tiers du plan Fourier. Afin de garantir l'alignement de ces fenêtres de sélection sur le maximum de chaque harmonique, nous ne travaillerons qu'avec des largeurs de fenêtres impaires. Les filtres alors considérés correspondent à cinq filtres constants, dont les tailles des fenêtres de sélection sont de 3, 11, 21, 31 et 43 pixels, et cinq filtres évolutifs avec une évolution linéaire de la bande passante selon trois taux d'accroissement arbitraires de 20%, 40%, 80%, 160% et 308%. En termes de pixels, ils correspondent à une augmentation de la taille des fenêtres de sélection de 3 à 43 pixels en 200, 100, 50, 25 et 13 itérations. Dès lors que la taille maximale de 43 pixels est atteinte, le filtrage reste alors constant jusqu'à la fin du processus itératif. La figure 4.12 a) montre cette évolution dans le cas des 10 filtres spectraux pour le cas $N = 132$.

Afin de généraliser les paramètres de l'algorithme à toute valeur de N et à toute largeur du bandeau de périodisation, les filtres précédents seront dénommés dans la suite en pourcentage de la taille de l'interférogramme étendu N_e . Dans le cas où le bandeau de raccordement est de taille nulle $N_e = N$. Les filtres spectraux seront référés comme $(2, 27\%N_e)$, $(8, 33\%N_e)$, $(15, 91\%N_e)$, $(23, 48\%N_e)$ et $(32, 58\%N_e)$ pour les filtres constants, et les taux d'accroissement des filtres évolutifs seront respectivement $(0, 15\%N_e/iter.)$, $(0, 3\%N_e/iter.)$, $(0, 61\%N_e/iter.)$, $(1, 21\%N_e/iter.)$, et $(2, 33\%N_e/iter.)$. Une telle généralisation permet d'assurer la conservation du contenu spectral de chaque fenêtre de sélection ou de son évolution quelle que soit la taille de l'interférogramme étendu.

Enfin, nous avons réalisé à chaque fois 100 itérations de la procédure WASP, ce qui, dans le cas présent, est suffisant pour atteindre un régime stationnaire de correction pour toutes les configurations de paramétrage considérées.

4.2. Affranchissement des artefacts de démodulation

Dans un premier temps, nous avons donc étudié l'impact de la taille du bandeau de périodisation sur la réduction des artefacts. Nous avons alors fait varier la taille du bandeau de 1 à 100 pixels par pas de 1 pixel, et pour chaque taille réalisé 100 itérations de WASP avant de déterminer le PV et la moyenne des défauts résiduels. Les figures 4.12 b) et c) donnent les résultats obtenus sur les cinq filtres constants ; et les figures 4.12 d) et e) pour les cinq filtres évolutifs. Comme on peut le constater sur b) et c), les filtrages de $(8, 33\%N_e)$ à $(32, 58\%N_e)$ permettent une convergence stable de l'algorithme pour des tailles de bandeau supérieures à 20 pixels. Au contraire le filtrage $(2, 27\%N_e)$ est clairement trop restrictif pour permettre le raccordement des bords. En effet, en-dessous de 70 pixels de taille de bandeau, le comportement de l'algorithme est totalement erratique ; seuls les cas où la largeur du bandeau correspond à un nombre entier de franges permettent à l'algorithme de converger. Un comportement relativement stable est observé entre 70 et 80 pixels, mais l'algorithme diverge de nouveau au-delà de 85 pixels.

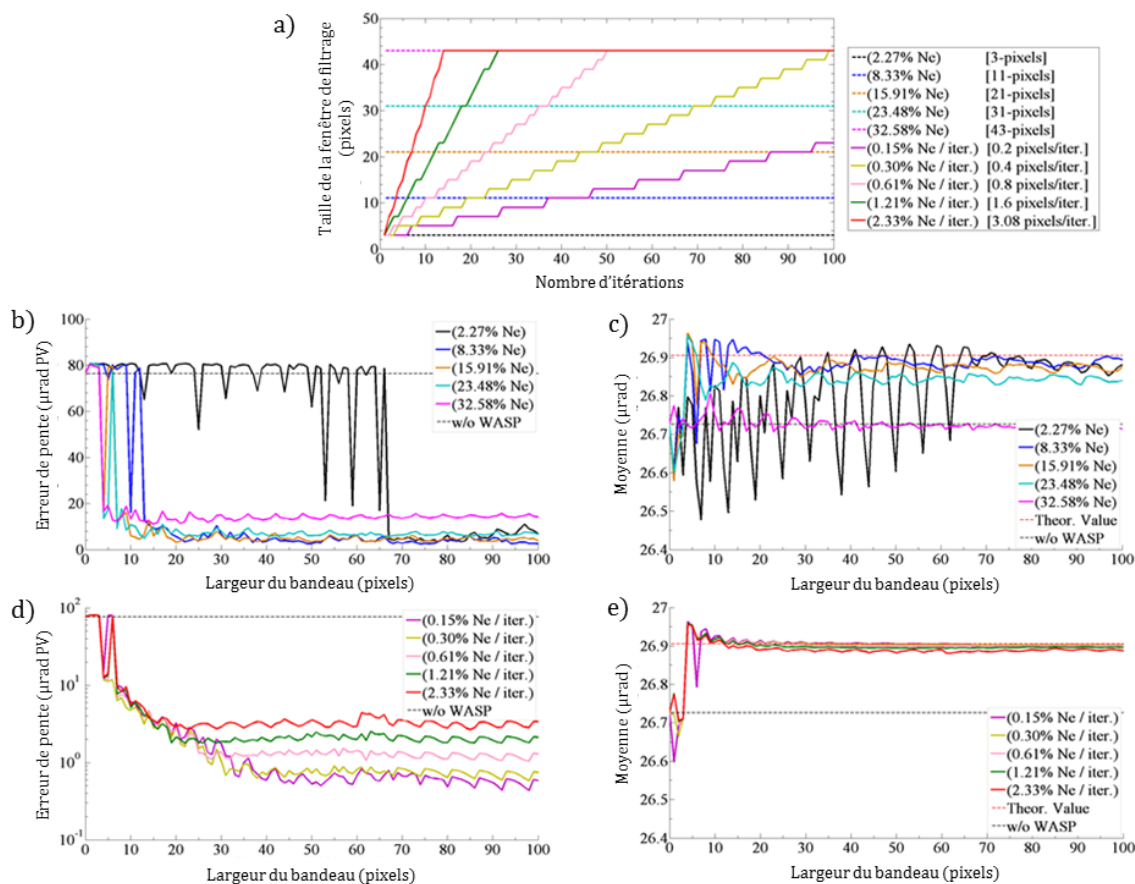


FIGURE 4.12: Analyse des paramètres de l'algorithme, a) Évolution du filtrage spectral en fonction de l'itération en cours pour $N_e = N = 132$ pixels. L'incrément de la taille des fenêtres se fait de nombre impair en nombre impair, b), c), d), e) PV et moyenne de la dérivée en x en fonction de la taille du bandeau de périodisation, b) et c) dans le cas des filtres constants, d) et e) dans le cas des filtres évolutifs. Chaque point est le résultat d'une convergence de WASP après 100 itérations.

Concernant la convergence des filtres évolutifs [figures 4.12 d), e)], nous constatons que le comportement est relativement équivalent entre chaque filtrage. Leur efficacité de

correction évolue de la même façon pour toute taille de bandeau de raccordement supérieure à 10 pixels. Cependant le régime stationnaire atteint des niveaux de correction de plus en plus élevés à mesure que les taux d'accroissement décroissent. Ceci semble suggérer que plus l'élargissement du filtrage spectral est lent, plus l'algorithme est efficace dans le raccordement des bords du support. Dans tous les cas, ces filtres atteignent tous un régime stationnaire de correction autour de 40-45 pixels, de même que pour les filtrages constants en dehors du cas (2, 27% N_e). Par conséquent, nous fixerons une taille de bandeau optimale de 48 pixels, valeur multiple de la période de réseau et correspondant à 8 périodes, soit 16 périodes de franges.

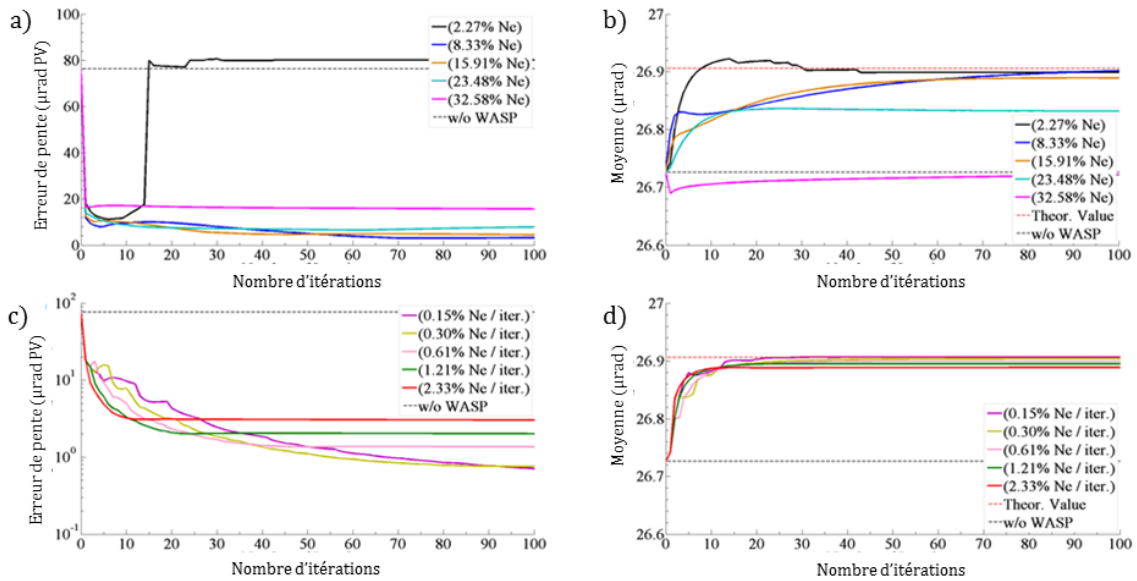


FIGURE 4.13: PV et valeur moyenne des dérivées x en fonction du nombre d'itérations, a) et b) dans le cas des filtrages constants, c) et d) dans les cas évolutifs, et ce, pour une taille de bandeau de 48 pixels soit $N_e = 180$ pixels.

Dans un second temps, nous avons étudié la convergence de l'algorithme pour chacun des 10 filtrages en fixant la taille de l'interférogramme étendu à $N_e = 179$ pixels. Les figures 4.13 a), b) montrent les résultats obtenus pour les filtrages constants, et c), d) ceux des filtrages évolutifs. Sur a), nous constatons que le filtrage (2, 27% N_e) est le moins efficace : il converge sur les premières itérations, mais diverge par la suite pour finalement atteindre une erreur de pentes au-dessus de l'erreur initiale après 30 itérations. Nous remarquons cependant que même si le PV des artefacts est alors supérieur à celui de la dérivée extraite sans traitement, la valeur moyenne elle, tend vers la valeur moyenne théorique, ce qui représente tout de même une amélioration de l'estimation de la dérivée [figure 4.13 b)]. Les quatre autres filtrages, eux, permettent de réduire l'erreur sur la dérivée avec des performances de correction, qui semblent être conditionnées par la largeur de la fenêtre de filtrage. Le filtre spectral (8, 33% N_e) donne alors la convergence la plus rapide sur les premières itérations et les meilleurs performances de correction après 100 itérations. Pour des fenêtrages plus larges, ces résultats se détériorent et se reflètent à la fois sur les valeurs PV et moyenne des dérivées. Les moins bonnes performances de correction sont alors obtenues avec le filtre (32, 58% N_e), qui inclue les plus hautes fréquences du spectre dès les premières itérations. Les erreurs de pentes PV sont réduites à environ $16\mu rad$ PV en une seule itération mais sans amélioration notable pour les itérations suivantes. L'estimation de la valeur moyenne ne s'améliore pas pendant l'ensemble de la procédure. Ces résultats démontrent

que la contribution prématurée des hautes fréquences spatiales limite considérablement les performances de correction de l’algorithme, et ce, de façon irrémédiable. La convergence vers un minimum global ne peut se faire que par une initiation progressive de processus par l’intermédiaire de filtres évolutifs faisant alors office de guides pour l’évolution des franges artificielles. Les fenêtrages constants sont par nature trop contraignants et limitent la convergence vers un minimum local, dont la valeur dépend de la bande passante du filtrage. Ceci souligne également la complexité à choisir la taille des fenêtres de sélection compte tenu des performances de correction souhaitées et de la nature de l’échantillon à analyser.

Les figures 4.13 c), d) illustrent l’ensemble des filtres évolutifs et la convergence obtenue au cours de la procédure. Le filtre au taux d’accroissement de $(0, 15\%N_e/iter.)$ donne sur les premières itérations une convergence similaire à celle obtenue avec le filtre constant $(2, 27\%N_e)$. Seulement, l’élargissement de la fenêtre de filtrage évite ensuite la divergence de l’algorithme. De plus, même si la convergence comparée aux autres filtres de taux d’accroissement supérieur est ici plus lente, il s’agit du filtrage donnant finalement les meilleures performances de correction, avec une réduction des erreurs de pentes à $0, 71\mu rad$ PV, et une valeur moyenne de $26, 9067\mu rad$ après 100 itérations. Au fur et à mesure que le taux d’accroissement des fenêtres de filtrage augmente, nous remarquons d’une part que la vitesse de la convergence de l’algorithme sur les premières itérations augmente, mais d’autre part, qu’un plafonnement des performances de correction se produit également de plus en plus rapidement. Par conséquent, il faut trouver un compromis entre performances de correction et vitesse d’exécution de l’algorithme associée elle-même à la rapidité de convergence.

TABLE 4.1: Performances de correction de l’algorithme WASP obtenu avec un filtrage progressif de $(0, 15\%N_e/iter.)$. Les valeurs indiquées à l’itération 0 correspondent à celles de la dérivée extraite sans pré-conditionnement WASP.

Nombre d’itérations	0	1	5	10	20	50	100
PV (μrad)	76, 31	18, 10	9, 72	9, 74	4, 32	1, 36	0, 71
Écart-type (μrad)	2, 83	1, 1920	0, 535	0, 398	0, 196	0, 064	0, 029
Moyenne (μrad)	26, 73	26, 741	26, 879	26, 883	26, 903	26, 9068	26, 9067
Atténuation (%)	0	76, 28	87, 26	87, 24	94, 34	98, 22	99, 07

La table 4.1 résume les performances de correction de WASP obtenu avec le filtrage $(0, 15\%N_e/iter.)$, et démontre une atténuation des artefacts de Gibbs à hauteur de 94% après 20 itérations et de 99% après 100 itérations. L’évolution des franges artificielles entre les quatre coins de l’interférogramme étendu est celle représentée sur la figure 4.14 a). Il est intéressant d’observer également l’évolution du plan Fourier de l’interférogramme étendu au cours de la procédure reportée en b). Celle-ci montre comment le spectre initialement étendu se concentre autour des harmoniques, au fur et à mesure que le support initial se raccorde grâce aux franges artificielles. Nous avons également représenté la dérivée x extraite pendant cette convergence de WASP en c), démontrant une atténuation rapide des artefacts de bord jusqu’à atteindre la valeur finale de $0, 71\mu rad$ PV après 100 itérations.

À partir de ces paramètres optimisés nous avons appliqué WASP aux différents cas de discontinuités évoqués précédemment [figure 4.9 b), c), d)]. De même en 100 itérations les artefacts sont atténués respectivement dans les trois cas d’un facteur 99, 27%, 97, 33% et 97, 71%; bien entendu avec un plus grand nombre d’itérations la correction pourrait être meilleure mais démontre déjà l’efficacité de l’algorithme.

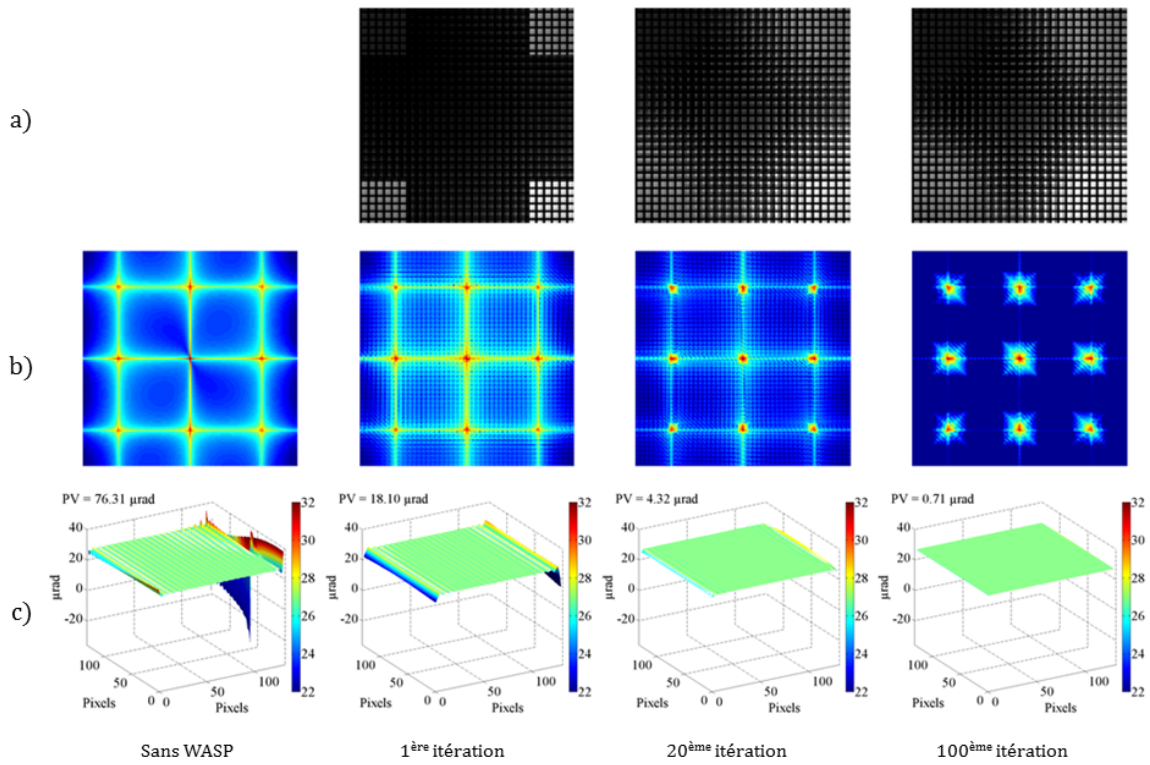


FIGURE 4.14: Illustration de la convergence de l'algorithme, avec l'évolution a) des franges artificielles entre les quatre coins de l'interférogramme étendu, b) du spectre de celui-ci, c) de la dérivée x extraite, au cours de la convergence de WASP avec un filtrage évolutif de $(0, 15\%N_e/iter.)$.

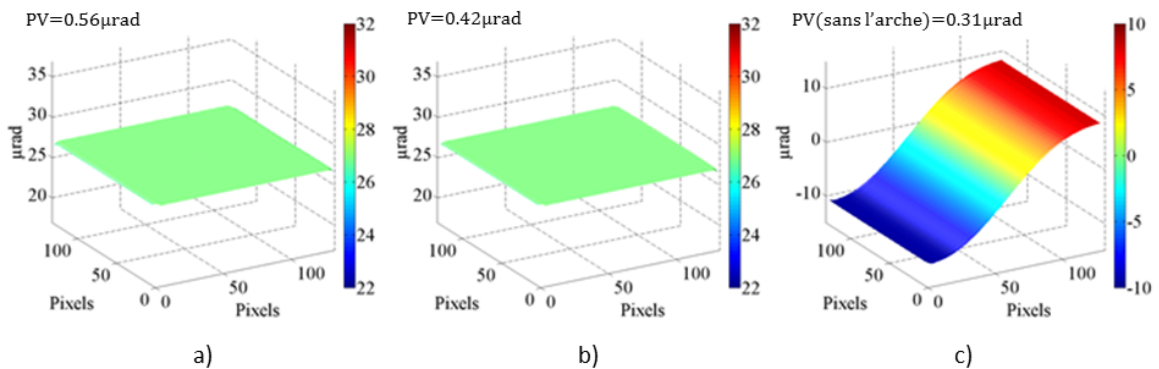


FIGURE 4.15: a), b) et d) Dérivées en x extraites par démodulation Fourier après un conditionnement des interférogrammes initiaux 4.9 b), c) et d) par WASP. Les paramètres de l'algorithme sont : 48 pixels pour la largeur du bandeau de raccordement, $(0, 15\%N_e/iter.)$ pour le taux d'accroissement du filtrage évolutif, et 100 pour le nombre d'itérations. Les échelles des figures ont été conservées par rapport à la figure 4.9.

En conclusion, après optimisation de ses paramètres, la procédure WASP s'est montrée être une approche itérative efficace de convergence rapide permettant d'atténuer très fortement les effets de Gibbs générés en bord de support d'un interférogramme quelconque. Des facteurs d'atténuation typiques de l'ordre de 97% sur quelques dizaines d'itérations ont été

atteints. Néanmoins il faut rappeler que le nombre d'itérations à réaliser dépend non seulement de la complexité de l'interférogramme à analyser, mais également des performances de correction souhaitées.

4.2.4 Comportement face au bruit

Afin de mener à bien l'analyse quantitative de l'ensemble des paramètres de l'algorithme WASP ainsi que l'optimisation de la procédure, nous n'avons pas considéré de bruit dans la section précédente. En effet, seules les discontinuités de phase et d'intensité des interférogrammes ont été simulées, afin de n'être limité en termes de performances que par les artefacts résiduels de Gibbs, ou l'erreur machine. Ajouter un terme de bruit à la modulation mène inéluctablement à un terme de bruit sur les dérivées, qui potentiellement, selon son amplitude, peut couvrir ces oscillations et biaiser leur analyse. D'autre part le bruit ajouté sur l'interférogramme peut également être vu comme une discontinuité d'intensité de très haute fréquence, à l'échelle du pixel. Puisque l'algorithme a démontré son efficacité sur ce type de discontinuité, il devrait permettre la réduction des oscillations également dans ce cas. Enfin, le bruit de l'interférogramme étant retranscrit dans le domaine fréquentiel, le filtrage spectral tient naturellement compte de ce bruit pour le reproduire sur les franges artificielles et également le raccorder.

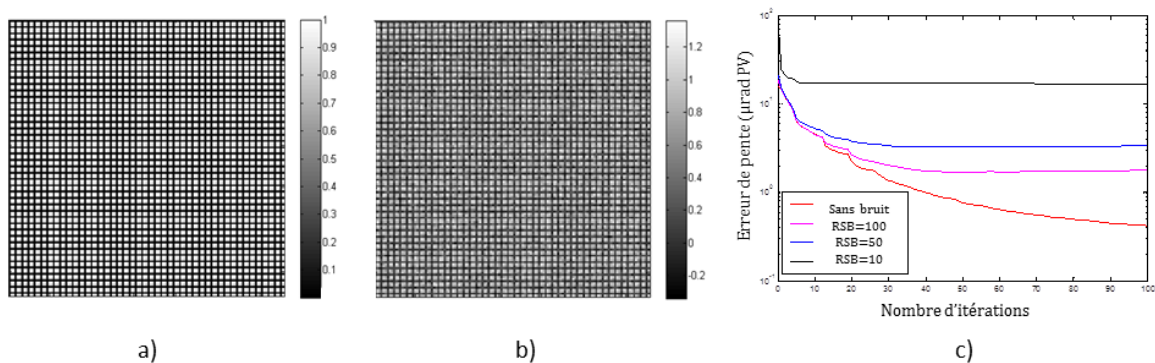


FIGURE 4.16: a) Interférogramme normalisé, b) Interférogramme simulé avec un rapport signal sur bruit de 10, c) Évolution du PV de la dérivée x extraite pour différents RSB de 100, 50, 10 en comparaison au cas sans bruit en fonction du nombre d'itérations.

La démonstration est faite pour différents interférogrammes identiques au cas 4.9 c), *i.e.* un interférogramme idéal tronqué de la dernière colonne. Le bruit ajouté est blanc suivant une distribution gaussienne de moyenne nulle et sa répartition spatiale est uniforme sur l'ensemble de l'image. L'analyse est ensuite effectuée pour différents rapports signal sur bruit (RSB), 100, 50 et 10. Nous définissons le rapport signal sur bruit par le rapport entre l'amplitude de la modulation d'intensité et l'écart-type du bruit. Afin d'obtenir une relation simple entre rapport signal sur bruit et écart-type du bruit, nous avons normalisé l'interférogramme de façon à obtenir directement le RSB par inversion de l'écart-type. La figure 4.16 montre l'interférogramme normalisé a) et celui dont le rapport signal sur bruit est de 10 b). La procédure WASP mise en place est celle optimisée dans la section précédente avec un bandeau de raccordement de 48 pixels, un filtrage évolutif de $(0, 15\%N_e/iter.)$ et un nombre d'itérations fixé à 100. La dérivée en x est ensuite extraite sur le support initial de l'interférogramme et nous avons représenté en c) l'évolution du PV de la dérivée en fonction du nombre d'itérations pour les trois RSB.

Cette figure démontre clairement que les valeurs PV sur les dérivées sont limitées initialement par l'amplitude des artefacts oscillants, puis diminuent progressivement au cours de la convergence jusqu'à atteindre le plafond associé au bruit des dérivées extraites. En fonction du rapport signal sur bruit, la convergence stagne plus ou moins rapidement. En effet, dès lors que la correction des artefacts atténue l'amplitude des oscillations au niveau du bruit des dérivées, le PV est alors limité par le bruit et non plus par les effets de bords. En fonction du RSB, nous obtenons un plateau de convergence dès 10, 30 et 50 itérations pour les RSB respectifs de 10, 50 et 100, alors que dans le cas sans bruit cette convergence semble vouloir se poursuivre au-delà de la 100^{ème} itération, *a priori* jusqu'au bruit numérique de calcul. Nous avons également représenté sur la figure 4.17, les dérivées extraites avant et après application de la procédure WASP. Ainsi, les artefacts présents dans chaque cas sont corrigés par la procédure. Nous ferons remarquer tout de même que dans le cas le plus bruité, ce qui limite la valeur PV à $82,32\mu rad$ est lié à une dislocation de phase sur les bords nécessitant un déroulement de la dérivée pour s'en affranchir bien qu'ici nous ne l'ayons pas fait. Nous retrouvons pour les autres cas, la forme typique des oscillations déjà observées, dans le cas d'une troncature du support avec des valeurs PV de $18,38\mu rad$ et $21,01\mu rad$ pour les RSB de 100 et 50 respectivement. Une fois WASP appliquée, le PV des dérivées est corrigé, à hauteur de $1,78\mu rad$, $3,42\mu rad$ et $16,80\mu rad$ pour les trois RSB. Le phénomène de Gibbs apparaît ici corrigé au niveau du bruit des dérivées dans chacun des trois cas. Nous retrouvons alors les facteurs entre RSB sur l'amplitude du bruit des dérivées, *i.e.* un facteur 2 entre les PV des dérivées extraites pour un RSB de 100 et 50, et un facteur 10 environ entre les RSB de 100 et 10, lien de proportionnalité que l'on ne retrouvait pas avant application de la procédure lorsque les artefacts de Gibbs prédominaient. De plus, la correction de la dérivée la plus bruitée est telle que la dislocation de phase nécessitant ultérieurement un déroulement a disparu ici.

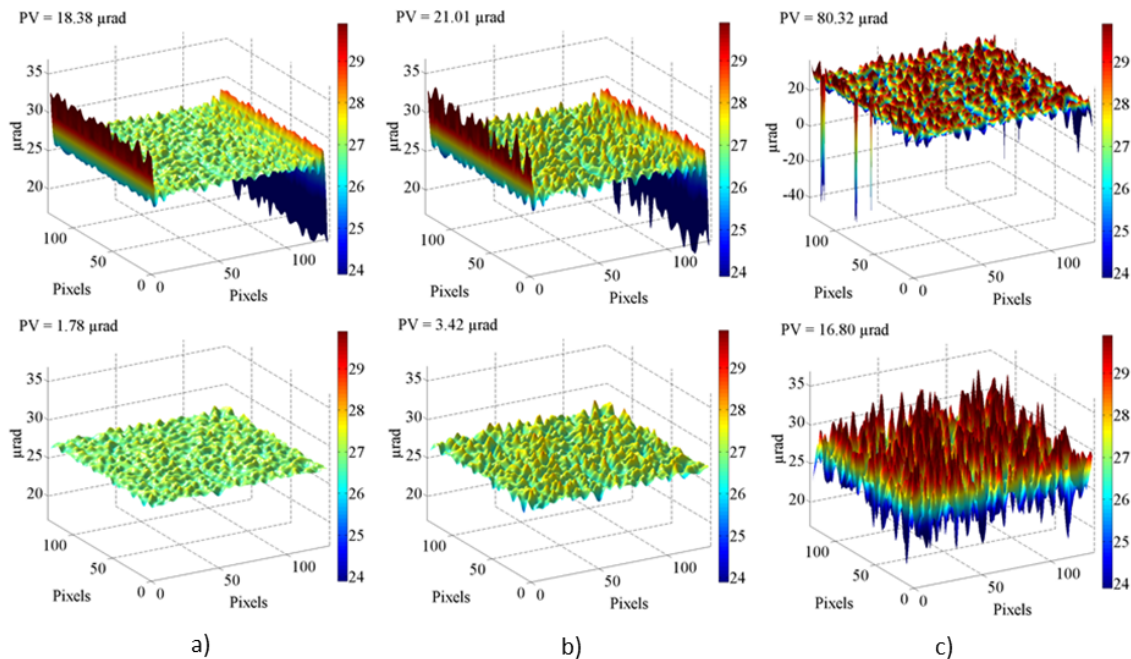


FIGURE 4.17: Dérivées extraites avant application de la procédure WASP (première ligne) et après (seconde ligne) pour des RSB de a) 100, b) 50, c) 10.

La démonstration de la robustesse de la procédure à la présence de bruit dans les interférogrammes est alors faite. En complément, nous pouvons constater qu’une fois la convergence atteinte, c’est-à-dire lorsque l’amplitude des oscillations passe sous le niveau de bruit, l’algorithme ne peut plus converger davantage ; il n’est donc plus utile de poursuivre le processus itératif. Ainsi, un paramètre de contrôle permettrait de limiter le nombre d’itérations une fois le niveau de bruit atteint.

4.2.5 Application au cas d’une pupille ronde ou de forme arbitraire

Nous avons étudié jusqu’à présent des images dont les seules sources de discontinuités se trouvaient en bord de pupille de l’analyseur. Mais ces dernières peuvent également apparaître à l’intérieur de la pupille de mesure de l’instrument. Nous différencierons deux cas. Le premier correspond à une illumination partielle du détecteur de l’instrument : ceci correspond à une configuration que l’on rencontre souvent en métrologie, lorsque la pupille du faisceau analysé est plus petite que celle de l’instrument de mesure, ou que la pupille analysée présente une obturation centrale. Nous verrons alors que dans ce cas l’algorithme WASP peut s’appliquer directement, afin de supprimer ce type de discontinuités et ainsi s’affranchir des artefacts associés. La véritable discontinuité intra-pupillaire dont nous discuterons ensuite, correspond à de très fortes variations de phase causées par l’échantillon au sein de la pupille éclairée (ruptures dans les dérivées). Celle-ci se produit régulièrement en imagerie de phase, notamment sur les contours de l’objet et les zones de fortes variations d’indice de réfraction entre différents matériaux. Dans ce cas, la procédure WASP est inopérante, et nous décrirons certains filtrages utilisés usuellement pour remédier aux artefacts alors générés.

Nous simulerons le même basculement horizontal du front d’onde, à la différence près que nous travaillerons dans cette section sur un maillage en damier pour démontrer que le type de maillage n’a pas d’incidence sur les performances de l’algorithme. La seule différence sur l’algorithme WASP consiste à ici filtrer aussi les harmoniques $H_{1,1}$, $H_{-1,1}$, $H_{1,-1}$ et $H_{-1,-1}$ cette fois-ci bien présentes dans le spectre de l’interférogramme.

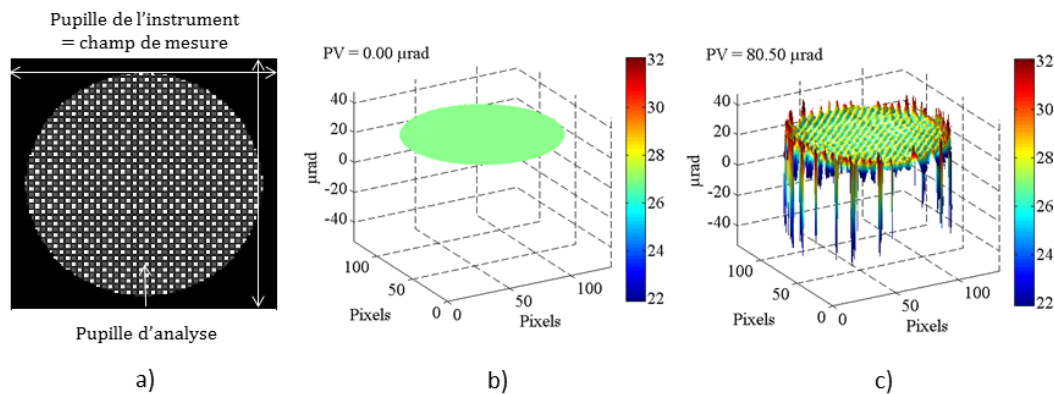


FIGURE 4.18: Apparition des phénomènes de Gibbs dans le cas d’un éclairage partiel de la pupille de l’instrument, a) Interférogramme sur une sous-pupille circulaire dans le cas de l’accord à $\pi/2$, b) Dérivée théorique, c) Dérivée en x extraite.

Dans le cas de la gestion d’un éclairage partiel de l’instrument, les franges sont alors localisées sur une sous-partie du détecteur. Nous avons illustré le cas d’une pupille circulaire sur la figure 4.18 a). Nous constatons que l’extraction des dérivées sans pré-conditionnement

de l'interférogramme conduit à des artefacts de bords atteignant une valeur PV de $80,5\mu rad$, ainsi que des artefacts oscillants sur de plus faible amplitude sur l'ensemble de la dérivée 4.18 c).

Lors de l'application de la procédure, il n'est pas nécessaire ici de rajouter un bandeau de raccordement : si la proportion non éclairée de l'image est suffisante, elle peut alors servir de zone de raccordement des franges. Dans la pratique une méthode de segmentation automatique, comme celle proposée par Otsu (OTSU, 1975) à partir de l'histogramme de l'image, permettra de déterminer un masque binaire délimitant la zone utile du champ de mesure et le reste de la pupille de l'instrument. La procédure WASP permettra alors de créer des franges artificielles en dehors de la pupille du faisceau de manière à satisfaire les conditions de bords [figure 4.19 a)]. L'extraction par démodulation Fourier permet ensuite de retrouver une dérivée presque totalement affranchie des artefacts de Gibbs, le résiduel à $0,77\mu rad$ en PV correspond alors à une atténuation de 99% de ces artefacts. Le support de l'éclairage est ici complet, mais la procédure fonctionne de la même façon sur un support de forme arbitraire et lacunaire.

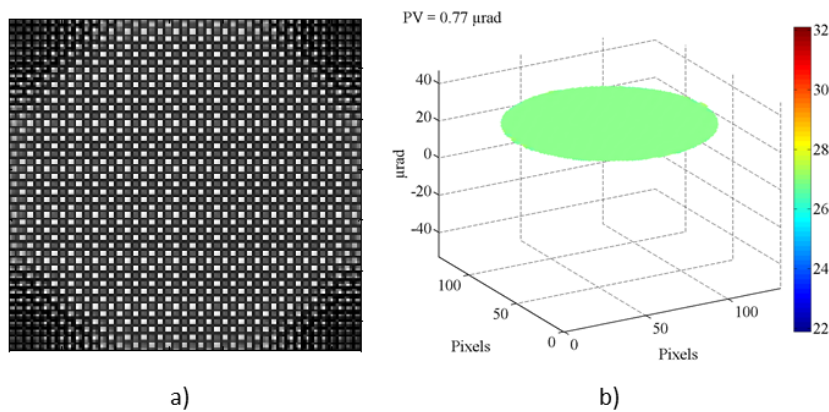


FIGURE 4.19: Correction des artefacts de Gibbs dans le cas d'une pupille ronde, a) Interférogramme après application d'une procédure WASP en 100 itérations avec un filtrage spectral évolutif de $(0, 15\%N_e/iter.)$ et $N_e = N = 132$. La partie non éclairée de la pupille est ici utilisée comme support de raccordement. b) Dérivée en x extraite par démodulation Fourier à partir de l'interférogramme a).

4.2.6 Cas des discontinuités intrapupillaires

Le second type de discontinuités mentionné est celui associé en général à l'échantillon analysé. Ces discontinuités ne peuvent pas être atténuées par la procédure WASP. Elles interviennent exactement comme dans le cas de la synthèse d'un carré à partir des harmoniques de son spectre présenté plus haut. C'est-à-dire qu'elles sont générées par la troncature du spectre de l'harmonique, qui s'étend au-delà du support spectral utilisé. Dans le cas de nos interférogrammes, nous avons choisi un support spectral de 43 pixels pour extraire les harmoniques d'intérêt, afin d'éviter de prendre en compte l'information spectrale de l'harmonique adjacente. Pour illustrer cette problématique, nous avons simulé un interférogramme présentant une rupture de pentes en son milieu. Le front d'onde correspondant est plan sur la première moitié du support, puis basculé d'une tilt x de $26,906\mu rad$ sur la seconde. En termes de dérivée en x , cela correspond à un échelon, nul sur la première moitié du support, puis positif de valeur $26,906\mu rad$ sur la seconde.

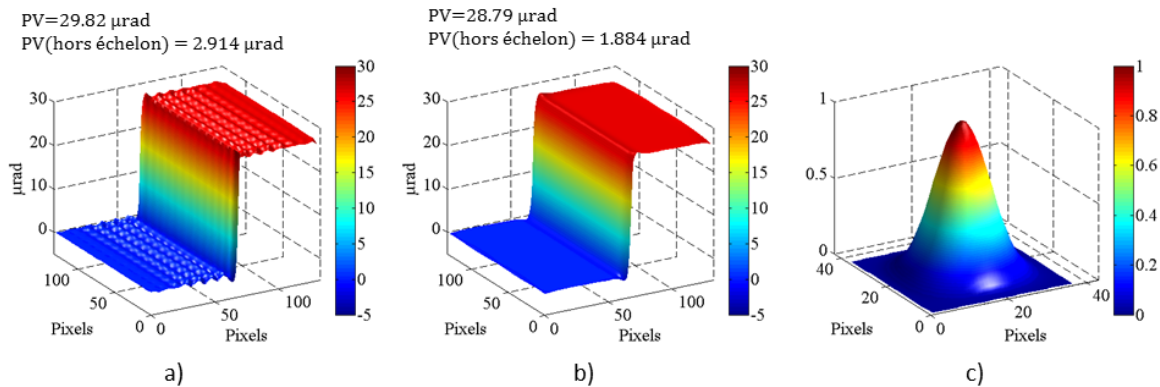


FIGURE 4.20: Extraction de la dérivée en x d'un interférogamme simulant l'effet d'un échelon de dérivée x , a) sans filtrage de l'harmonique, b) avec un filtrage de type Blackman bi-dimensionnel, c) filtre Blackman 2D de la largeur du support de l'harmonique soit 43×43 pixels.

La figure 4.20 représente les dérivées extraites associées à un tel interférogamme. La dérivée a) présente alors de fortes oscillations du centre vers les bords du support. Nous observons également des oscillations dans la direction transverse mais de plus faible amplitude. Le PV associé à cette échelon en dérivée s'élève à $29,82\mu rad$ supérieur d'une quantité d'environ 10,8% de la valeur de la discontinuité théorique de $26,906\mu rad$, pourcentage proche des 9% typiques annoncés dans le cas des ressauts liés aux effets de Gibbs. Afin de limiter ces oscillations, la solution consiste à apodiser le support de l'harmonique dans le plan Fourier avec une fonction s'annulant en bord de support comme les filtres de Hamming, de Han, et de Blackman. Sur b), nous avons appliqué un filtre 2D de Blackman représenté en c) afin d'annuler les oscillations. Cependant l'oscillation principale, même si elle est légèrement atténuée avec un PV mesuré de $28,79\mu rad$, est toujours apparente.

Afin d'isoler les artefacts associés aux variations spatiales rapides des dérivées du front d'onde, il peut être intéressant dans une certaine mesure de calculer les dérivées croisées. En effet, d'après le théorème de Clairaut-Schwarz, pour une fonction dérivable deux fois en un point, le résultat de la dérivation partielle à l'ordre 2 par rapport à deux variables ne dépend pas de l'ordre dans lequel se fait la dérivation par rapport à ces deux variables. Ainsi, si la surface d'onde $W(x, y)$ est véritablement une surface au sens mathématique du terme, alors l'égalité suivante est vraie :

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial W}{\partial y} \right) (x, y) = \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial W}{\partial x} \right) (x, y) \quad (4.19)$$

Par conséquent, nous définirons la fonction d'annulation des dérivées croisées A_{dc} selon l'équation 4.20. Elle est sensée être nulle si le front d'onde satisfait l'hypothèse de Clairaut-Schwarz :

$$A_{dc}(x, y) = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial W}{\partial y} \right) (x, y) - \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial W}{\partial x} \right) (x, y) = 0 \quad (4.20)$$

Or, l'hypothèse de surface en mathématiques est relativement contraignante. En métrologie optique, elle est souvent vérifiée car les outils de polissage reproduisent naturellement dans la plupart des cas une surface, et par conséquent à moins qu'un matériau en transmission ne possède de très importantes inhomogénéités, ou que le polissage ne laisse des

traces très hautes fréquences sur l'optique (usinage diamant d'optiques pour le domaine infrarouge par exemple), l'hypothèse reste valide, et le front d'onde transmis ou réfléchi satisfait également cette hypothèse. En revanche en imagerie de phase, cette condition est aisément non satisfaite et la carte A_{dc} des dérivées n'est alors plus nulle en tout point. Afin d'illustrer ceci, nous avons réalisé la dérivation numérique des dérivées x et y de l'échelon de dérivée, dans le cas où l'extraction est opérée sans filtrage et avec. Les cartes d'annulation des dérivées croisées sont alors représentées sur la figure 4.21 sur un support tronqué de 100×100 pixels au centre de l'échelon (afin d'éviter les artefacts de dérivation numérique en bord d'image).

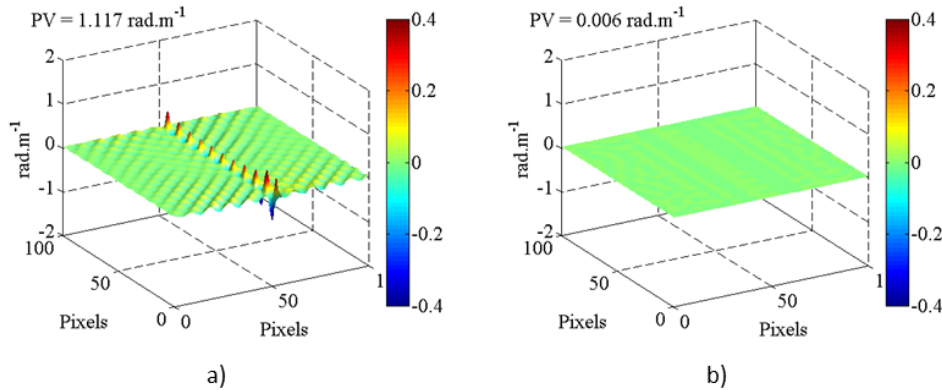


FIGURE 4.21: Cartes d'annulation des dérivées croisées dans le cas de l'échelon de dérivée du front d'onde sur un support 100×100 pixels, a) Sans filtrage, b) Avec un filtrage Blackman.

Sur la figure 4.21 a), la cartographie A_{dc} reproduit les oscillations des phénomènes de Gibbs en $2D$. Le PV de la fonction est alors de $1,117 \text{ rad.m}^{-1}$, les oscillations les plus importantes se retrouvent au niveau du saut de phase en milieu de support. L'utilisation d'un filtre de Blackman sur les fenêtres de sélection des harmoniques conduit à l'annulation des oscillations de Gibbs $2D$ et réduit le PV à $0,006 \text{ rad.m}^{-1}$. Ce diagnostic peut alors s'avérer extrêmement utile pour déterminer quantitativement l'efficacité d'un filtrage sur les artefacts générés par des discontinuités, ou révéler les zones pour lesquelles il subsiste des artefacts et ainsi les discriminer vis-à-vis de la mesure. Cette même opération permettra également de révéler les zones de dislocations de phase non dépliées par l'algorithme de déroulement, et enfin révélera le bruit de mesure puisque celui-ci est très loin de satisfaire l'hypothèse d'une surface. Cependant, un bémol important concernant ce diagnostic est qu'il est limité par la résolution de l'instrument et de la procédure d'extraction. Un filtrage de type Blackman supprime les oscillations, mais lisse également la dérivée pouvant ainsi supprimer une discontinuité et artificiellement favoriser le respect de la condition de surface. Ici, bien que nous puissions toujours constater le premier ressaut du phénomène de Gibbs sur la dérivée filtrée 4.20 b), celui-ci n'est pas détecté par la fonction d'annulation des dérivées croisées du fait du lissage du filtre.

Ces situations pour lesquelles les variations spatiales du front d'onde sont très fortes sont à proscrire dans la mesure du possible, puisqu'elles correspondent à des échantillons sortant de la résolution spatiale de mesure de l'instrument et génèrent des artefacts que l'on ne peut totalement faire disparaître. Cependant, si elles ne se produisent que très rarement en métrologie, les véritables discontinuités de phase se retrouvent davantage en imagerie de phase avec des échantillons de composition et d'architecture spatiale complexe.

4.3 Intégration des dérivées

De nombreuses techniques de mesures optiques ne sont sensibles qu'aux dérivées du front d'onde, comme l'interférométrie à décalage. Une étape d'intégration numérique est alors nécessaire pour remonter à la surface d'onde à partir des gradients mesurés. Du fait de l'importance de cette étape dans l'analyse de front d'onde pour la métrologie, beaucoup d'algorithmes et travaux de recherche concernant l'intégration en deux dimensions ont été menés depuis les années 1970. L. Huang, dans sa publication comparative de différentes techniques (HUANG et al., 2015), présente un historique complet de ces méthodes et compare la précision de reconstruction selon différents paramètres d'influence, comme les dimensions du jeu de données, la présence de bruit, la reconstruction de données lacunaires, ainsi que la vitesse. Nous nous intéresserons plus particulièrement dans cette section aux algorithmes d'intégration dans le domaine de Fourier (FREISCHLAD et KOLIOPOULOS, 1986) permettant une implémentation simple et rapide. Bien que ce type de méthode existent sous une forme itérative (RODDIER et RODDIER, 1991), nous avons choisi d'implémenter un autre type d'intégration itérative reposant sur les travaux de Southwell (SOUTHWELL, 1980). D'autres algorithmes développés plus récemment n'ont pas été étudiés dans ces travaux, mais permettent également de réaliser l'intégration d'un jeu de dérivées ; ils utilisent des transformées en cosinus (TALMI et RIBAK, 2006), ou une base de fonctions radiales (ETTL et al., 2008).

4.3.1 Méthodes d'intégration dans le domaine de Fourier

C. et F. Roddier (RODDIER et RODDIER, 1991) ont proposé un algorithme de reconstruction à partir de l'expression mathématique de la courbure du front d'onde dont l'expression dans l'espace réel repose sur le laplacien $\nabla^2 W(x, y) = \frac{\partial^2 W}{\partial x^2}(x, y) + \frac{\partial^2 W}{\partial y^2}(x, y)$. En exprimant celle-ci à partir des propriétés de dérivation dans l'espace de Fourier, il est alors possible de relier le front d'onde à ses dérivées premières :

$$TF [\nabla^2 W] = (2i\pi)^2 (\nu_x^2 + \nu_y^2) \tilde{W}(\nu_x, \nu_y) \quad (4.21)$$

Mais également,

$$TF [\nabla^2 W(x, y)] = 2i\pi \left(\nu_x TF \left[\frac{\partial W}{\partial x} \right] + \nu_y TF \left[\frac{\partial W}{\partial y} \right] \right) \tilde{W}(\nu_x, \nu_y) \quad (4.22)$$

L'égalisation de ces deux équations mène alors à la formule d'intégration qui permet d'obtenir le front d'onde reconstruit W par transformée de Fourier inverse :

$$\tilde{W}(\nu_x, \nu_y) = \frac{1}{2i\pi} \frac{\left(\nu_x TF \left[\frac{\partial W}{\partial x} \right] + \nu_y TF \left[\frac{\partial W}{\partial y} \right] \right)}{(\nu_x^2 + \nu_y^2)} \quad (4.23)$$

Cette équation peut être retrouvée par méthode des moindres carrés (LAWSON et HANSON, 1995) et même étendue de façon à obtenir une reconstruction multi-dérivée comme l'a démontré S. Velghe (VELGHE et al., 2005). Implémentée à partir des dérivées extraites d'un interférogramme de maillage droit, le gain calculé à utiliser le couple d'harmoniques $(H_{2,2}, H_{-2,2})$ en plus du couple $(H_{2,0}, H_{0,2})$ a été évalué à environ 18,4% dans le cas du quatre onde. Cette valeur peut varier selon l'amplitude des harmoniques mais restera probablement proche de cette valeur. Ceci peut s'avérer intéressant, mais dans notre philosophie de conception et d'utilisation de l'interféromètre, nous ne travaillerons toujours que sur le couple $(H_{1,1}, H_{-1,1})$ permettant d'accéder à un jeu de dérivées de multiplicité unique

contrairement aux autres couples. En revanche, le formalisme associé à une intégration par moindres carrés nous permettra de facilement propager l'erreur des dérivées à celle du front d'onde comme nous le verrons dans la suite.

Une autre méthode empruntée à la littérature dans le domaine du radar est celle proposée par Ghiglia (GHIGLIA et PRITT, 1998). Passant par une intégration complexe, elle permet également de lier le front d'onde à ses dérivées :

$$W_G(x, y) = \text{Im} \left\{ TF^{-1} \left[\frac{1}{2\pi} \frac{\left(TF \left[\frac{\partial W}{\partial x} \right] + i TF \left[\frac{\partial W}{\partial y} \right] \right)}{(\nu_x + i\nu_y)} \right] \right\} \quad (4.24)$$

Julien Rizzi a démontré (RIZZI et al., 2013) que l'on pouvait réécrire cette équation dans le domaine fréquentiel de façon à faire apparaître la transformée de Fourier du front d'onde et une quantité qui est liée à la transformée de Fourier de la cartographie d'erreur :

$$\tilde{W}_G(x, y) = \frac{\tilde{A}_{dc}(\nu_x, \nu_y)}{2\pi(\nu_x^2 + \nu_y^2)} + i\tilde{W}(\nu_x, \nu_y) \quad (4.25)$$

Pour la suite de ces travaux nous avons choisi cet intégrateur. Afin de l'étudier, nous reconstruirons un front d'onde simulé de type $W(x, y) = a(x^2 + y^2) + bx$ correspondant à une courbure de coefficient $a = 2\lambda$ et d'un basculement de pente $b = \lambda$, avec x et y définis sur $[-1, 1]$. Le jeu de dérivées introduit dans l'intégrateur sera calculé analytiquement à partir de l'équation de $W(x, y)$, afin de ne pas ajouter de possibles erreurs associées à la dérivation numérique.

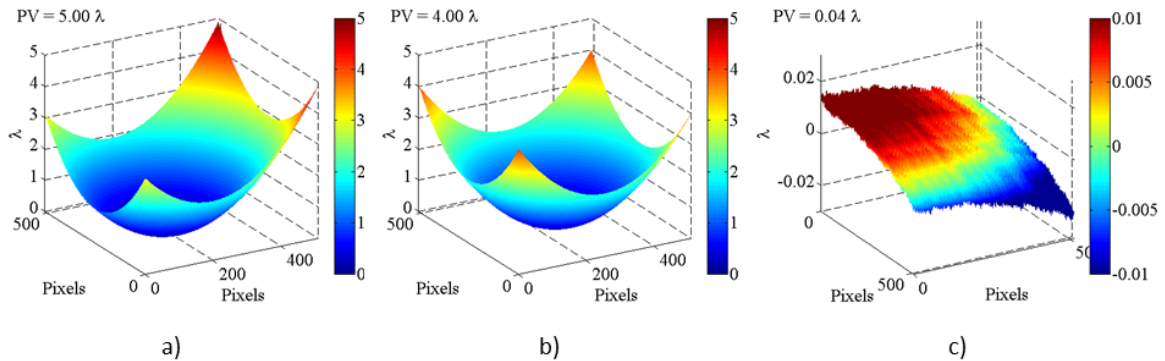


FIGURE 4.22: a) Front d'onde théorique, b) Intégration directe à partir des dérivées analytiques, c) Front d'onde résiduel, filtré de la courbure théorique.

La figure 4.22 a) représente le front d'onde théorique simulé sur 512×512 pixels, le PV de la surface d'onde est alors de 5λ . Une fois l'intégration 4.25 réalisée, nous constatons sur b) que seule la courbure de 4λ PV est reconstruite. En effet, l'algorithme se comporte en réalité d'abord comme un dérivateur, puis comme un intégrateur d'ordre 2, c'est à dire que pour calculer le front d'onde W à partir des dérivées, il passe par le laplacien ∇ . Ceci est davantage visible sur l'expression au numérateur de l'intégrateur de Roddier, puisqu'il repose sur l'expression de ce laplacien.

D'autre part, lorsque l'on retranche le terme de courbure théorique de la surface d'onde reconstruite, nous obtenons la figure en c) qui correspond à l'erreur de reconstruction. Loin d'être nul, ou proche de l'erreur numérique de la machine, son PV s'élève à un facteur $1/100$ de l'amplitude de la courbure.

4.3.2 Symétrisation, antisymétrisation

De la même façon qu'au niveau de l'extraction des gradients, le recours à la TFD dans ces algorithmes d'intégration génère des artefacts de Gibbs, dès lors que chaque dérivée ne se raccorde pas entre les bords de son support. Du fait de la propriété de périodisation de la fonction transformée, des discontinuités apparaissent générant ainsi des artefacts oscillants. Le recours à des algorithmes itératifs permet alors de s'affranchir totalement de ces artefacts (TALMI et RIBAK, 2006), ou partiellement [(RODDIER et RODDIER, 1991), (GHIGLIA et PRITT, 1998)]. Afin de limiter les temps de calculs, des méthodes non-itératives ont alors été proposées.

Ghiglia et Pritt (GHIGLIA et PRITT, 1998) proposent de dupliquer les dérivées dans un support 2 fois plus grand par effet miroir, ou symétrisation. Mathématiquement cette opération s'écrit matriciellement selon l'équation suivante :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial x} S = \begin{bmatrix} \frac{\partial W}{\partial x}(-x, -y) & \frac{\partial W}{\partial x}(x, -y) \\ \frac{\partial W}{\partial x}(-x, y) & \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \end{bmatrix} \\ \frac{\partial W}{\partial y} S = \begin{bmatrix} \frac{\partial W}{\partial y}(-x, -y) & \frac{\partial W}{\partial y}(x, -y) \\ \frac{\partial W}{\partial y}(-x, y) & \frac{\partial W}{\partial y}(x, y) \end{bmatrix} \end{cases} \quad (4.26)$$

Cette symétrisation procède alors à un raccordement naturel entre les bords du support des dérivées. Ainsi les artefacts haute fréquence disparaissent. Néanmoins, ce raccord n'est pas dérivable, ce qui est tenu responsable dans la littérature de la présence d'artefacts basses fréquences résiduels. Ces deux types d'artefacts se retrouvent sur la figure 4.22 c).

Pierre Bon (BON, MONNERET et WATTELLIER, 2012) s'inspire de la méthode précédente et propose de dupliquer les dérivées sur un support double, comme dans le cas précédent, mais cette fois par antisymétrisation. Cette opération mathématique se résume par l'écriture matricielle suivante :

$$\begin{cases} \frac{\partial W}{\partial x} A = \begin{bmatrix} -\frac{\partial W}{\partial x}(-x, -y) & \frac{\partial W}{\partial x}(x, -y) \\ -\frac{\partial W}{\partial x}(-x, y) & \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \end{bmatrix} \\ \frac{\partial W}{\partial y} A = \begin{bmatrix} -\frac{\partial W}{\partial y}(-x, -y) & -\frac{\partial W}{\partial y}(x, -y) \\ \frac{\partial W}{\partial y}(-x, y) & \frac{\partial W}{\partial y}(x, y) \end{bmatrix} \end{cases} \quad (4.27)$$

Celle-ci a été développée dans le contexte de l'imagerie de phase en microscopie visible de façon à s'affranchir des artefacts de bords dans le cas où des objets d'intérêts touchent les bords de l'image. La procédure d'antisymétrisation des dérivées réalise en réalité la symétrisation du front d'onde par effet miroir sur le support doublé. Ainsi, le raccord entre les bords de l'image se fait naturellement et les artefacts sur le front d'onde sont supprimés. Nous avons reproduit la simulation décrite dans l'article (BON, MONNERET et WATTELLIER, 2012) afin d'illustrer la génération de ces artefacts à partir d'un front d'onde théorique à 3 niveaux de valeurs sans unité $-1, 0, 1$ comme représenté sur la figure 4.23 a). Le jeu de dérivées à intégrer est alors obtenu par dérivation numérique de cette image. L'intégration directe sur les dérivées ainsi obtenues est représentée en b) et démontre la présence d'artefacts générés de façon symétrique aux discontinuités aux bords de l'image. L'intégration issue de la symétrisation en c) est moins corrompue, mais ne résout que partiellement le problème, alors que l'intégration des dérivées antisymétrisées par la méthode de Pierre Bon

semble totalement dépourvue d'artefacts. Pour ces deux derniers cas, la surface d'onde reconstruite est extraite de l'image intégrée, à partir du support doublé, par troncature du quart bas droit de l'image correspondant au jeu de dérivées brutes des formules 4.26 et 4.27.

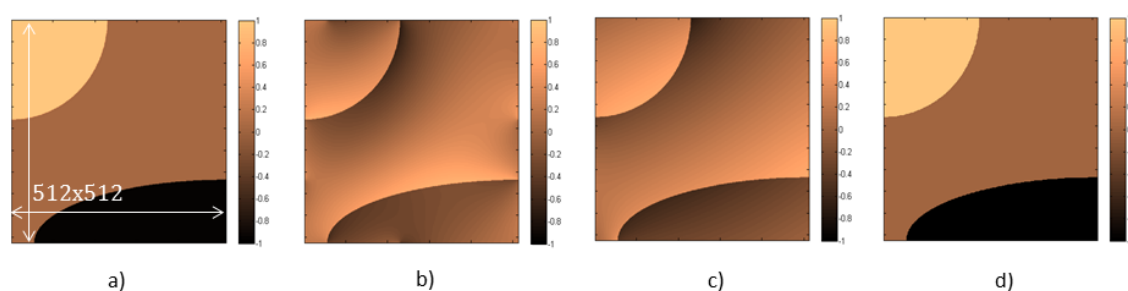


FIGURE 4.23: Artefacts de bord générés par différentes intégrations à partir d'un jeu de dérivées obtenu par dérivation numérique d'un front d'onde théorique. a) Front d'onde théorique utilisé pour générer le jeu de dérivées x et y , b) Résultat de l'intégration directe, c) Résultat de l'intégration des dérivées symétrisées selon 4.26, d) Résultat de l'intégration des dérivées antisymétrisées selon 4.27.

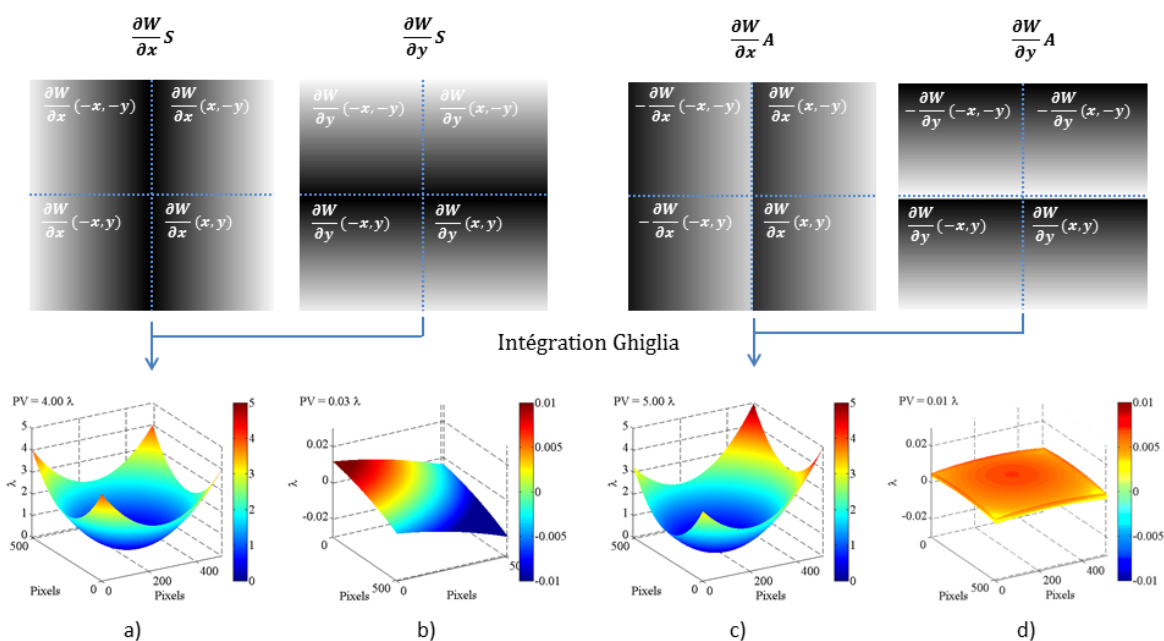


FIGURE 4.24: Comparaison de la symétrisation et antisymétrisation dans le cas de l'intégration d'un jeu de dérivées calculées analytiquement à partir du cas de la courbure basculée. La première ligne correspond au détail de chacune des procédures sur la constitution du jeu de dérivées étendues sur un support double. a) Résultat de l'intégration Ghiglia sur le jeu de dérivées symétrisées, b) Résiduel une fois filtré de la courbure. c) Résultat de l'intégration Ghiglia sur le jeu de dérivées antisymétrisées, d) Résiduel une fois filtré du basculement et de la courbure.

L'intérêt pour l'imagerie de phase de la procédure d'antisymétrisation est alors immédiat. Sans avoir à recourir à des algorithmes itératifs, il est alors possible d'obtenir des reconstructions affranchies des artefacts de basse fréquence générés par l'utilisation de la TFD

sur des signaux discontinus entre les bords de support. Nous allons voir que cet algorithme possède un intérêt supplémentaire pour la métrologie de front d'onde. En effet celui-ci grâce à l'antisymétrisation permet de mesurer le basculement de l'onde auquel l'algorithme d'intégration 4.25 seul est aveugle. En reprenant notre front d'onde se décomposant en une courbure et une bascule, nous représentons sur la figure 4.24 le résultat de l'intégration des dérivées calculées analytiquement en appliquant en a) une symétrisation et c) une antisymétrisation. De même que pour l'intégration directe, le front d'onde reconstruit est filtré du basculement dans le cas de la symétrisation. Il est intéressant de remarquer que le résiduel b) laisse apparaître un terme de basse fréquence égal à celui observé sur la figure 4.22 c), mais cette fois-ci sans les variations très hautes fréquences que nous pouvions observer alors. La valeur PV de $0,03\lambda$ est proche des $0,04\lambda$ du résiduel de l'intégration directe.

Dans le cas de l'algorithme d'antisymétrisation, le résiduel est atténué d'un facteur 4 par rapport à une intégration directe. Nous constatons également que l'artefact basse fréquence [figure 4.24 b)] a disparu, laissant place à un résiduel reproduisant exactement la forme initiale du front d'onde avec une amplitude PV atténuée d'un facteur 500. Nous verrons ensuite que cette erreur croît pour de petites tailles de matrice intégrée, ce qui pose problème pour l'intégration de très petites tailles d'images (typiquement de taille inférieure à 100 pixels). Des artefacts oscillants de très haute fréquence font en revanche leur réapparition et sont liés à la discontinuité des dérivées étendues sur leurs bords et en leur centre du fait de l'antisymétrisation, qui rompt le raccordement de la symétrisation.

4.3.3 Méthode d'intégration itérative

Les algorithmes d'intégration précédents, utilisés dans leur forme non-itérative, permettent d'accéder à une estimation rapide et relativement juste du front d'onde en s'affranchissant des artefacts de reconstruction les plus importants. Cependant, l'antisymétrisation des dérivées n'est efficace que sur un jeu de données non lacunaires et dont le support est carré (ou rectangulaire). Dès lors que l'instrument mesure une pupille de faisceau de forme arbitraire (lacunaire ou non), les discontinuités du support réintroduisent de nouveau des artefacts, dont l'antisymétrisation ne peut réduire l'amplitude. Des méthodes itératives permettent alors de s'affranchir de ces artefacts et nous choisirons ici de présenter une méthode d'intégration développée à partir de la publication de Southwell (SOUTHWELL, 1980).

Il s'agit d'une méthode itérative traitant chaque pixel de mesure par rapport à ses plus proches voisins pour réaliser l'intégration. Elle est locale, et permet d'intégrer les dérivées sur un support quelconque (même lacunaire). La relation mathématique pour le pixel de phase $\phi_{i,j}^{(n)}$ à la n ième itération en fonction de ses voisins est donnée par :

$$\phi_{i,j}^{(n)} = \phi_{i,j}^{(n-1)} + \omega \left[\overline{\phi_{i,j}^{(n-1)}} + \frac{b_{i,j}}{g_{i,j}} - \phi_{i,j}^{(n-1)} \right] \quad (4.28)$$

Le terme $\overline{\phi_{i,j}^{(n-1)}}$ correspond à la moyenne des points de phases voisins aux indices $(i+1, j)$, $(i-1, j)$, $(i, j+1)$, $(i, j-1)$ à l'itération $(n-1)$. Bien entendu cette moyenne se fait en fonction du nombre de pixels voisins pour lesquels le masque du support d'intégration est non nul. Le terme $b_{i,j}$ se calcule à partir des deux dérivées en x et y :

$$b_{i,j} = -\frac{pix}{2} \left[\left(\frac{\partial W}{\partial x} \right)_{i+1,j} - \left(\frac{\partial W}{\partial x} \right)_{i-1,j} + \left(\frac{\partial W}{\partial y} \right)_{i,j+1} - \left(\frac{\partial W}{\partial y} \right)_{i,j-1} \right] \quad (4.29)$$

Enfin, $g_{i,j}$ est un coefficient prenant les valeurs entières entre $[0, 4]$ selon le nombre de pixels voisins non nuls. Dans le cas particulier où $g_{i,j} = 0$ nous imposerons une valeur nulle de $\phi_{i,j}^{(n)}$. Dans les autres cas, ce dernier est relié au point de phase à l'étape précédente mais également à un second terme pondéré par un paramètre de relaxation ω . Il correspond à un paramètre ajustable influençant beaucoup la vitesse de convergence de l'algorithme et ses performances ultimes. Southwell a prédit la valeur théorique optimale par l'équation :

$$\omega = \frac{2}{1 + \sin\left(\frac{\pi}{N+1}\right)} \quad (4.30)$$

N étant la taille de la matrice à reconstruire. En réalité, selon le jeu de dérivées à reconstruire, la valeur de ce paramètre s'optimise. Nous ne rentrerons pas davantage dans ces détails, car les problématiques d'ajustabilité de ce paramètre et de vitesse de convergence méritent des travaux de recherche à part entière. Typiquement, Southwell indique que pour un paramètre $\omega = 1$ nous retrouvons l'expression de l'intégration par méthode de Gauss-Seidel qui converge en N^2 itérations, alors que l'intégration avec le paramètre 4.30 converge en $2N$ itérations. Avec pix le pas de la matrice numérique d'échantillonnage de l'image.

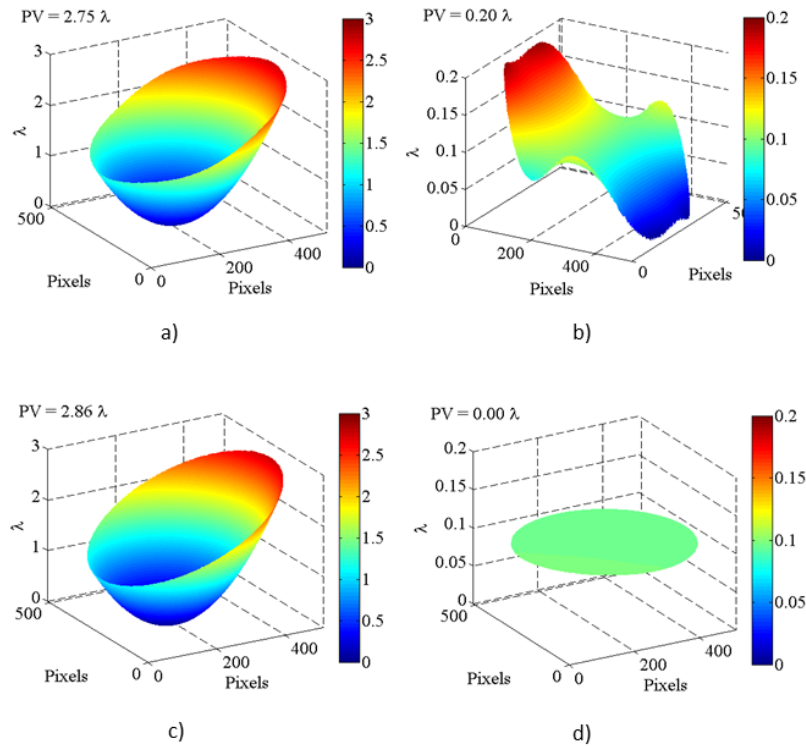


FIGURE 4.25: Intégration itérative Southwell Vs Ghiglia après antisymétrisation dans le cas de l'analyse d'une pupille circulaire. a) Résultat de l'intégration Ghiglia après antisymétrisation des dérivées, b) Résiduel après filtrage du front d'onde théorique, c) Résultat de l'intégration par un algorithme de Southwell itératif avec un paramètre de relaxation ω après 1000 itérations, d) Résiduel de l'intégration Southwell après filtrage du front d'onde théorique.

Afin d'illustrer le gain d'une telle méthode itérative dans le cas de l'intégration d'un jeu de données de support arbitraire, nous reprendrons l'exemple de la pupille circulaire illuminant ici l'instrument de façon partielle. Le rayon de la pupille correspond à 95% de la demi-largeur du détecteur soit 243 pixels pour une matrice 512×512 . Il manque par conséquent

une très faible proportion de pixels (13 pixels de part et d'autre de la pupille en horizontal et vertical) par rapport au cas de l'illumination totale. Dans le cas de l'intégration Ghiglia sur support double, après antisymétrisation, une telle pupille introduit un biais non négligeable comme nous pouvons le constater sur la figure 4.25. Le PV s'élève alors à $2,75\lambda$ contre $2,86\lambda$ attendu, avec une erreur résiduelle de $0,2\lambda$ PV correspondant à 7% de l'amplitude du front d'onde théorique. Dans le cas de l'intégration Southwell, nous attendons théoriquement un nombre d'itérations de l'ordre de $2 \times \sqrt{N'} = 883$, avec N' le nombre de pixels porteurs d'une valeur de front d'onde dans le masque. Nous fixons le nombre d'itérations à 1000 et l'algorithme de Southwell permet ainsi d'atteindre de meilleures performances d'intégration, en retrouvant la valeur théorique attendue en amplitude PV, et laissant un résiduel représenté sur la figure 4.25 à la même échelle que celui de l'intégration Fourier, avec une amplitude de $0,003\lambda$ PV.

L'inconvénient majeur de ce type de méthode itérative est le temps de calcul. Pour une matrice de taille N , le nombre d'itérations nécessaire est de l'ordre de $2N$, sachant que plus la matrice est grande plus le temps de calcul à chaque itération augmente également. Ce type d'algorithme est donc idéal pour de petites tailles de pupille et permet de compléter l'intégration Fourier plus rapide, elle, sur de grandes tailles de matrices. La complétude entre les deux algorithmes se fait également dès lors que la pupille analysée n'est pas restreinte à un support carré (ou rectangulaire) non lacunaire.

Chapitre 5

Conception de l'interféromètre large bande pour la ligne de Métrologie

Nous allons désormais aborder la conception au sens large de l'interféromètre : de l'optimisation du réseau de diffraction à celle de l'instrumentation du système de détection. Nous détaillerons le principe du concept innovant sur lequel il repose et démontrerons qu'il est ainsi possible de limiter les écarts de mesure sur l'ensemble de la bande spectrale 10-30keV. En effet, nous rappelons que la contrainte principale de conception que nous nous sommes fixée est d'homogénéiser les performances de l'instrument sur l'ensemble de la bande spectrale. Puis nous décrivons la solution instrumentale mise en œuvre : de la fabrication des réseaux de diffraction à la conception de la détection et de sa protection face au rayonnement X.

5.1 Concept et optimisation

A partir des briques théoriques de diffraction du réseau et de traitements numériques des interférogrammes générés, nous allons détailler ici le concept d'achromatisation des performances de l'instrument.

Notons que nous parlerons d'achromatisation des performances de l'instrument sans pour autant atteindre l'achromaticité rigoureuse. Nous ferons le parallèle avec la conception optique classique, pour laquelle il est d'usage de parler d'achromatisation d'une formule optique, lorsque la dépendance de la longueur focale de la combinaison en fonction de la longueur d'onde est repliée autour d'une longueur d'onde centrale. Ceci permet d'avoir globalement une même position de mise au point pour toutes les longueurs d'onde repliées. L'achromatisation n'est alors pas rigoureuse. Il est d'ailleurs possible de replier davantage le chromatisme résiduel de l'optique par apochromatisation par exemple.

Dans notre cas, nous recherchons une configuration interférométrique permettant de replier une fois les performances de mesures, *i.e.* d'obtenir une achromatisation du système.

5.1.1 Interféromètre large bande

Nous allons reprendre l'étude de l'évolution du couple des harmoniques de travail ($H_{1,1}, H_{-1,1}$) en propagation, cette fois-ci en fonction de la longueur d'onde, afin d'identifier la configuration la plus propice à une optimisation ultérieure. Nous avons vu que la configuration interférométrique la plus adaptée à l'analyse de ce couple d'harmoniques repose sur un réseau de diffraction de type $\pi/2$. Même si nous savons d'une part que l'accord ne sera pas constant sur toute la bande spectrale, et que, d'autre part, selon le matériau utilisé, des effets de transmission variables sur la bande spectrale peuvent apparaître, nous réaliserons une

première approche de conception autour d'un réseau de diffraction fictif ayant un comportement supposé constant sur toute la bande spectrale et proche d'un réseau de type $\pi/2$.

Ainsi, nous représentons sur la figure 5.1 a), l'évolution de l'équation 3.80 de l'amplitude $V_{1,1}^{\pi/2}$ de l'harmonique (calculée au chapitre 3) dans le cas d'un réseau $\pi/2$ idéal. Celle-ci est représentée sur une distance de $[0, Z_T(@30keV)]$ pour toute la gamme d'énergies entre 10 et $30keV$. La distance de Talbot étant proportionnelle à l'inverse de la longueur d'onde (donc proportionnelle à l'énergie), cette gamme de distances correspond à $3 \times Z_T(@10keV)$ pour la plus basse énergie représentée. Les distances de Talbot à toutes les énergies sont illustrées sur la figure par le trait pointillé blanc et correspondent à la 4ème annulation de l'amplitude de l'harmonique. Les trois annulations précédentes correspondent aux distances de Talbot fractionnaires multiples de $Z_T/4$.

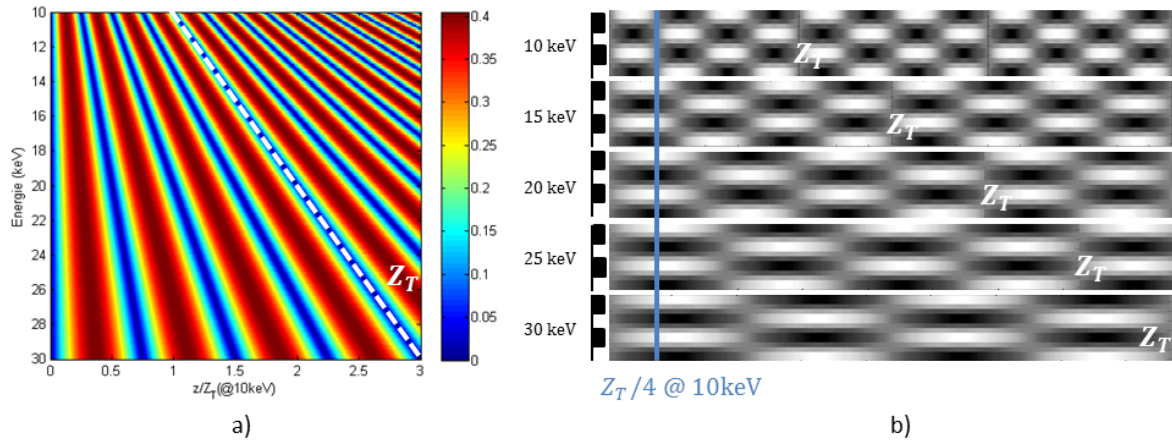


FIGURE 5.1: Première approche du concept d'achromatisation des performances, a) Représentation de $V_{1,1}^{\pi/2}(z)$ dans le cas d'une réseau $\pi/2$ idéal invariant sur la bande spectrale 10-30keV, b) Représentation équivalente de a) dans l'espace réel. Nous observons les variations des franges d'interférences en propagation pour 5 énergies de 10 à 30keV avec un échantillonnage des franges de 8 pixels par période de réseau.

Nous avons également représenté en figure b), l'évolution des figures de Talbot dans l'espace réel sur la même distance que celle de l'harmonique. Les positions d'annulation du contraste des franges correspondent aux positions d'annulation de l'amplitude de l'harmonique. Ainsi pour pouvoir assurer la faisabilité de la mesure sur l'ensemble de la gamme spectrale, nous constatons qu'il est nécessaire de fixer la distance d'analyse de la détection par rapport au réseau de diffraction, de sorte à éviter la première annulation de l'amplitude de l'harmonique et donc du contraste de franges. Celle-ci se produit en $Z_T/4$ à la plus basse énergie (respectivement, la plus grande longueur d'onde).

Nous énoncerons alors un premier principe de conception, qui stipule que la distance d'analyse entre le réseau de diffraction et la détection ne doit pas être supérieure à la distance $Z_T/4(@E_{min})$, avec E_{min} la plus basse énergie de la bande spectrale de travail.

Cette règle permet alors de se retrouver dans la zone de la première arche de l'amplitude $V_{1,1}^{\pi/2}(z)$, où potentiellement, selon la distance choisie nous pouvons espérer limiter les écarts d'amplitudes de l'harmonique sur la bande spectrale, et donc minimiser les écarts de RSB. Dans l'espace réel, nous constatons que cela revient à imposer sur toute la bande spectrale un maillage de franges fixe reproduisant la structure du damier du réseau. Nous

constatons également sur la figure 5.1 b) que si la distance maximale est de $Z_T(@10keV)/4$, il ne faudra pas non plus trop se rapprocher du réseau sous peine de perdre en contraste de franges aux plus hautes énergies. Par conséquent nous limitons le domaine de variation du premier paramètre d'optimisation, à savoir la distance entre le réseau et la détection entre $[0, Z_T(@10keV)/4]$, ce qui correspond pour un réseau de période $6\mu m$ à une distance de $[0, 14, 5cm]$.

L'hypothèse de comportement diffractif constant du réseau sur l'ensemble de la gamme spectrale est non conforme au phénomène physique réel. Il faut tenir compte de l'évolution des propriétés du matériau utilisé sur la gamme de rayonnement. Nous avons vu au chapitre 2 que les décrets d'indice de réfraction δ_ω sur la figure 2.6 sont des fonctions décroissantes de l'énergie sur 10-100keV. Par conséquent, l'accord du réseau sur l'ensemble de la bande spectrale sera naturellement inférieur ou égal à l'accord en début de bande. D'autre part, la figure 3.31 a) du chapitre 3 représentant la dépendance de l'amplitude de $V_{1,1}^{\frac{\pi}{2}}(z)$ en fonction de l'accord du réseau, montre que l'amplitude de l'harmonique s'annule pour un déphasage de π ; ainsi, le déphasage du réseau à 10keV doit être inférieur à cette valeur de π définissant selon le matériau utilisé la hauteur maximale des plots du damier. Ceci délimite alors le domaine de recherche de la configuration interférométrique permettant le repliement spectral des performances de mesures à une gamme d'accord de phase des plots du damier diffractant tel que $\varphi(@10keV) < \pi$. Les réseaux que nous avons utilisés dans cette thèse sont en or; nous calculons par conséquent une hauteur maximale des plots du damier de $2, 13\mu m$.

Nous avons donc limité le domaine de recherche de cette position de minimisation de l'écart de mesure entre les énergies, ou comme nous l'appelons, d'achromatisation des performances. Il est désormais nécessaire de compléter le modèle de diffraction en tenant compte de l'impact du traitement numérique pour trouver une fonction de mérite permettant d'affiner le choix de ces deux paramètres fondamentaux.

5.1.2 Fonction de mérite

Avant de détailler la fonction de mérite nécessaire à l'optimisation de l'instrument, nous allons spécifier le critère que nous chercherons à minimiser. Cet instrument est destiné principalement à la métrologie de front d'onde d'optiques X, et nous souhaitons pouvoir vérifier si elles sont limitées par la diffraction. Par conséquent, nous cherchons à mesurer des défauts résiduels très faibles. Notre critère à minimiser sera donc le bruit de mesure de l'instrument sans échantillon, que l'on obtiendra par différenciation de deux mesures successives prises dans les mêmes conditions de mesure, soit une mesure de répétabilité de l'instrument. Les dérivées seront alors extraites d'un interférogramme de référence et de mesure pris à des temps très proches, de sorte à pouvoir faire l'hypothèse que les conditions de mesure n'ont pas évoluées entre les deux interférogrammes. La valeur de répétabilité sera alors calculée comme l'écart-type du bruit sur l'ensemble de la surface d'onde reconstruite. Rappelons que les miroirs limités par la diffraction en incidence rasante imposent des écart-types sur le front d'onde de l'ordre du picomètre RMS. Notre répétabilité en présence de bruit doit donc être optimisée de sorte à atteindre des valeurs sub-picométriques, de l'ordre de quelques dixième de picomètres RMS.

Désormais, nous allons à partir des équations de diffraction, de démodulation et d'intégration, présenter une fonction de mérite adaptée à notre besoin. Afin de mieux envisager le contexte de cette optimisation, nous avons schématisé sur la figure 5.2 l'ensemble des briques élémentaires constitutives de l'instrument et des traitements numériques associés.

La génération des interférogrammes dépend essentiellement des paramètres (φ, t) du réseau de diffraction et de la distance de propagation à la détection. La seconde partie de la chaîne de mesure correspond à la détection des franges d'interférences ; celles-ci sont filtrées par l'ensemble des éléments de la détection indirecte, le scintillateur, l'optique de reprise et la caméra. Dans notre modélisation, c'est après l'acquisition que nous introduirons le modèle de bruit correspondant à l'instrument et aux conditions de mesure. Puis viennent les opérations numériques de traitement des interférogrammes avec la démodulation et l'intégration des dérivées extraites. De cette façon, nous rendrons compte du filtrage imposé par la détection qui convertit le signal interférométrique continu en signal numérique discret, ainsi que de celui réalisé par le processus de démodulation et notamment le filtrage spectral des harmoniques. Enfin, il sera nécessaire de pouvoir faire le lien entre l'erreur des dérivées et l'erreur sur la surface d'onde reconstruite. Ce faisant, à partir de la modulation interférométrique simulée, nous récupérerons la valeur de répétabilité en sortie de chaîne de mesure de sorte à pouvoir déterminer de façon quantitative le meilleur jeu de paramètres pour un modèle de bruit donné.

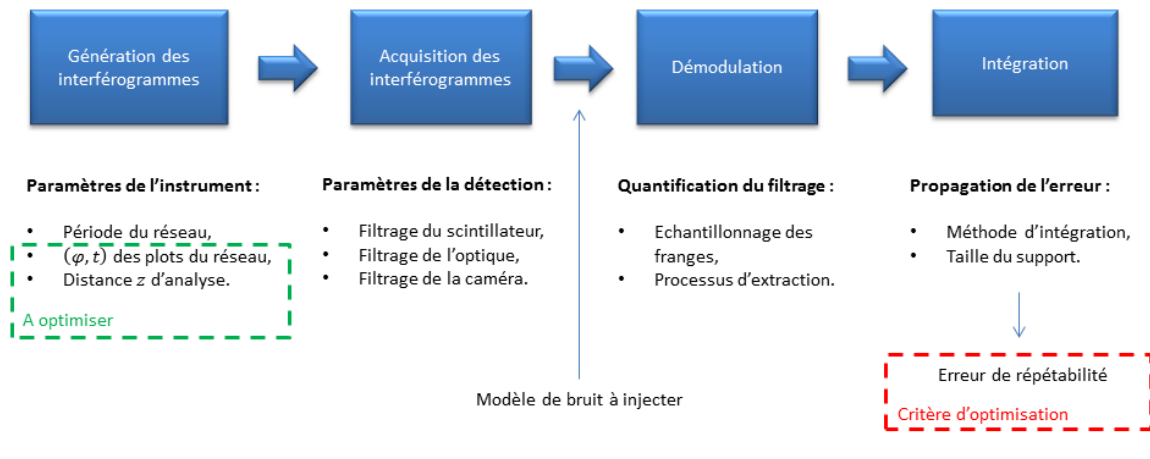


FIGURE 5.2: Modélisation de la chaîne de mesure.

Commençons par le modèle de bruit et ses différentes sources qui interviennent à chaque étape de traitement des interférogrammes. Nous noterons σ_{acq}^2 la variance du bruit associée à l'acquisition des interférogrammes, σ_{demod}^2 celle associée à la démodulation, σ_{int}^2 celle associée à l'intégration et enfin σ_{div}^2 celle associée à diverses autres sources de bruit. Nous ferons l'hypothèse que les différentes sources d'erreurs sont indépendantes les unes des autres. Ainsi la variance de l'erreur totale de mesure, notée σ^2 , s'écrit comme la somme des variances de chaque source :

$$\sigma^2 = \sigma_{acq}^2 + \sigma_{demod}^2 + \sigma_{int}^2 + \sigma_{div}^2 \quad (5.1)$$

Grâce à la procédure de conditionnement WASP, nous nous affranchissons des artéfacts de Gibbs liés à la gestion de support. De plus, dans le cas de notre critère d'optimisation sur un bruit blanc, il n'y aura pas d'oscillations de Gibbs liées à une discontinuité de l'échantillon, puisque le bruit sera modélisé spatialement de façon uniforme. Nous considérerons alors que la source de bruit issue de la démodulation est négligeable, et $\sigma_{demod} = 0$.

Quant au bruit généré par les artéfacts d'intégration, nous considérerons qu'il est également négligeable, $\sigma_{int} \approx 0$, car nous avons vu au chapitre précédent, à la fois pour l'intégration Fourier avec antisymétrisation, que pour l'intégration itérative Southwell, qu'il était

possible de reconstruire des fronts d'onde avec des erreurs résiduelles à moins d'un facteur 1000 en dessous de l'aberration initiale.

Le terme σ_{div}^2 correspond aux diverses autres sources de bruit, les variations de positions ou orientations des éléments du banc interférométrique. Une fois la structure mécanique de l'ensemble du diagnostic étudiée et conçue, ces sources d'erreurs devraient être minimisées ; nous n'en tiendrons donc pas compte dans la suite.

Reste le terme de bruit généré lors de l'acquisition du signal. Il est lié à la détection et se décompose lui-même en trois sources différentes : le bruit de photons du rayonnement visible issu de la fluorescence du YAG acquis par la caméra ; le bruit de photons du rayonnement X qui traverse l'ensemble du système optique jusqu'à impacter la caméra ; et le bruit de la caméra. Celui-ci se décompose selon les bruits de lecture et de numérisation du signal (sur 14bits), négligeables devant le bruit thermique de la caméra. Il est faible car la caméra est refroidie (courant d'obscurité de l'ordre de $0,07e^{-}/pixel/s @0^{\circ}C$), et sera considéré négligeable devant le bruit de photons visibles. Dans la mesure où nous verrons que le système optique sera protégé contre le rayonnement X, nous ne tiendrons pas compte du bruit de photons X.

Ainsi le bruit de l'instrument se résume à un bruit en $\sqrt{Nb_{photons}}$, avec $Nb_{photons}$ le nombre de photons arrivant sur la caméra. Nos franges étant échantillonnées avec très peu de pixels, nous considérerons qu'il n'y a pas de différence de bruit localement entre une frange "noire" et une frange "blanche" et que ce bruit peut alors s'estimer à partir de la moyenne de niveaux de gris de la caméra. En expérience, malgré les différences de flux auxquelles nous pouvons nous attendre entre les différentes énergies (liées au rendement du YAG, à l'impact de la transmission du substrat du réseau), nous essayerons dans la mesure du possible de nous placer à un même niveau moyen d'intensité pour chaque prise de mesure. Ainsi, le bruit sera considéré uniforme sur l'ensemble de l'image et constant sur la bande spectrale de mesure.

Ce bruit ajouté sur les interférogrammes se retrouve directement dans le plan Fourier, par propriété de la formule de Parseval, qui stipule que la densité spectrale de bruit dans l'espace réel se conserve dans l'espace de Fourier. Pour un bruit blanc uniforme spatialement celui-ci se retrouve sur l'ensemble du plan Fourier, et au cours de la démodulation, le bruit codé sur le support de chaque harmonique est également extrait. Le bruit des dérivées est dépendant de la taille de support d'extraction et également du filtrage d'apodisation utilisé si c'est le cas. Empiriquement, nous constatons que l'écart-type du bruit des dérivées est lié à celui du bruit de l'interférogramme σ et à l'amplitude des harmoniques de travail $V_{1,1}$ par la relation suivante 5.2 dans le cas de l'extraction de l'harmonique $H_{1,1}$:

$$\sigma_{\frac{\partial W}{\partial x'}}(z) = \frac{p}{2\pi\sqrt{2}z} \sqrt{\left(\frac{\sigma}{V_{1,1}^{ref}(z)}\right)^2 + \left(\frac{\sigma}{V_{1,1}^{ech}(z)}\right)^2} \cdot F_{filtrages} \quad (5.2)$$

Nous retrouvons ainsi le bras de levier de la dérivée $\frac{p}{2\pi\sqrt{2}z}$ et la racine de la somme quadratique de la contribution de l'interférogramme de référence et de l'interférogramme avec échantillon. Dans le cas d'une mesure de répétabilité, ces deux interférogrammes sont pris dans les mêmes conditions. Seule la distribution de bruit aléatoire est différente, puisqu'ils sont pris à deux instants différents. Cette expression est donnée ici pour la dérivée extraite de l'harmonique $H_{1,1}$, mais peut être étendue à toute harmonique $H_{m,n}$ en remplaçant le terme de bras de levier par $\frac{p}{2\pi\sqrt{m^2+n^2}z}$. Enfin, cette expression a été pondérée par un terme

de filtrage. Il correspond au produit de deux fonctions : la première correspond au filtrage du système de détection complet F_{sys} , et le second est lié à l'apodisation utilisée lors de l'extraction F_{apod} .

La première de ces deux fonctions est en fait la fonction de transfert du système de détection, produit de la fonction de transfert de modulation optique (FTM) et de celle de la matrice CCD. La fonction de transfert de modulation s'exprime en une dimension :

$$FTM(\nu_x, \nu_y) = \frac{2}{\pi} \left(\arccos\left(\frac{\sqrt{\nu_x^2 + \nu_y^2}}{\nu_c}\right) - \frac{\sqrt{\nu_x^2 + \nu_y^2}}{\nu_c} \sqrt{1 - \left(\frac{\sqrt{\nu_x^2 + \nu_y^2}}{\nu_c}\right)^2} \right) \quad (5.3)$$

Avec \arccos la fonction réciproque de la fonction \cos et $\nu_c = \frac{2ON}{\lambda}$, la fréquence de coupure optique dépendant de l'ouverture numérique ON du système optique et de la longueur d'onde λ . Cette fonction de filtrage, telle que décrite mathématiquement par l'équation 5.3, est de révolution et correspond à l'expression de la fonction de transfert de modulation d'un système optique limité par la diffraction. Elle ne rend pas compte des aberrations du système optique qui peuvent dégrader les performances d'imagerie de la chaîne de détection complète. Il faudrait rajouter une fonction de pondération sur le profil de la fonction pour rendre compte des aberrations optiques du système, mais dans notre cas nous considérerons que les objectifs sont corrigés et en limite de diffraction. Ce point est important, car si le système optique est de mauvaise qualité, les franges conjuguées du scintillateur sur la matrice CCD auront un contraste dégradé ce qui affectera la qualité de la mesure.

Concernant la fonction de filtrage de la caméra, il s'agit de la transformée de Fourier de la forme du pixel de la matrice CCD. Nous ferons l'hypothèse que dans le cas de notre détection, la matrice est constituée de pixels adjacents carrés avec un taux de remplissage de 1 ; de cette façon, la fonction de transfert caméra est la transformée de Fourier d'un pixel carré, *i.e.* un sinus cardinal dont la première annulation se produit au double de la fréquence de Nyquist.

$$FT_{cam}(\nu_x, \nu_y) = \text{sinc}\left(\frac{\nu_x}{2\nu_{Nyq}}\right) \times \text{sinc}\left(\frac{\nu_y}{2\nu_{Nyq}}\right) \quad (5.4)$$

Nous pouvons alors distinguer plusieurs cas. Soit la fonction de transfert optique a une fréquence de coupure plus faible que la fréquence de Nyquist, ainsi l'optique limite la qualité d'imagerie ; soit la fréquence de coupure optique est rejetée au-delà de la fréquence de Nyquist, ce qui permet de limiter le filtrage des harmoniques mais favorise le repliement spectral des harmoniques de plus hautes fréquences. Nous illustrerons ce point dans la partie suivante.

Dans l'espace de Fourier, ces deux filtrages dépendent de la fréquence, et donc, le filtrage des harmoniques de travail dépend de leur position. Plus elles sont rapprochées de la fréquence centrale nulle, plus ce filtrage est réduit. En revanche, plus elles s'éloignent de cette fréquence centrale, plus le filtrage est fort. C'est ce que nous pouvons constater sur la figure 5.3, où nous avons représenté la fonction de transfert caméra, la fonction de transfert de modulation et leur produit. La fonction de transfert de modulation est évaluée à une longueur d'onde de $550nm$ pour une ouverture numérique $ON = 0,21$ (cas de l'objectif $\times 7,5$ de microscopie apochromatique de Mitutoyo). De plus la courbe de fonction de transfert

de détection ne s'annule pas à la fréquence de Nyquist ce qui laisse une possible zone de repliement spectral pour les harmoniques de plus hautes fréquences, phénomène que nous mettrons en évidence expérimentalement dans la suite en fonction du grandissement de l'objectif.

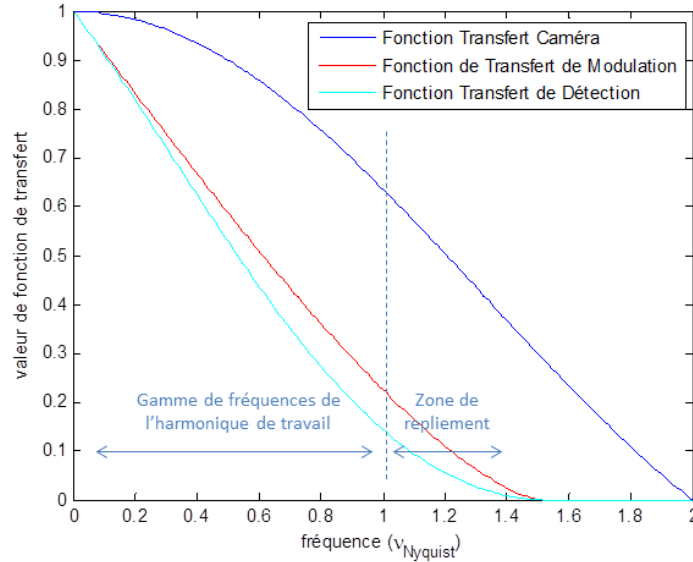


FIGURE 5.3: Fonction de transfert de la détection produit de la fonction de transfert de la caméra et de la fonction de transfert de modulation optique.

Enfin, le filtrage associé à l'extraction des harmoniques a été évalué numériquement à partir de la simulation d'une image de bruit blanc uniforme, d'écart type constant 1 et de moyenne nulle, en fonction de la taille de l'image $N \times N$ et de la largeur de la fenêtre d'extraction dans l'espace de Fourier. La mesure de l'écart-type du bruit dans l'espace réel après transformée de Fourier inverse, donne alors directement l'impact d'une telle opération sur la valeur de l'écart-type de bruit. Pour une extraction sans apodisation, la fonction de filtrage correspond à l'équation 5.5, avec N la taille de l'image et l_h la demi-largeur de la fenêtre d'extraction.

$$F_{\text{extraction}} = \frac{2l_h}{N} = \text{constante} \quad (5.5)$$

Nous utiliserons cette équation pour notre modèle, car pour les applications de métrologie, l'apodisation n'est pas nécessaire. En effet, les seules discontinuités présentes dans ce cas sont celles associées aux bords de pupille du front d'onde analysé et sont gérées par l'algorithme WASP.

La fonction de filtrage globale s'écrit alors comme le produit de ces trois fonctions sachant que les fonctions $FTM(\nu_x, \nu_y)$ et $FT_{\text{cam}}(\nu_x, \nu_y)$ sont évaluées à la position fréquentielle de l'harmonique d'intérêt, ici $H_{1,1}$ en $(\nu_x, \nu_y) = (\nu_p, \nu_p) = (\frac{1}{p}, \frac{1}{p})$.

$$F_{\text{filtrage}} = FTM(\sqrt{2}\nu_p) \times FT_{\text{cam}}(\nu_p, \nu_p) \times F_{\text{extraction}} \quad (5.6)$$

La dernière étape à inclure pour finaliser le modèle correspond à la propagation du bruit des dérivées au bruit sur la surface d'onde. A partir des équations formulées dans la littérature (FREISCHLAD et KOLIOPOULOS, 1986), nous pouvons écrire ce lien dans le cas d'une

reconstruction au sens des moindres carrés en faisant l'hypothèse que l'écart-type de bruit sur les deux dérivées est identique ; $\sigma_{\frac{\partial W}{\partial x'}} = \sigma_{\frac{\partial W}{\partial y'}} = \sigma_g$, avec l'indice g pour le terme générique gradient.

$$\sigma_{SO} = \sigma_g \left(\sqrt{2,5 + \frac{\pi}{2} \ln(N)} \right) 2\pi x \quad (5.7)$$

Dans la littérature, les calculs sont effectués le plus souvent pour des tableaux numériques sans unité pour des fréquences comprises entre $[-1, 1]$. Notre intégration, elle, est effectuée entre $[-\nu_{Nyq}, \nu_{Nyq}]$ ce qui explique le terme d'homogénéisation de l'équation, $\frac{1}{\nu_{Nyq}} = 2\pi x$. Enfin, nous avons montré que la reconstruction par moindres carrés et par méthode Ghiglia sont équivalentes, par conséquent nous utiliserons cette formule dans notre cas. Celle-ci démontre une légère dépendance de ce facteur de propagation de l'erreur avec la taille N des images de dérivées. Mais pour des tailles de matrices usuelles entre 512×512 et 2048×2048 pixels, ce facteur peut-être considéré constant, de l'ordre de $3,65(2\pi x)$.

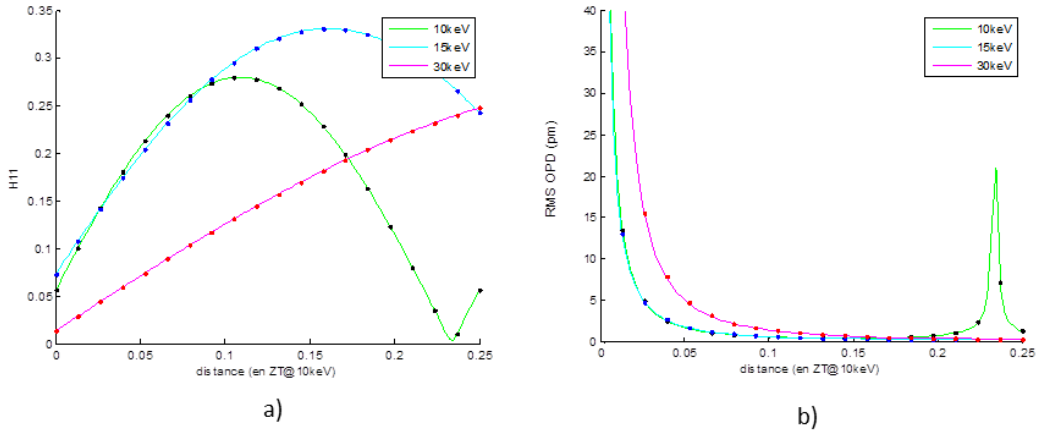


FIGURE 5.4: Équations du modèle dans le cas d'un réseau en or pour des plots d'épaisseur $1,5\mu m$ pour les énergies de 10, 15 et $30keV$. Un bruit blanc uniforme d'amplitude arbitraire constante (0, 1) a été ajouté sur l'interférogramme généré de dimension 512×512 . a) Comportement de l'amplitude de l'harmonique $H_{1,1}$, b) Évolution de la répétabilité, écart-type du front d'onde reconstruit par intégration Ghiglia. Les points représentent la simulation, et les traits pleins le modèle.

Le modèle tient alors compte de la diffraction du réseau, de la détection et des traitements numériques. Nous allons le vérifier dans un premier temps numériquement à partir de la simulation d'interférogrammes de dimension 512×512 pixels, avec 6 pixels par période de réseau et générés par un réseau en or, dont les plots sont d'épaisseur $1,5\mu m$. La simulation a été effectuée pour trois énergies (10, 15 et $30keV$), en tenant compte des valeurs des β_ω et δ_ω de l'or. Les résultats simulés sont représentés en points de couleurs sur la figure 5.4, et les équations du modèle en trait plein. La figure a) représente l'évolution de l'harmonique $H_{1,1}$ en fonction de la distance pour ces trois énergies, et la figure b) représente l'évolution de la répétabilité obtenue en fin de chaîne de mesure. L'étude a été effectuée sur une gamme de distances de 0 à $Z_T(@10keV)/4$. Les résultats de simulation suivent parfaitement le modèle mathématique pour les trois énergies, et nous constatons bien à $10keV$ que la chute de l'amplitude de l'harmonique $H_{1,1}$ est corrélée à l'augmentation de la répétabilité. On observe alors un pic sur cette dernière à la position d'annulation de l'amplitude de $H_{1,1}$.

5.1.3 Optimisation et achromatisation des performances

En combinant les équations régissant l'écart-type des dérivées 5.2 et la propagation de l'erreur des dérivées au front d'onde 5.7, nous obtenons une équation complète permettant de tenir compte de la totalité de la chaîne de mesure et d'optimiser le réseau de diffraction à partir du critère de répétabilité. Afin de présenter des valeurs de répétabilité simulées cohérentes avec celles obtenues expérimentalement dans le chapitre suivant, nous avons fixé une amplitude de bruit constante d'une valeur de 0,015 recalée sur les mesures. En effet, la valeur de ce paramètre dépend de beaucoup de facteurs, et plutôt que de vouloir prédire la valeur directement nous choisissons de nous recaler sur l'expérience. Le modèle global ne perd pas de son intérêt pour autant.

L'intérêt de ce modèle est alors de pouvoir réaliser une optimisation à une seule variable : l'épaisseur des plots du réseau. En effet, celle-ci conditionne totalement le déphasage et la transmission en fonction du matériau utilisé pour le réseau de diffraction. Nous venons aussi dans la première partie de ce chapitre de restreindre le domaine de variation des paramètres de phase et de distance entre réseau et détection. La distance d'optimisation sera toujours inférieure à $Z_T(@10keV)/4 = 14,5cm$ pour un réseau de période $6\mu m$. Le déphasage des plots doit être inférieur à π ce qui limite l'épaisseur des plots à $2,13\mu m$ d'or. L'objectif de l'optimisation est alors de limiter l'écart sur la bande spectrale entre les répétabilités obtenues pour chaque énergie.

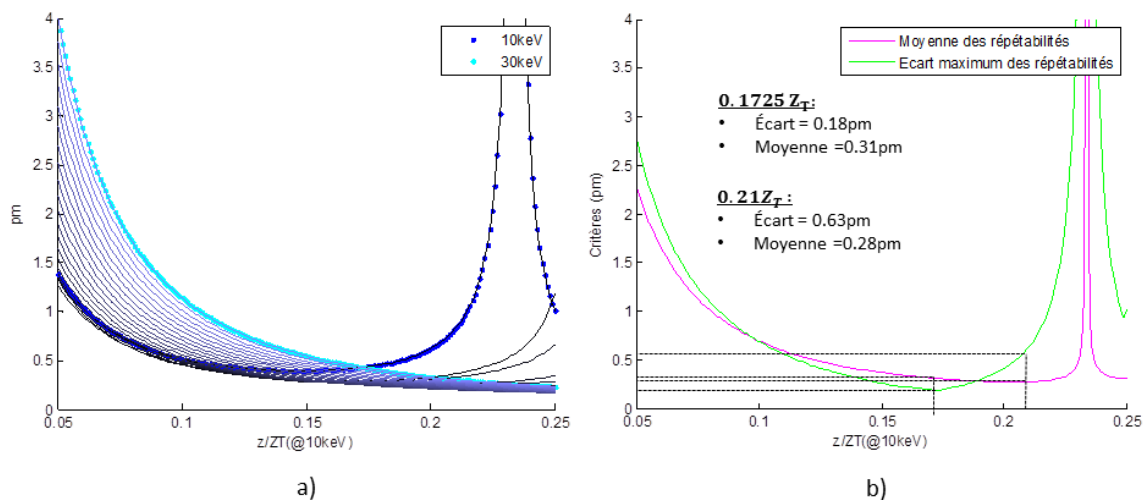


FIGURE 5.5: a) Évolution des répétabilités de 10 à 30 keV pour un réseau d'épaisseur $1,5\mu m$. Le code couleur est tel que l'énergie diminue avec une couleur bleue qui se foncé. Les points cyan soulignent l'énergie à 30 keV et les points bleus foncés celle à 10 keV. b) Calcul de deux critères d'optimisation, la courbe verte décrit le critère d'écart maximum des répétabilités sur la bande spectrale et la courbe magenta le critère de moyenne des répétabilités sur toute la bande. Les minima de ces deux courbes ne se correspondent pas. Dans le cas de l'écart des répétabilités, le minimum est atteint en $0,1725Z_T$, et dans le cas de la moyenne en $0,21Z_T$.

La figure 5.5 a) représente l'ensemble des courbes de répétabilité du modèle à chaque énergie de 10 à 30 keV, en fonction de la distance de propagation z pour un réseau d'or dont les plots mesurent $1,5\mu m$ de haut. Les courbes bleues vont des tons les plus foncés aux plus clairs pour des valeurs d'énergies croissantes. La courbe à 10 keV est marquée également de

points de couleur bleu foncé et celle à $30keV$ par des points de couleur bleu clair. La seconde décroît de façon monotone sur la gamme de distance représentée alors que la première remonte à la position de minimum de l'amplitude de l'harmonique $H_{1,1}$. Sur la figure b) nous avons également représenté l'évolution avec z de l'écart de répétabilité et de la moyenne des répétabilités. Nous voyons que le meilleur critère d'optimisation pour notre besoin correspond à la minimisation de l'écart maximum des répétabilités sur toute la bande spectrale, et non à la minimisation de la moyenne des répétabilités. Le premier critère est minimum à une distance $\sim 0,1725Z_T(@10keV) = 10cm$, alors que le second est minimum autour de $\sim 0,21Z_T = 12,2cm$. Ces deux minima ne se correspondent pas et la position du minimum de la moyenne des répétabilités introduit de trop grands écarts de performances de mesure entre les hautes et les basses énergies. À cette position, la moyenne sur la bande spectrale est minimale ($0,28pm RMS$), mais les écarts entre la meilleure répétabilité et la moins bonne sont de l'ordre de $0,63pm RMS$. En revanche à la position de minimisation de l'écart, ce dernier est de l'ordre de $0,18pm RMS$ pour des répétabilités comprises entre $0,43$ et $0,25pm RMS$, et la moyenne des répétabilités sur la bande vaut $0,31pm RMS$. Nous choisirons donc ce critère pour l'optimisation du réseau de diffraction, car celui-ci homogénéise davantage les performances entre les énergies.

Il est intéressant de remarquer que ce point de fonctionnement se trouve au point de croisement de la répétabilité de l'énergie la plus basse avec celle de l'énergie la plus haute. Ceci n'est pas une coïncidence ; en effet, pour une hypothèse de bruit constant sur l'ensemble de la bande spectrale et pour une même distance de propagation, seule l'amplitude de l'harmonique $H_{1,1}$ change en fonction de l'interaction du rayonnement avec la matière du réseau (déphasage, transmission). Sur la figure 5.4 a) représentant l'évolution de cette amplitude pour le réseau de $1,5\mu m$ d'or, on constate que le croisement des amplitudes à 10 et $30keV$ se fait bien autour de $0,1725Z_T$. A cette position, l'ensemble des répétabilités des énergies comprises entre ces deux bornes est inférieure à celles en bord de bande spectrale.

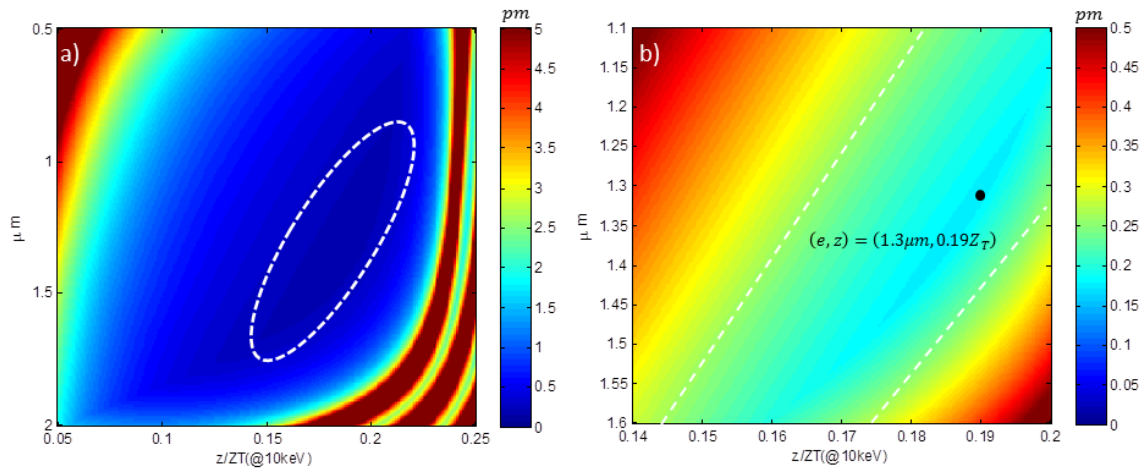


FIGURE 5.6: Optimisation du réseau or, évolution du critère d'écart des répétabilités sur la bande spectrale 10-30keV, a) Pour des épaisseurs entre $[0, 5; 2]\mu m$ et des distances entre $[0, 05; 0, 25]Z_T(@10keV)$, b) Pour des épaisseurs entre $[1, 1; 1, 6]\mu m$ et des distances entre $[0, 14; 0, 2]Z_T(@10keV)$.

Concernant désormais l'optimisation de l'épaisseur du réseau, nous représentons sur la figure 5.6 les valeurs de la fonction d'écart maximum des répétabilités sur la bande 10-30keV en fonction de l'épaisseur des plots du réseau et de la distance d'analyse du réseau à la détection. les paramètres variables ont été calculés entre $[0, 5; 2]\mu m$ pour l'épaisseur et entre

$[0, 05; 0, 25]Z_T(@10keV)$, ce qui correspond à des distances comprises entre $[2, 9; 14, 5]cm$, en 200 points pour chaque paramètres. Un échantillonnage plus précis a été effectué dans un second temps entre $[1, 1; 1, 6]\mu m$ d'épaisseur et $[0, 14; 0, 2]Z_T(@10keV)$, soit $[8, 1; 11, 6]cm$, toujours en 200 points [5.6 b)].

Le minimum global du critère d'écart maximum en répétabilité sur la bande spectrale est obtenu pour le couple $(e, z) = (1, 3\mu m, 0, 19Z_T) = (1, 3\mu m, 11cm)$ et correspond à une valeur d'écart de $0, 176\mu m RMS$. Si nous représentons, pour ce couple de variables optimisées, l'évolution de la répétabilité en fonction de l'énergie comme sur la figure 5.7, nous observons alors que les bords de bande spectrale sont au même niveau de répétabilité ($0, 406\mu m RMS$) et que l'ensemble des autres répétabilités calculées sont inférieures à cette valeur. Le minimum de répétabilité est obtenu pour $\sim 17keV$ et a une valeur de $0, 23\mu m RMS$. Nous rappelons que les valeurs réelles de ces répétabilités dépendent fortement du bruit expérimental et qu'elles sont données ici à titre indicatif. Ce régime de repliement spectral correspond à une achromatisation (non au sens rigoureux du terme) des performances du système de mesure.

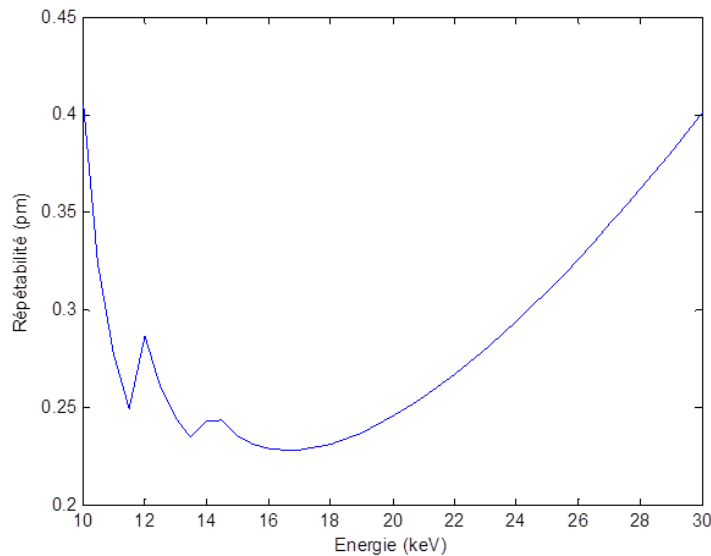


FIGURE 5.7: Achromatisation des performances de mesure de l'interféromètre pour le couple de paramètres optimisés $(e, z) = (1, 3\mu m, 0, 19Z_T) = (1, 3\mu m, 11cm)$.

Nous ferons remarquer que la figure d'optimisation du critère 5.6 b) démontre que, même si un minimum global existe, il y a une certaine souplesse de variation des paramètres d'accord du réseau et de distance entre réseau et détection. En effet, l'ensemble des configurations représentées entre les traits pointillés blancs assure un écart de répétabilité inférieur à $0, 25\mu m RMS$, valeur proche de l'optimum à $0, 176\mu m RMS$ tout en permettant un positionnement du réseau sur une distance de l'ordre de $0, 03Z_T = 1, 7cm$ pour des accords allant de $1, 1$ à $1, 6\mu m$. Ceci permet ainsi de laisser une tolérance assez souple sur la réalisation du réseau et notamment sur son épaisseur, paramètre que l'on pourra rattraper avec la distance du réseau à la détection.

5.2 Instrumentation de l'interféromètre

Nous allons détailler, dans cette section, l'architecture instrumentale du banc interférométrique de la ligne Métrologie mis en place au cours de ces travaux de thèse. Sa structure modulaire a beaucoup évolué en fonction des choix instrumentaux et de leur validation. L'objectif a été de développer une architecture robuste afin de permettre la calibration absolue de l'instrument sur la ligne, et assurer le maintien de cette calibration dans le temps. Le banc présenté dans cette partie ne correspond pas à l'instrument final ; en effet, au moment de la rédaction du manuscrit, la conception de la structure mécanique de l'interféromètre était encore à l'étude.

Nous détaillerons la fabrication des réseaux de diffraction en collaboration avec Thales R&T. Nous décrirons également le système de détection indirecte et reviendrons sur les problématiques d'échantillonnage des modulations. Enfin, nous finirons par les problématiques de protection des éléments de la chaîne de détection face au rayonnement X durs.

5.2.1 Développement des réseaux X

Au cours de la thèse, nous avons eu l'occasion de travailler en étroite collaboration avec Fayçal Bouamrane de l'unité mixte de physique CNRS/Thales R&T pour la réalisation des réseaux de diffraction. Nous présenterons ici le principe général de réalisation des réseaux, ainsi que les moyens de test et d'analyse des structures.

Les structures sont réalisées en salle blanche, en conjuguant deux procédés complémentaires, la lithographie UV et la croissance électrolytique d'or. Certaines structures diffractantes sont réalisées à partir d'un procédé LIGA (RöntgenLithographie, Galvanoformung, Abformung) en rayons X (BACKER et al., 1982) lorsque des rapports d'aspects élevés des microstructures sont requis (plots de plusieurs dizaines de microns de hauteur sur quelques microns de période). Ces épaisseurs très élevées sont en général nécessaires pour une absorption totale du rayonnement dans le cas du masque de lecture de l'architecture interférométrique à deux réseaux. Dans notre cas, les épaisseurs typiques des plots de réseaux de diffraction sont de l'ordre de quelques microns. Notamment, le réseau que nous venons d'optimiser dans la section précédente correspond à de faibles rapports d'aspects, avec une hauteur de $1,3\mu\text{m}$ des plots du damier sur une base carrée de $3 \times 3\mu\text{m}^2$, le facteur d'aspect est alors bien inférieur à 1. La lithographie UV est donc un outil de gravure tout à fait adapté à notre besoin. Le processus de fabrication est illustré sur la figure 5.8 et nous décrirons brièvement par la suite ses étapes principales :

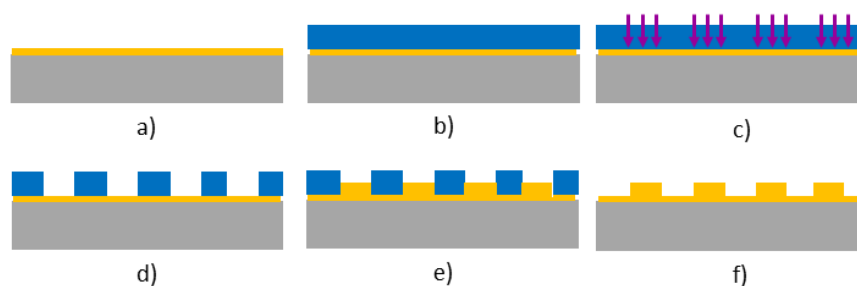


FIGURE 5.8: Processus de fabrication des réseaux, a) Pulvérisation cathodique d'une fine couche d'accroche en titane/or de 25 à 60nm, b) Dépôt de résine d'une épaisseur de quelques microns, c) Insolation UV de la résine, d) Révélation de la résine, e) Dépôt d'or par électrocroissance, f) Élimination de la résine.

La première étape consiste à déposer par méthode de pulvérisation cathodique une fine couche d'accroche conductrice, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, d'un mélange titane/or sur l'ensemble du substrat. S'en suit le dépôt d'une couche de résine d'une épaisseur typique de 3 à $5\mu\text{m}$ pour des structures finales en or de l'ordre de 1 à $3\mu\text{m}$ de haut. La troisième étape correspond à l'insolation UV de la résine à travers un masque de chrome, permettant l'écriture de la structure bi-dimensionnelle en damier dans la résine. L'étape suivante consiste en la révélation des microstructures ; dans le cas de résines positives, la zone insolée est dissoute ; dans le cas de résines négatives, c'est le complémentaire de l'insolation qui est dissout. L'avant-dernière étape de croissance de l'or à l'intérieur du masque de résine se fait par croissance électrolytique dans des bains d'or en solution chauffés. Le substrat conducteur est alors placé entre une anode et une cathode, et une différence de potentiel est appliquée de sorte à générer un courant en solution et donc un déplacement des porteurs de charges. Les ions or se déposent ainsi sur les zones conductrices de la couche d'accroche en titane/or du substrat, à l'intérieur du masque de résine. A courant constant dans le circuit, la hauteur des structures d'or dépend alors du temps de plonge dans le bain électrolytique. Enfin, dans une dernière étape, la résine est enlevée dans un solvant. Dans le cas d'une résine négative, une attaque plasma d'oxygène argon à 140° est utilisée en complément de l'action du solvant.

L'ensemble des réseaux de diffraction utilisés dans cette thèse ont été réalisés selon la structure schématisée sur la figure 5.9. Le damier est bi-périodique de période $6\mu\text{m}$ dans les deux dimensions, et chaque dame d'or symbolisée en jaune sur la figure repose sur une base carrée de $3 \times 3\mu\text{m}^2$. La surface diffractante mesure $5 \times 5\mu\text{m}^2$, et une croix de référence dont les branches mesurent chacune $100\mu\text{m}$ de long a été insérée au centre du réseau à 45° du damier. Cette croix sera nécessaire en procédure de mesure pour se replacer dans les mêmes conditions d'éclairement entre prise de référence et mesure d'un échantillon, procédure que nous décrirons dans le chapitre suivant pour la métrologie d'optiques X. Elle permet également de se repérer dans le réseau de diffraction.

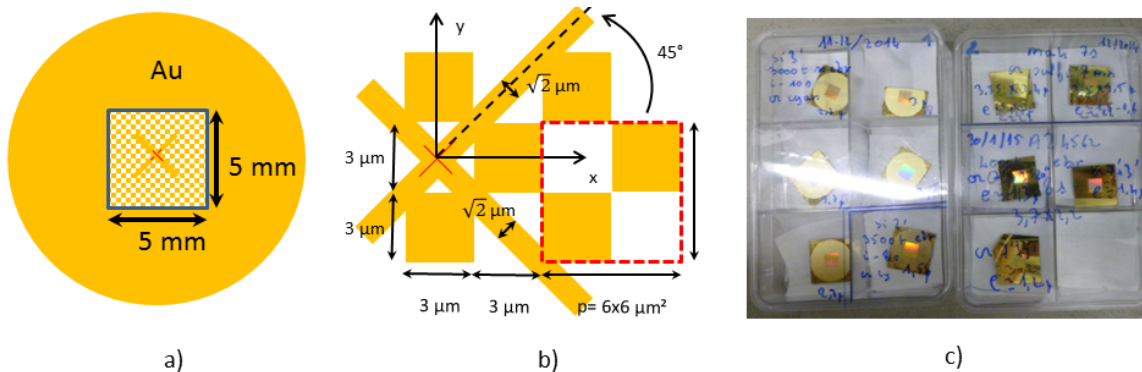


FIGURE 5.9: Schéma du réseau de diffraction, a) Vue d'ensemble (non à l'échelle), la surface diffractante est de $5 \times 5\text{mm}^2$, b) Zoom sur la croix de référence au centre du réseau, c) Deux lots de réalisations de réseaux en damier sur substrat silicium.

De multiples paramètres ici influent sur la qualité des structures finales et peuvent alors être optimisés. Le premier correspond au substrat : il doit être conducteur et de qualité de surface convenable. Au cours de cette thèse nous avons travaillé sur trois types de substrats différents, le graphite, le silicium et le diamant. Idéalement, ce substrat doit être le moins absorbant possible ; en effet, un substrat épais limite le flux de photons X transmis par le

réseau, et, par voie de conséquence, le flux de photons visibles collecté par la détection après conversion du rayonnement X en rayonnement visible. Le rapport signal sur bruit des interférogrammes est alors limité, puisque nous avons estimé que la source principale de bruit du banc interférométrique était le bruit de photons. L'absorption du substrat dépend alors de deux facteurs : les propriétés intrinsèques du matériau (fonction β_ω) et l'épaisseur de celui-ci. Un matériau très transparent dans le domaine des rayons X est le carbone. Nous avons alors essayé de travailler sur des substrats de graphite, qui avec la forme diamant sont parmi les allotropes du carbone, le diamant étant la forme cristalline la plus pure.

Malheureusement, du fait de sa structure interne moins ordonnée que celle du diamant, le graphite diffuse davantage les rayons X, ce qui atténue très fortement le contraste des franges. Nous représentons sur la figure 5.10, les interférogrammes acquis à $18keV$ à trois distances, 1, 6 et $11cm$ d'un réseau de diffraction déposé sur graphite. Les images 200×200 pixels ont été tronquées d'interférogrammes 2048×2048 pixels en laissant la croix de référence en haut à gauche de l'image. L'échantillonnage des franges était ici de 10 pixels par période de réseau de façon à pouvoir bien les observer dans l'espace réel. Les temps d'acquisition sont identiques pour chaque image de sorte à pouvoir faire une comparaison directe des franges. Enfin, à $18keV$ la première annulation de contraste se trouve à environ $26cm$, nous pouvons alors considérer que la chute de contraste observée n'est ici pas liée à la diffraction du réseau, mais à la diffusion du substrat. Nous constatons qu'après seulement quelques centimètres de propagation les franges sont inexploitables.

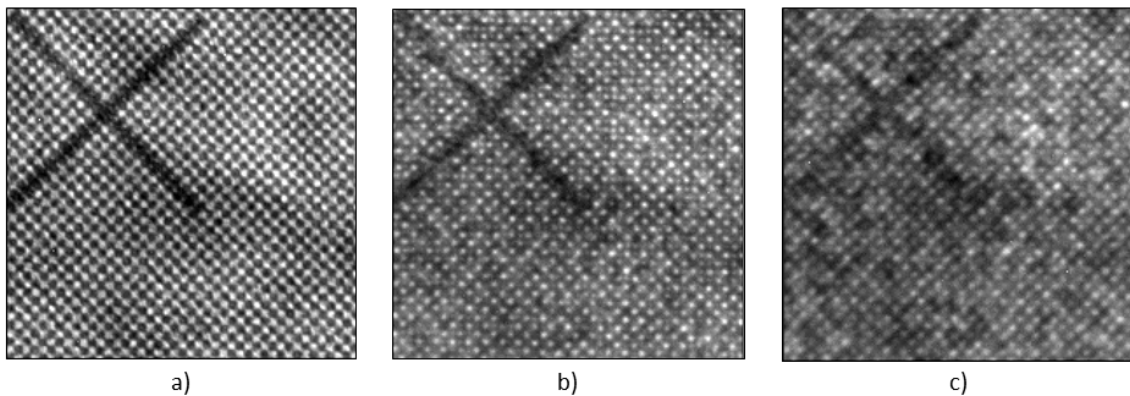


FIGURE 5.10: Impact du substrat en graphite sur le contraste des franges observé sur des interférogrammes 200×200 pixels pris à des distances après le réseau de a) de $1cm$, b) $6cm$, c) $11cm$.

Ainsi, nous avons alors préféré revenir à des substrats en silicium typiques de l'industrie microélectronique, qui ne présentent pas cet effet de diffusion des photons X. Cependant le silicium est plus absorbant que le carbone, ce qui est préjudiciable surtout à basse énergie autour de $10keV$. Ces substrats correspondent à des wafers de silicium, dont l'épaisseur dépend du diamètre. Pour les diamètres de 2 et 3 pouces, les épaisseurs sont respectivement de $280\mu m$ et $380\mu m$. Afin de se rendre compte de l'impact de l'absorption du substrat, nous avons représenté sur la figure 5.11, la transmission entre 10 et $30keV$ pour ces deux épaisseurs de silicium, ainsi que la transmission du diamant pour une épaisseur de $150\mu m$, qui est le dernier type de substrat que nous avons utilisé pour le réseau final.

Nous constatons que le substrat en diamant est idéal pour nos applications, car il transmet plus de 90% du rayonnement X à $10keV$ et est complètement transparent au-delà de

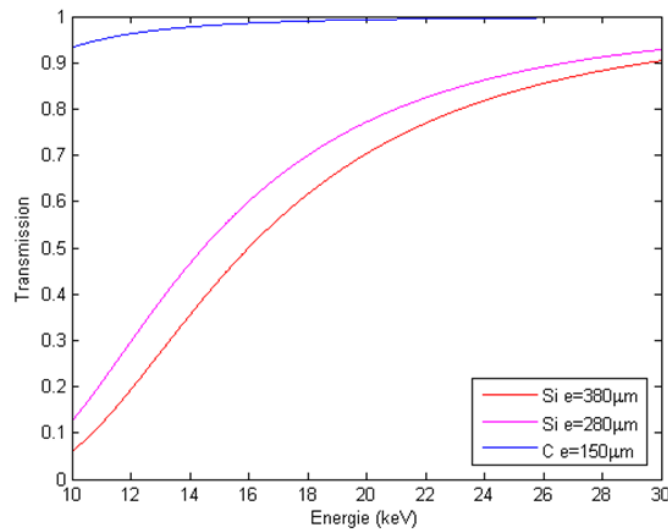


FIGURE 5.11: Transmission des différents substrats utilisés.

20keV. Cependant, ces substrats sont relativement coûteux et nous avons choisi de développer et fiabiliser le processus de fabrication des réseaux sur substrat en silicium dans un premier temps. Sur un même substrat, plusieurs réseaux étaient fabriqués en un seul lot, et nous avons pu choisir les mieux réussis pour la validation sur faisceau. Dans la section validation expérimentale du prochain chapitre, nous préciserons les résultats obtenus avec les réseaux sur silicium et ceux obtenus avec le réseau déposé sur diamant.

La fiabilisation du processus de fabrication des réseaux a ensuite été axée selon l'investigation de deux paramètres principaux : le type de résine utilisée et le type d'or, sulfite ou cyanuré. Pour l'ensemble des réseaux des 3 lots réalisés, nous avons couplé l'analyse des structures au travers de différentes techniques de caractérisation optique, avec la qualité des franges générées en condition de mesures sur faisceau X. Il ressort de ces investigations que les deux variantes d'or en solution ont donné de belles structures et semblent pouvoir être utilisées indifféremment. Les deux résines mises en œuvre (SU-8 2002 et AZ4562) semblent également donner toutes deux de bons résultats. En revanche, la qualité de surface du substrat et les paramètres chimiques du bain (notamment pH et concentration en or) sont critiques. Nous avons notamment constaté que sur graphite, l'état de surface des plots était beaucoup plus irrégulier que sur silicium et diamant, et également que l'accroche de la résine était plus difficile, malgré la couche d'accroche de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur de titane/or. Ainsi, des décrochages de structures et phénomènes de croissance de l'or sous la résine peuvent apparaître. Les moyens de diagnostic mis en œuvre à Thales R&T sont le microscope optique, de grandissement et de résolution limités pour l'analyse de nos structures, et le microscope interférométrique permettant, lui, d'atteindre des grandissements plus élevés. Enfin, le microscope à balayage électronique (MEB) permet d'accéder à de très forts grandissements où il est alors possible d'évaluer la forme du plot d'or mais également son état de surface.

Le contrôle au microscope interférométrique peut se faire sur la structure finale en or [figure 5.12 b)], mais également après l'étape de révélation de la résine [figure 5.12 a)]. Le logiciel de mesure associé à l'instrument permet également de mesurer la profondeur des structures et ainsi d'évaluer la hauteur de la résine, mais également la hauteur des plots d'or une fois la résine éliminée. Les images MEB présentées sur la figure 5.13 démontrent

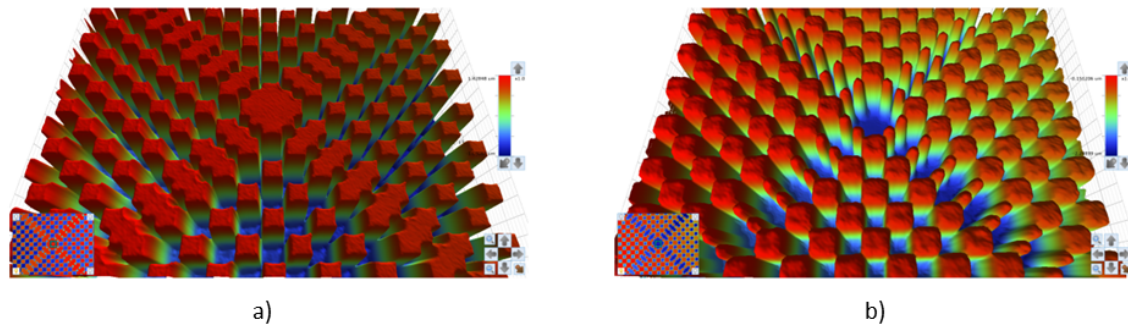


FIGURE 5.12: Contrôle des structures au microscope interférométrique, a) Après l'étape de révélation de la résine, b) Après l'élimination de la résine, on mesure ici une hauteur des plots d'or d'environ $1,3\mu\text{m}$. Nous remarquons la complémentarité parfaite des deux images.

l'évolution de la qualité des structures réalisées au cours de ces trois années de thèse. Les premières images a), b) c) ont été réalisées sur le MEB d'IPANEMA à SOLEIL, et représentent l'évolution des premières structures sur substrat en graphite. On observe sur a) et b) les phénomènes d'écroulement des structures et de sous-croissance d'or entre les plots. De plus, nous remarquons que les structures sont très jointes et que le rapport cyclique de 0,5 n'est pas totalement respecté. Sur la figure c), nous observons l'effet contraire, car une résine de polarité opposée a été employée. Enfin, dans ces trois cas l'état de surface n'est pas parfaitement lisse. Après régulation des paramètres du bain d'or et dépôt sur un substrat plus lisse en silicium, les structures suivantes en d) et e) montrent des états de surface bien plus homogènes. Ces deux dernières images ont été réalisées sur le MEB de Thales R&T.

Grâce à la collaboration avec Fayçal Bouamrane, nous avons pu développer et tester plus d'une quinzaine de structures diffractantes, et ainsi faire évoluer le processus de fabrication. À l'heure actuelle, celui-ci est parfaitement fiabilisé et reproductible. Les temps de trempe du substrat sont calibrés et permettent d'obtenir les hauteurs de plots d'or souhaitées. De même la lithographie est bien maîtrisée sur des wafers de silicium de 2 et 3 pouces. Pour les hauteurs, les tolérances de réalisation sont de l'ordre $\pm 0,1\mu\text{m}$. La tolérance concernant les périodes de réseaux sont de l'ordre de $6 \pm 0,1\mu\text{m}$ pour des rapports cycliques très proches de 0,5.

Toutefois, le processus de lithographie et de croissance électrolytique n'est pas encore tout à fait au point pour de petits substrats, comme celui que nous avons utilisé en diamant. Ceux-ci réalisés par Diamond Materials sont de diamètre 20mm , ce qui, au moment de la lithographie, pose certains problèmes de parallélisme entre les plans du masque de chrome et du substrat. Ces derniers pourraient être à l'origine de la génération d'interférences parasites au moment de l'exposition de la résine. Les structures d'or produites sont alors de forme parfaitement circulaire et non en damier. D'autres part, des problèmes d'homogénéisation du champ électrique dans le bain peuvent s'ajouter, avec des effets de bords proches de la zone diffractante. Enfin, les calibrations sur substrat de silicium 2 et 3 pouces ne sont plus valables, et la hauteur des plots a été mesurée à $2\mu\text{m}$ contre $1,3\mu\text{m}$ souhaité. L'ensemble des ces paramètres est encore à l'étude, et de nouvelles réalisations sont prévues sur substrat diamant, afin de fiabiliser de nouveau la procédure de fabrication. Les deux pistes à l'étude actuellement sur l'optimisation de l'étape de gravure du réseau sont l'utilisation d'un stepper de lithographie UV fonctionnant par projection du masque de chrome par le biais d'un système optique, et la gravure par procédé LIGA sur la station de la ligne de Métrologie. En attendant, nous avons tout de même testé le réseau de diffraction déposé sur diamant et

nous présenterons les résultats obtenus dans le chapitre suivant.

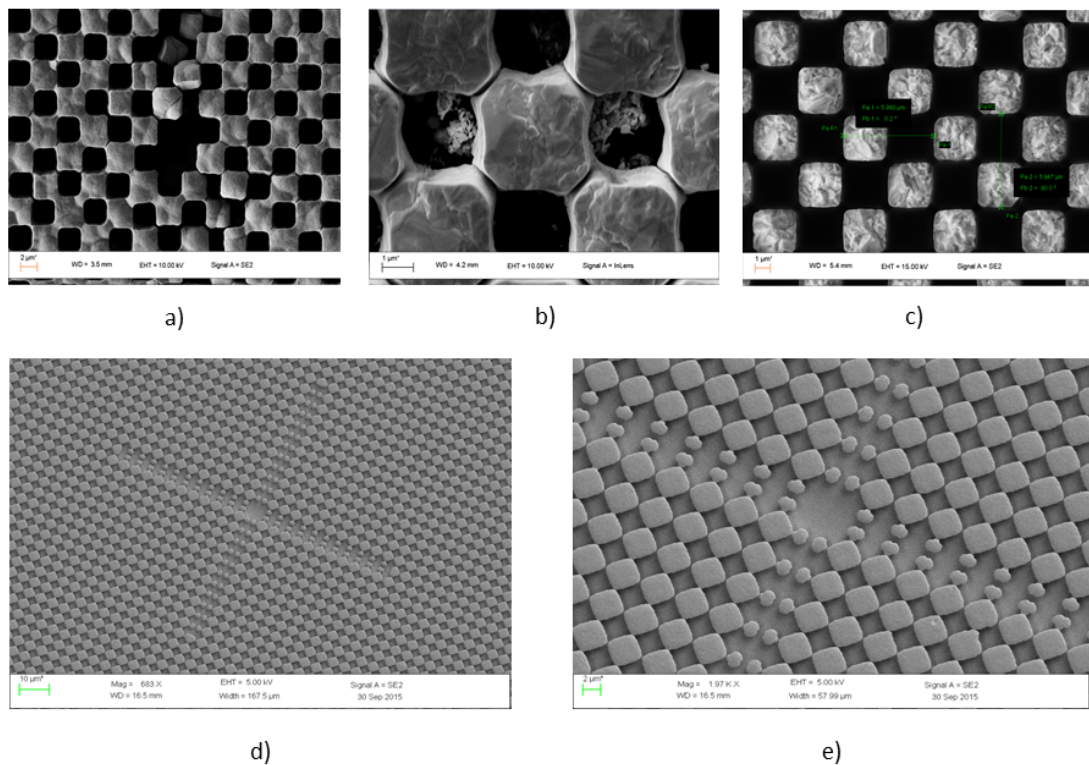


FIGURE 5.13: Contrôle des structures au MEB, a) Effondrement des plots sur substrat graphite, b) Phénomène de croissance d'or sous la résine sur substrat graphite, c) Structure obtenue avec une résine de polarité inversée par rapport à a) et b), d) et e) Réseau déposé sur substrat silicium de 1, 3 μm de hauteur de plots.

5.2.2 Système de détection indirecte

La détection des modulations générées par le réseau de diffraction peut se faire par une détection directe avec des détecteurs appropriés, mais ceux-ci ont en général des pixels de grande taille, de l'ordre de la cinquantaine de micromètres. Une première solution est donc de générer des franges de Moiré, de périodes plus grandes que la dimension du pixel, comme nous avons pu le voir dans l'état de l'art présenté au chapitre 2. Dans notre cas, nous avons choisi de travailler avec un seul réseau; il est alors nécessaire de changer de type de détection. Le seul moyen de pouvoir descendre la taille effective des pixels d'échantillonnage de l'interférogramme est de passer sur un système de détection indirecte. Celui-ci repose sur une conversion du rayonnement X en rayonnement visible par l'intermédiaire d'un scintillateur, lequel est ensuite relayé optiquement sur une caméra CCD visible. Un schéma du montage est présenté sur la figure 5.14.

Pour l'ensemble de nos expériences, nous avons travaillé avec un scintillateur de type cristal de grenat d'yttrium-aluminium dopé au cerium (YAG :Ce) et une caméra PCO2000s de dynamique 14bits. De plus, un montage optique modulaire permet de changer d'objectif de microscope afin de faire varier le grandissement des franges et donc leur échantillonnage.

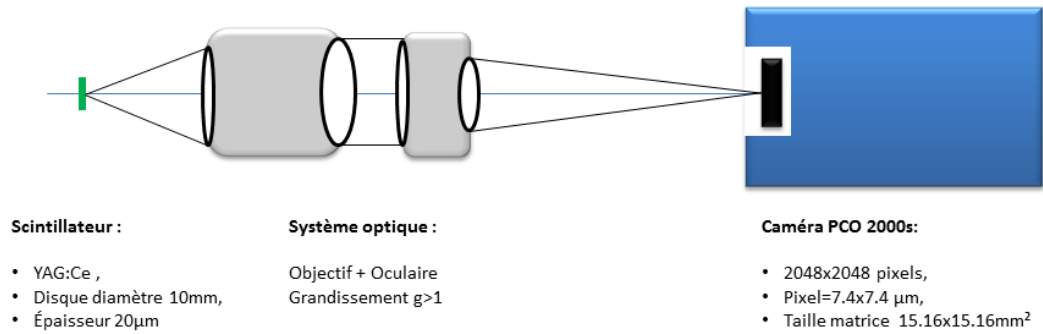


FIGURE 5.14: Schéma du système de détection indirecte.

Le spectre principal d'émission de fluorescence du cristal YAG :Ce est centré autour de 550nm, comme représenté sur les données de notre fournisseur Crytur Materials en figure 5.15 a). En termes de photométrie, le nombre de photons émis par le phénomène de fluorescence dépend de l'absorption du cristal à l'énergie du rayonnement, de son rendement, et bien entendu, du flux de la source X l'irradiant. Le rendement de fluorescence est de 35photons(@550nm)/keV. Après prise en compte du spectre blanc de la Ligne de Métrologie [figure 2.16 b)], nous obtenons la réponse du scintillateur en nombre de photons (@550nm)/s/mm². Sur la figure 5.15 b) nous avons représenté cette réponse photométrique en fonction de l'énergie des photons X pour deux substrats de réseau possible : celui en silicium de 380 μ m d'épaisseur et celui en diamant de 150 μ m d'épaisseur. Nous constatons que l'effet de fluorescence est piqué autour de 17,2keV, puis diminue à plus haute énergie. D'autre part, la fluorescence est plus faible aux basses énergies, dans le cas d'un substrat en silicium du fait de l'absorption de celui-ci ; cette limitation est moindre avec le substrat diamant, comme nous l'avons évoqué précédemment. Ainsi, afin de se placer dans des conditions de rapport signal sur bruit constantes sur l'ensemble de la bande spectrale, il sera nécessaire de faire varier le temps d'acquisition de la caméra PCO, dans la limite du possible. Sur notre modèle celui-ci est limité à 60s et nous verrons que le niveau moyen des interférogrammes ne sera pas toujours constant.

Le rayonnement émis par le scintillateur est ensuite collecté par le système optique pour être projeté sur la caméra. Cette action est réalisée par la combinaison d'un objectif de microscope et d'un oculaire de projection, réalisant ainsi la conjugaison entre le meilleur plan de mise au point au niveau du scintillateur et la surface sensible de la caméra. Deux paramètres sont à optimiser ici : en premier lieu, le grandissement du système optique pour adapter l'échantillonnage des franges, en second, son ouverture numérique pour collecter un maximum de photons. Nous avons utilisé de multiples objectifs au cours de ces travaux de thèse selon les différentes expériences menées sur la Ligne Métrologie, dont principalement des objectifs de microscopes de la marque Olympus de grandissement $\times 10$ et $\times 20$ et de la marque Mitutoyo $\times 5$, $\times 7,5$, $\times 10$. Ces derniers ont l'avantage d'être plus ouverts que les Olympus et donc permettent d'augmenter la capacité de collection de la scintillation du cristal de YAG. Un autre avantage, est la plus grande distance de travail entre le scintillateur et la monture de l'objectif. Typiquement ces objectifs travaillent avec une frontale de $\sim 35mm$ contre quelques millimètres pour les Olympus. Nous verrons dans la section suivante que ce point est notamment important pour des questions de protection des objectifs face au rayonnement X.

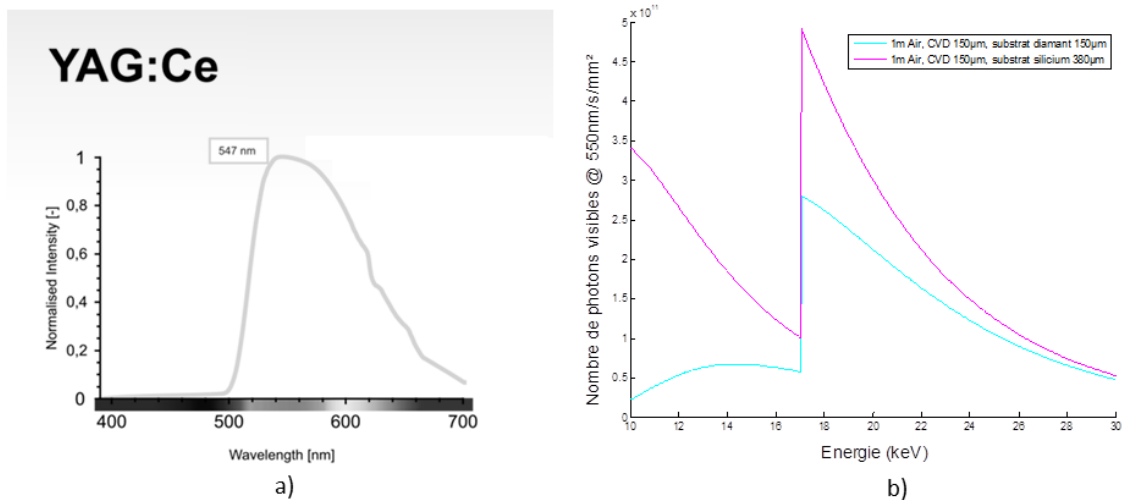


FIGURE 5.15: a) Spectre d'émission du cristal (données de Crytur Materials), b) Fluorescence en nombre de photons de $\lambda = 550nm$ par seconde par mm^2 du YAG obtenu après convolution avec le spectre de l'aimant de courbure de la Ligne Métrologie dans nos conditions expérimentales [figure 2.16 b)] pour deux substrats : le silicium de $380\mu m$ d'épaisseur et le diamant de $150\mu m$. La coupure à $17keV$ correspond au seuil d'absorption du cristal.

Afin de pouvoir caractériser à la fois le grandissement des différentes combinaisons optiques, et leur fonction de transfert optique et caméra, nous avons monté un banc de mesure optique visible représenté sur la figure 5.16. De façon permanente, nous avons une diode laser fibrée à $644,8nm$, ainsi que la possibilité d'utiliser la sphère intégrante du groupe détecteur pour avoir un éclairage polychromatique moins cohérent que celui de la diode laser. Pour les mesures de grandissement et de fonction de transfert de modulation de la détection, nous avons également mis en place une lentille de collimation du faisceau de sorte à avoir un éclairage en faisceau parallèle des mires de test. Nous disposons d'une mire de grandissement, ainsi que de mires USAF 1951 pour la mesure de résolution.

Nous présenterons les mesures de trois combinaisons optiques sur ce banc visible. La première (a.) est constituée du couplage d'un $\times 10$ Olympus et d'un oculaire de projection de longueur focale $200mm$, mais utilisé à mi-distance de projection de sorte à diviser le grandissement par 2. En revanche l'optimisation de la correction des aberrations de la combinaison n'est plus vraie que sur la moitié du champ. Il s'agit de la configuration de mesure de la thèse précédente (RIZZI, 2013). La seconde combinaison (b.) correspond au même montage, mais couplant cette fois-ci un objectif de microscope $\times 10$ avec un objectif $\times 2$ de longueur focale $100mm$, de sorte à créer une combinaison de grandissement total proche de $\times 5$. La dernière (c.) correspond à l'ensemble objectif $\times 7,5$ de Mitutoyo et oculaire de projection adapté de grossissement $\times 1$. Les mesures sont reportées dans la table 5.1 accompagnées des valeurs théoriques du constructeur pour l'ouverture numérique objet ON_{obj} , la résolution attendue et la profondeur de champ.

Nous ne présenterons que les mesures de limite de résolution pour les trois combinaisons optiques dans la figure 5.17. La technique de mesure de limite de résolution d'un système {optique+caméra} par les mires USAF 1951, consiste à imager des mires types [figure 5.17 a)] à trois barres orientées horizontalement et verticalement. Lorsque le système optique est en limite de résolution il n'est plus possible de distinguer les motifs périodiques. Les différentes mires sont organisées en groupes, puis en numéro d'éléments. Les résolutions associées sont données ensuite par un tableau en nombre de cycles par millimètre. La

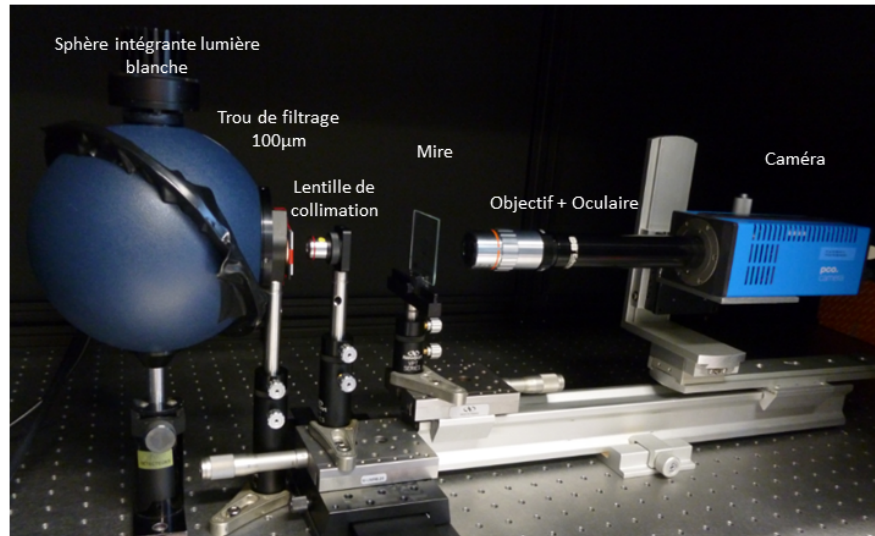


FIGURE 5.16: Banc type de caractérisation visible pour la mesure de grandissement de système optique et mesures de fonction de transfert optique et caméra.

TABLE 5.1: Mesure des trois combinaisons optiques sur le banc de caractérisation visible.

	a.	b.	c.
Paramètres	Olympus $\times 10 / \times 0,5$	Mitutoyo $\times 10 / \times 2$	Mitutoyo $\times 7,5 / \times 1$
ON_{obj}	0,25	0,28	0,21
P. de champ (μm)	± 10	$\pm 3,5$	$\pm 6,2$
Grandissement mesuré g	5,7	5,0	7,5
Pixel effectif (μm)	1,30	1,48	0,99

conversion pour obtenir la résolution associée à cette fréquence se fait alors par la formule (SMITH, 1966) :

$$r = \frac{1}{2freq_{USAF}(cy/mm)} \quad (5.8)$$

Cette technique de mesure n'est pas forcément la plus précise, mais permet d'estimer l'intervalle dans lequel la résolution réelle se trouve, car en général celle-ci ne correspond pas exactement à la fréquence d'une des mires. La procédure de mesure est simple et rapide, une fois le système optique assemblé : il suffit d'aligner au mieux la mire dans un plan perpendiculaire à l'axe optique et ensuite de finement régler la mise au point au centre du champ du système d'acquisition sur les éléments de plus hautes fréquences. Une prise d'image sans mire permet ensuite par division des deux images de s'affranchir des inhomogénéités d'éclairage. Les figures 5.17 b), c) d) e) montrent les images de mires faites pour les trois combinaisons optiques mentionnées plus haut. Les zones en pointillé rouge montrent les groupes permettant d'estimer l'intervalle de résolution limite, et après conversion par l'équation 5.8 nous les avons reportés dans la table 5.2. L'alignement de la mire

n'étant pas parfait ici, il introduit des différences de mise au point en vertical et en horizontal que l'on retrouve sur le contraste des barres.

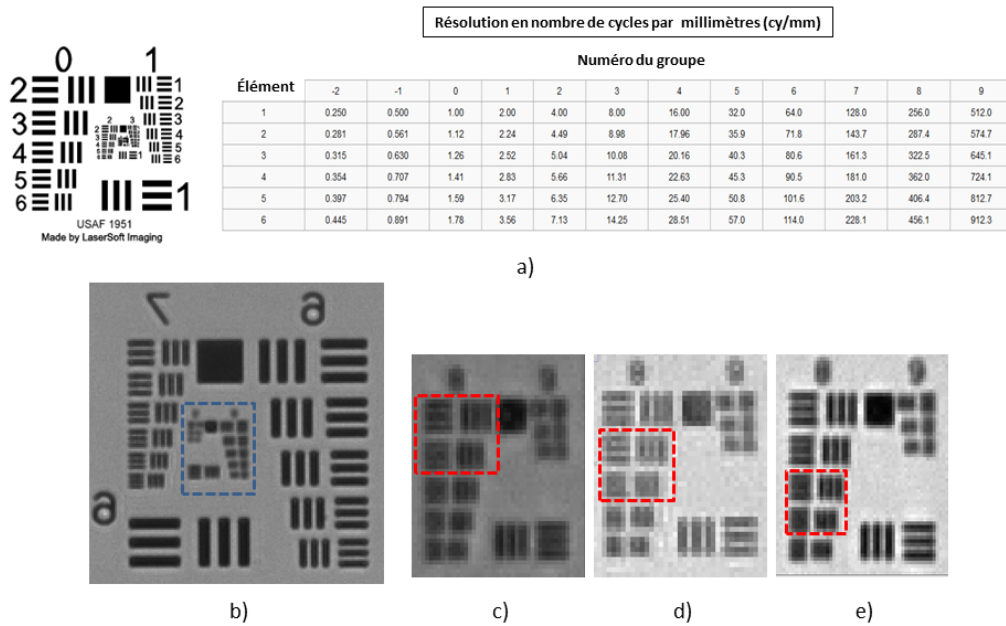


FIGURE 5.17: Mesure de résolution par la mire USAF 1951 sur le banc de caractérisation visible, a) Schéma de la mire dans son ensemble avec le tableau des résolutions en nombre de cycles par millimètres, b) Image de mire avec la première combinaison optique, c) Zoom sur les groupes 8 et 9, résolution entre les éléments 3 et 4, c) *Idem* pour la seconde combinaison résolution entre les éléments 3 et 4, d) *Idem* pour la troisième, résolution entre les éléments 4 et 5.

Ces caractérisations en visible ne tiennent en revanche pas compte du possible filtrage spatial introduit par le scintillateur. Une caractérisation en rayons X avec l'ensemble du système de mesure est donc nécessaire. L'étude de l'impact du scintillateur en fonction de son épaisseur et de l'ouverture du système optique a été développée dans [(STAMPANONI et al., 2002), (MARTIN et KOCH, 2006)]. Le scintillateur émet sur l'ensemble de son épaisseur ; par conséquent même au meilleur foyer de mise au point, il peut y avoir des sources de fluorescence en dehors de la profondeur de champ de l'objectif (donc défocalisées), et limitant ainsi la résolution du système total. La résolution limite est alors estimée par convolution des deux contributions que sont la diffraction et l'effet de la défocalisation des sources secondaires en-dehors de la profondeur de champ. Cet effet doit donc être pris en compte et le système complet avec le YAG doit être mesuré.

Il est possible d'utiliser des mires rayons X type Xradia de l'entreprise Rigaku fonctionnant de la même façon que les mires USAF pour le domaine visible. En général nous avons plutôt privilégié la caractérisation par méthode de bord franc ou "slanted edge" (ESTRIBEAU, 2004). Cette méthode permet grâce à l'image d'un bord franc faiblement incliné ($[0, 4^\circ]$) de remonter à la fonction de transfert du système de détection complet. Nous utilisons la routine ImageJ en libre accès "SE MTF 2xNyquist" afin de traiter les images de bords francs pour obtenir la fonction de transfert. Cette méthode est applicable à tout domaine de longueur d'onde : il suffit de trouver un bord franc absorbant, dont la rectitude et la régularité est suffisante pour ne pas biaiser la mesure. Nous utilisons en général les grilles Hartmann de la Ligne réalisées par procédé LIGA garantissant une rectitude quasi

parfaite sur une épaisseur de $30\mu m$. Les bords du support sont considérés comme étant droits et nous la fixons au plus près du scintillateur comme représenté sur la figure 5.18 a). Une image type d'acquisition de mesure de bord franc avant analyse est représentée en b). Les courbes obtenues après analyse pour les trois combinaisons optiques, sont représentées en c), d), e), f) sur la figure 5.18, d'abord sur axe [c)], puis en fonction de la position dans le champ de mesure [d), e), f)].

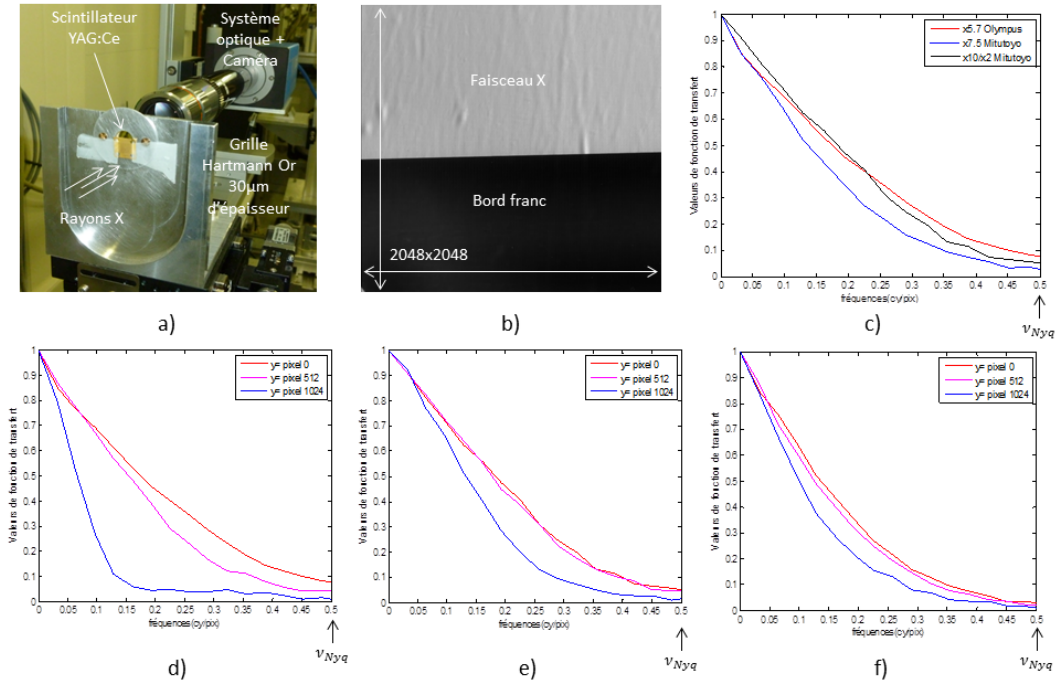


FIGURE 5.18: Mesure de résolution par méthode de bord franc en rayons X, a) Montage de bord franc sur le système de détection indirecte, b) Image de bord franc à $17.5keV$, c) Courbes de fonction de transfert au centre du champ pour les trois combinaisons optiques. Étude de la dégradation de la fonction de transfert dans le champ; d) Combinaison optique (a.), e) Combinaison optique (b.), f) Combinaison optique (c.).

Un critère usuel pour évaluer la fréquence de coupure du système de détection est de relever la fréquence pour laquelle la fonction de transfert passe sous la barre des 10%. Nous reportons les valeurs associées aux courbes de la figure 5.18 c) dans la table 5.2. Nous avons choisi de représenter l'ensemble des courbes de FTM en fonction de l'axe fréquentiel en cy/pix . La conversion en cy/mm se fait par division de la valeur du pixel mesuré pour chaque combinaison [5.1]. Nous avons également joint les valeurs mesurées par la même méthode de bord franc sur le banc visible, pour montrer la bonne concordance avec les mesures USAF déjà détaillées. Nous constatons qu'il y a bien une perte de résolution pour chaque combinaison du fait de l'épaisseur du YAG qui est toujours plus grande que la profondeur de champ théorique des objectifs. D'autre part l'analyse dans le champ de mesure, en se plaçant pour chaque configuration au pixel central 0, à la moitié du champ au pixel 512 et en bord de champ au pixel 1024, montre que les deux premières configurations perdent en qualité optique dans le champ notamment en bord, au pixel 1024. Ceci est dû au fait que nous n'avons pas utilisé les combinaisons optiques dans leur configuration standard : nous retrouvons alors le fait que la qualité optique n'est conservée que sur la moitié du champ pour la configuration de l'Olympus $\times 10$ avec une projection à $100mm$ et non $200mm$. Dans

la seconde configuration, comme nous avons utilisé un objectif $\times 10$ tête-bêche avec un objectif $\times 2$ de longueur focale 100mm , la qualité optique est moins dégradée, et la chute de FTM dans le champ est presque comparable à celle observée sur l'objectif $\times 7,5$ Mitutoyo utilisé dans sa configuration nominale.

TABLE 5.2: Résolutions mesurées en visible et en X.

Paramètres	Olympus $\times 10/\times 0,5$	Mitutoyo $\times 10/\times 2$	Mitutoyo $\times 7,5/\times 1$
Résolution USAF (μm)	1,55 – 1,7	1,38 – 1,55	1,2 – 1,38
MTF 10% visible	1,56 μm (320,5cy/mm)	1,51 μm (331,1cy/mm)	1,31 μm (381,7cy/mm)
MTF 10% X	1,67 μm (300,5cy/mm)	1,8 μm (270,3cy/mm)	1,42 μm (352,7cy/mm)

Nous ferons remarquer que nous avons choisi de comparer les courbes de FTM selon des fréquences normalisées en cy/pix , en revanche pour les valeurs de résolution associées aux fréquences de coupure dans le tableau, nous tenons compte de la taille du pixel effectif et donc du grandissement de l'objectif.

La combinaison optique la plus saine à utiliser est donc la combinaison standard de Mitutoyo : celle-ci avec le système optique $\times 7,5$ mène à un échantillonnage de 6,1 pixels par période de réseau, très proche de la configuration souhaitée pour la démodulation de 6 pixels par période de réseau. Une dernière remarque correspond au fait que l'ensemble des courbes de FTM sont presque nulles autour de la fréquence de Nyquist ; ceci permet de limiter l'effet de repliement. Cependant, pour supprimer cet effet de repliement, il faudrait idéalement que ces courbes soient parfaitement nulles à cette fréquence. Nous allons voir dans la section suivante l'impact de ce phénomène sur la mesure.

5.2.3 Échantillonnage des franges et repliement spectral

Revenons désormais à la problématique d'échantillonnage des franges d'interférences. Dans la section concernant la mise en pratique de la démodulation Fourier au chapitre 4, nous avons détaillé la condition d'échantillonnage optimal des harmoniques dans le plan Fourier. Nous avons également vu que les harmoniques hautes fréquences pouvaient se replier. Nous l'illustrons ici dans le cas réel, avec un réseau de pas $p = 6\mu\text{m}$, d'épaisseur $1,5\mu\text{m}$, sous un rayonnement $17,5\text{keV}$ avec une distance entre le réseau de diffraction et le scintillateur de 10cm , sur la figure 5.19. L'échantillonnage des franges dans l'espace réel est représenté sur un support 50×50 pixels, et les transformées de Fourier sont calculées à partir d'interférogrammes 1024×1024 pixels. Sur chacune des transformées de Fourier, nous avons représenté avec les flèches blanches les harmoniques hautes fréquences qui se replient pour des grandissements de plus en plus faibles, de b) à d). Le dernier cas correspond au repliement de ces harmoniques hautes fréquences sur les harmoniques de travail $H_{1,1}$ et $H_{1,-1}$.

Afin d'évaluer l'impact de ce repliement, nous avons réalisé l'extraction des dérivées du couple d'harmoniques ($H_{1,1}, H_{-1,1}$) et reconstruit la surface d'onde correspondante pour le cas 5.19 d). L'interférogramme de travail correspond à un support tronqué de 512×512 pixels. La surface d'onde reconstruite présente alors une erreur PV de $11,31\text{pm}$ avec un écart-type de $1,36\text{pm RMS}$. Nous observons clairement une modulation résiduelle parasite

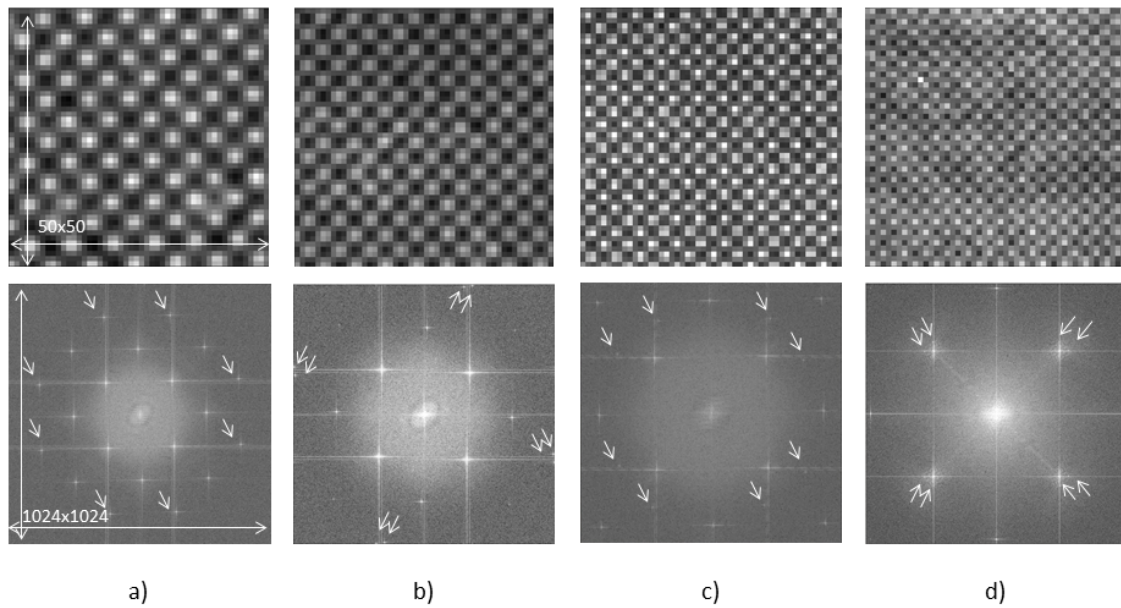


FIGURE 5.19: Échantillonnage des franges et des harmoniques selon le grandissement du système optique. Les interférogrammes sont visionnés sur un support tronqué de 50 pixels, et les transformées de Fourier des interférogrammes ont été calculées à partir d'un support 1024×1024 pixels. a) $g = 10$ soit 8,1 pixels par période de réseau, b) $g = 7.5$ soit 6.1 pixels par période de réseau, c) $g = 5,7$ soit 4,6 pixels par période de réseau, d) $g = 5$ soit 4,1 pixels par période de réseau.

associée à la présence des harmoniques repliées dans le support d'extraction des harmoniques principales.

À titre de comparaison, nous avons filtré numériquement ces harmoniques parasites et procédé de la même façon à la reconstruction de la surface d'onde. L'erreur résiduelle PV descend à $5,79\mu\text{m}$ et RMS à $0,41\mu\text{m}$. L'impact du repliement des harmoniques est donc loin d'être négligeable et il est impératif d'éviter cette configuration. La solution du filtrage numérique n'est pas non plus idéale, car les harmoniques repliées empiètent sur le spectre, de l'harmonique principale ; le filtrage supprime alors une partie du spectre et donc biaise l'information extraite.

Nous confirmons ici la viabilité de la configuration expérimentale visant à positionner les harmoniques repliées aux bords du plan Fourier, *i.e.* au niveau de la fréquence de Nyquist, ce qui correspond à un échantillonnage de 6 pixels par périodes de réseau, et donc un grandissement de la combinaison optique de $\times 7,5$ [5.19 b)].

5.3 Protection de la détection face au rayonnement X

La difficulté principale rencontrée, lors de la mise en place d'un système de détection indirecte sous faisceau X durs, vient du possible endommagement des composants traversés par le rayonnement X. Le scintillateur, sur faisceau blanc, peut par exemple perdre son effet de fluorescence par photoblanchiment et même se morceler sous l'effet de puissance thermique déposée.

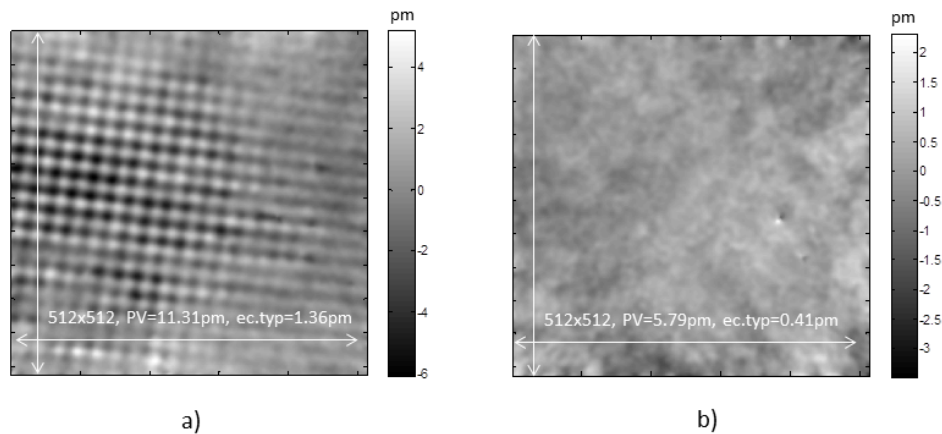


FIGURE 5.20: Reconstruction d'une surface d'onde avec repliement d'harmoniques, grandissement $g = 5$, soit 4.1 pixels par période de réseau. a) Reconstruction sans filtrage particulier, b) Reconstruction en filtrant les harmoniques repliées.

Un autre problème correspond au marquage des verres sous faisceau X. Du fait de notre architecture en ligne, le faisceau X traverse non seulement le scintillateur, mais également les verres de la combinaison optique, marquant sur son passage son empreinte dans le verre. Nous allons étudier dans cette partie le phénomène et développer une solution instrumentale de protection de la détection.

5.3.1 Marquage du verre standard et verres stabilisés

Les objectifs de microscope se marquent plus ou moins vite, selon les verres utilisés. En faisceau blanc, le marquage est souvent instantané et les verres brunissent sur la trace du faisceau. Ce phénomène s'observe également en monochromatique, mais du fait de la différence de flux de photons des deux configurations, le temps de marquage est beaucoup plus long. La figure 5.21 montre le marquage d'un objectif sous faisceau blanc en quelques minutes [a)], et [b), c)] montrent l'état d'un objectif avant et après une utilisation de quelques jours en monochromatique à $18keV$.

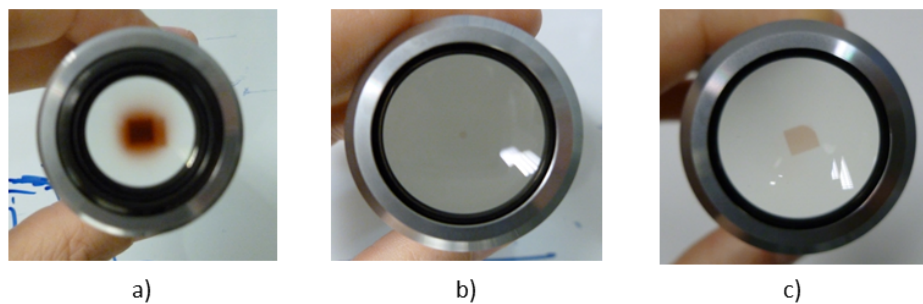


FIGURE 5.21: Marquage des objectifs sur faisceau X durs, a) Après une exposition en faisceau blanc, b) Avant une semaine d'expérience, c) Résultat après une semaine d'expérience en monochromatique.

Cet effet de marquage est connu en anglais sous le nom de "fading" ; il est lié à l'interaction entre particules du matériau et photons du rayonnement irradiant. La transmission du verre diminue, et le verre se colore. Cet effet dépend de la dose reçue, mais également

de l'énergie de radiation. Des formulations de verre particulières ont alors été développées pour satisfaire les applications des domaines spatial, et nucléaire, et sont également adaptées à nos applications sur faisceau synchrotron.

Nous avons testé un verre de la gamme "radiation resistant glasses" [TIE42 Schott AG], de Schott, le LF5G19. L'ensemble des verres de cette gamme sont stabilisés face à cet effet, par ajout d'oxyde de cerium à la composition du verre. Le verre prend alors une légère teinte jaune, mais ne souffre plus de perte de transmission. Dans le cas du LF5G19, la proportion de cerium introduite est de 1,9% en masse. Plus la quantité d'oxyde de cerium ajoutée est importante, meilleure est la stabilisation, mais plus forte est la teinte du verre. Il existe au total 7 verres stabilisés dans le catalogue Schott en différentes positions du diagramme d'Abbe (n_d, ν_d) (représentant les types de verres en fonction de leur indice n_d et de leur constringence ν_d à la longueur d'onde de la raie d du sodium), de sorte à pouvoir réaliser des combinaisons optiques achromatisées et corrigées des aberrations par association de différents verres. Ces verres contiennent également une proportion non négligeable de plomb, typiquement 30 – 40% en masse pour le LF5G19, dont nous avons repris la composition de la documentation technique de Schott [TIE42 Schott AG] dans la table 5.3. Le plomb étant un élément lourd (numéro atomique Z élevé), cela permet d'absorber le rayonnement X. Nous utiliserons ces verres comme filtres à rayons X laissant passer la lumière visible émise par le scintillateur en le positionnant entre ce dernier et l'objectif de microscope.

TABLE 5.3: Données techniques du LF5G19.

Spécifications	Valeurs
Oxyde de Bore (% masse)	1 – 10
Oxyde de Cerium (% masse)	1 – 10
Oxyde de Potassium (% masse)	10 – 20
Oxyde de Plomb (% masse)	30 – 40
Silice (% masse)	40 – 50
Densité à 20° (g/cm^3)	3,30
Indice de réfraction (n_d)	1,5965

D'autre part, nous avons également constaté que cette chute de transmission lors du marquage de la portion éclairée de l'objectif s'accompagne également d'une baisse de résolution spatiale de la combinaison. L'objectif $\times 5$ représenté en figure 5.21 par exemple a été mesuré à une résolution de $2,8\mu m$ (marquage léger) puis $4\mu m$ (marquage intense) pour une résolution théorique de $2\mu m$, en fonction de son temps d'utilisation sur faisceau. Cette perte de résolution est peut-être liée à une modification de l'indice des verres, ce qui se traduit par des variations de front d'onde et une dégradation de l'équilibre entre forme des optiques et indices de réfraction. La combinaison n'est alors plus corrigée des aberrations.

Expérimentalement, nous avons vérifié que le LF5G19 ne marquait pas. Par comparaison, le LF5 standard marque de façon instantanée en faisceau blanc ; le temps d'un déplacement motorisé de l'échantillon, le faisceau délimité par des fentes de $100 \times 100\mu m^2$ laisse une trace sombre sur le verre, comme on peut le distinguer sur la figure 5.22 b). Le LF5G19, lui, ne marque absolument pas, et ce, quel que soit le temps d'irradiation.

5.3.2 Expérience de filtrage du faisceau X

Afin de pouvoir spécifier l'épaisseur de LF5G19 nécessaire, nous avons rentré les données de la table 5.3 dans le logiciel XRV, pour estimer le filtrage du spectre X de la Ligne en fonction de l'épaisseur de verre, puis nous avons réalisé une série de mesure sur deux échantillons de LF5 : le verre standard d'une épaisseur de 1mm et le verre stabilisé d'épaisseur 5mm . Ce dernier a été découpé comme représenté sur la figure 5.22 a) pour pouvoir augmenter l'épaisseur du filtre jusque 30mm par pas de 5mm . Nous avons alors réalisé deux tests principaux. Le premier consiste à irradier chacun des deux échantillons en faisceau blanc, avec la détection indirecte derrière, pour observer si la détection détecte un phénomène de fluorescence. Si tel est le cas, c'est que l'épaisseur de verre de 5mm n'est alors pas suffisante. Le second test consiste à irradier en faisceau blanc et monochromatique, le LF5 seul puis protégé par différentes épaisseurs de LF5G19 et à analyser le temps de marquage. Les bancs expérimentaux associés à ces deux tests sont illustrés sur la figure 5.22 b) et c).

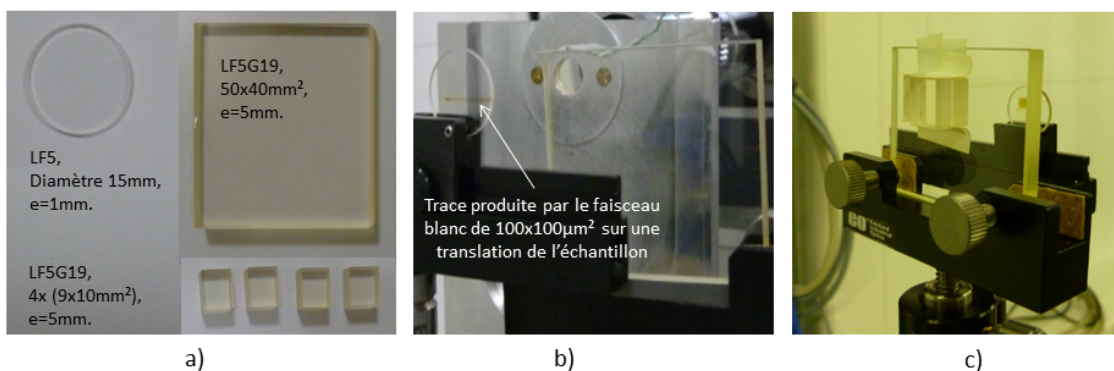


FIGURE 5.22: Expériences d'irradiation, a) Échantillons de LF5 et LF5G19 avant irradiation, b) Montage d'analyse du flux X transmis en fonction du verre, c) Expérience de protection du LF5 par différentes épaisseurs de LF5G19.

Le spectre de la ligne a été simulé pour une intensité de charge de l'anneau de 500mA . Le logiciel XRV nous permet alors d'obtenir les courbes représentées sur la figure 5.23 pour un faisceau de $2,5 \times 2,5\text{mm}^2$ d'ouverture. La comparaison des deux spectres avec et sans lame de 5mm de LF5G19 semble démontrer que le faisceau est totalement coupé par la lame sur la figure a). En réalité la figure b) démontre qu'il reste une partie du spectre non filtrée par la lame entre 50 et 88keV , mais le pic est atténué d'un facteur 2×10^6 .

Pour les deux échantillons, un signal de fluorescence est mesuré par le système de détection indirecte sur 60s de temps d'acquisition, ce qui veut dire que même les 5mm de LF5G19 ne suffisent pas à couper totalement le faisceau X. Ceci s'est confirmé sur la caméra de visualisation de la cabane X durs dont nous avons reporté les images en couleur en figure 5.24. Nous observons une source de lumière jaune-vert au niveau du scintillateur : il s'agit de la fluorescence générée par le faisceau X non coupé par les lames de verre. Celle-ci est plus intense pour le LF5 que pour le LF5G19. En effet, le LF5 est moins épais et de plus ne possède pas de plomb dans sa formulation ; par conséquent il n'absorbe que très peu le rayonnement X. Le verre stabilisé réduit le flux du faisceau transmis, mais ne l'absorbe pas totalement. Ce constat est cohérent avec la courbe bleue de 5.23 b) du spectre transmis à travers 5mm de LF5G19 avec un pic autour de 70keV de 10^4 photons/s . Les rayons X les plus durs ne sont pas stoppés par le filtre et produisent la scintillation du YAG :Ce. La coupure du spectre à 88keV correspond à une raie d'absorption du plomb contenu dans le verre. Enfin, ceci est corroboré expérimentalement par un autre phénomène : nous observons du bruit

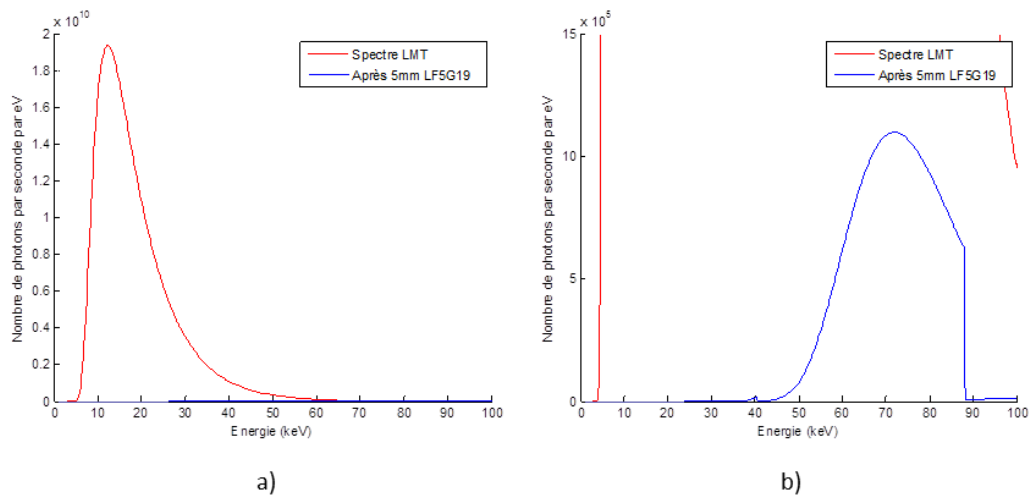


FIGURE 5.23: Spectres de l'expérience d'irradiation, a) Spectre de la Ligne pour une intensité de charge de 500mA, et après 5mm de LF5G19, b) *Idem* en adaptant l'échelle sur la transmission après 5mm de LF5G19.

de photons X sur la caméra ; ce sont les rayons X les plus durs qui traversent la totalité de la combinaison et viennent frapper la matrice CCD. Des petits points chauds apparaissent sur tout le champ de la détection. Ce premier test démontre que pour les conditions de flux maximal de la ligne (faisceau blanc 500mA), les 5mm de verre plombé à hauteur de 30 – 40% ne sont pas suffisants pour couper les énergies les plus hautes du spectre.

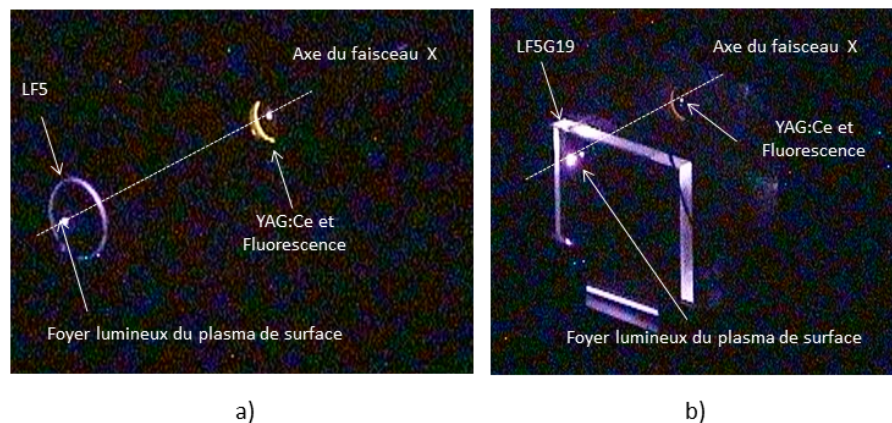


FIGURE 5.24: Images de la caméra de visualisation de la cabane X durs, a) LF5 sous test, b) LF5G19 sous test.

De plus, nous observons expérimentalement une seconde source lumineuse violette sur les caméras de visualisation de la cabane optique au niveau de chacun des deux verres. Il semblerait même que dans le cas du LF5G19 de la figure 5.24 b) il y ait une seconde source lumineuse en face arrière. Afin de vérifier ceci, nous avons enlevé le scintillateur de la détection indirecte et placé la lame de verre au plus proche de la monture d'un objectif $\times 5$ de faible ouverture (0,14) de sorte que les 5mm de verre ne dégradent pas la qualité de l'image. Par suite, nous avons reculé la lame jusque faire l'image d'une première source lumineuse représentée sur la figure 5.25 a) et en coupe sur b). Celle-ci mesure 244 μ m à mi-hauteur, ce qui est cohérent avec les paramètres géométriques de la Ligne. En effet, nous

avons ouvert les fentes placées à $12m$ de la source à $100 \times 100 \mu m^2$, ce qui à une distance totale d'environ $32m$ dans la cabane d'expérience mène à un faisceau magnifié de $267 \mu m$ au niveau du verre. Nous vérifions, en poursuivant la course de la lame de verre, qu'il n'existe pas de source en face arrière.

La présence de cette source de lumière s'explique par la génération d'un plasma de surface, lié à l'interaction du rayonnement ionisant avec la surface de l'optique. Le flux de photons arrivant en face avant du verre est tellement élevé (3.10^{14} photons par seconde sur tout le spectre et sur une ouverture de $2,5 \times 2,5 mm^2$), qu'il peut se produire à la surface du verre une réaction chimique de génération d'ozone à partir de l'oxygène de l'air accompagné d'une émission de lumière. La réaction peut être catalysée par les aspérités de la surface de l'optique. L'effet ne se produit pas en face arrière car le flux de photons intégré sur tout le spectre est trop faible pour initier la réaction et produire en quantité remarquable de l'ozone.

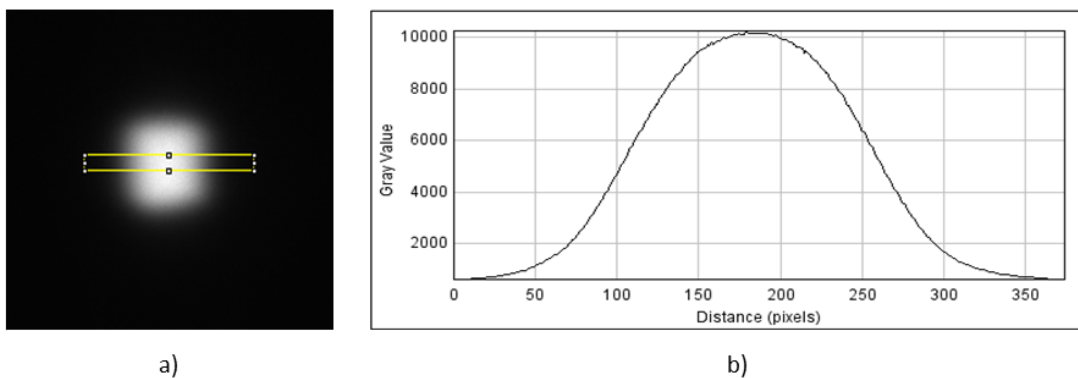


FIGURE 5.25: a) Image au travers du système optique (grandissement $\times 5$) sans scintillateur du foyer lumineux en face avant du LF5G19, temps d'acquisition $100ms$, b) Coupe de a) de largeur à mi-hauteur 165 pixels soit $244 \mu m$.

En conclusion, de ce premier test en faisceau blanc, il faut s'attendre à générer une source de lumière parasite sur la première face de la lame de verre. Il s'agit d'une source de bruit que nous n'avions pas anticipée ; cependant, nous arrivons ici à 10000 niveaux de gris pour un temps d'acquisition de $100ms$. Toutefois, la source de fluorescence du YAG :Ce est bien plus lumineuse ; en effet, pour un temps d'acquisition de $5ms$, nous mesurons un signal moyen de 20000 niveaux avec l'objectif $\times 5$ peu ouvert pour seulement 650 niveaux pour la source de lumière parasite. Il conviendra tout de même de placer la face avant de la lame de protection la plus éloignée possible du plan focal du système d'imagerie, afin de limiter la collection de flux parasite. Nous collerons donc la lame contre l'objectif.

Enfin, nous avons analysé le comportement du LF5G19 en faisceau monochromatique. Tout d'abord, lorsque la lame est placée en amont du système de détection indirecte complet {scintillateur + optique + caméra}, nous n'observons aucun effet de scintillation ; la lame absorbe bien l'ensemble des photons X. Ce test a été réalisé aux bords du spectre de travail en monochromatique à $10keV$ et $30keV$. En revanche, nous observons en détection directe (sans scintillateur) un effet de fluorescence dû au dopage en oxyde de cerium. Il s'agit du même dopage que pour le cristal de scintillateur, mais en plus faible proportion. Cette émission de fluorescence n'est localisée qu'en face avant de la lame de verre, sur la distance nécessaire à l'absorption de la totalité du rayonnement. De plus, cet effet est relativement faible : nous avons 530 et 700 niveaux de gris respectivement à 10 et $30keV$ pour $60s$ de temps d'acquisition, sachant que les niveaux moyens des interférogrammes sont de l'ordre de 20000 niveaux de gris. Nous considérerons donc l'effet de fluorescence comme négligeable.

5.3.3 Expérience de radioprotection du verre

5.3.3.1 Détermination de l'épaisseur de verre nécessaire

Nous constatons que les 5mm d'épaisseur de LF5G19 ne sont pas suffisants pour stopper les rayons X les plus durs entre 50 et 88keV . Par conséquent, le second test consiste à déterminer expérimentalement l'épaisseur de LF5G19 nécessaire pour couper le faisceau, ou au moins, limiter le temps de marquage du verre en faisceau blanc. Ce test a été réalisé dans les conditions les plus contraignantes avec le flux X délivré par la machine le plus élevé pour une intensité de charge de 500mA dans l'anneau. Nous noterons qu'en pratique, nous ne travaillerons que rarement en faisceau blanc, majoritairement pour le processus de calibration absolue sur la source pure et en imagerie de phase rapide pour atteindre des temps de pose de l'ordre de la dizaine de millisecondes. D'autre part, la calibration en faisceau blanc pourra se faire à une intensité de charge de la machine moindre, à 80mA par exemple pour limiter le flux irradiant. Nous estimons donc qu'une durée de 30min à 500mA sans marquage représente des conditions acceptables de tenue au flux irradiant.

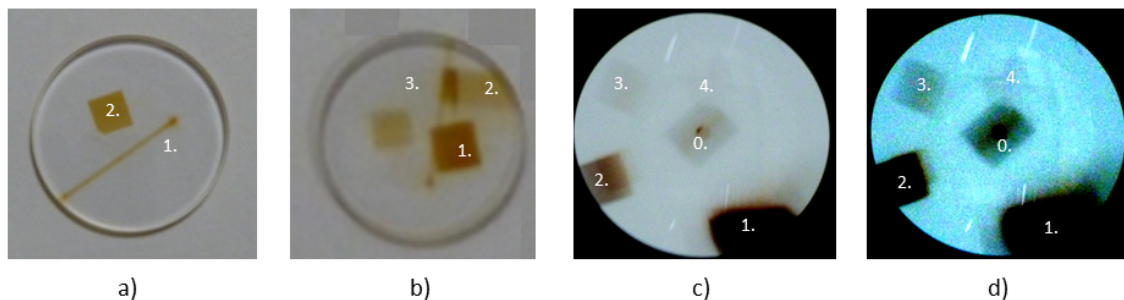


FIGURE 5.26: Expérience d'irradiation, sur l'échantillon de LF5 : a) (2.) : En monochromatique à 18keV sur 40min , b) En faisceau blanc ; (1.) : 5mm de LF5G19 sur $\sim 1\text{min}$, (2.) : 10mm de LF5G19 sur $\sim 5\text{min}$, (3.) : 15mm de LF5G19 sur 15min . Expérience d'irradiation, sur l'objectif $\times 7.5$ Mitutoyo : c) (0.) : Traces d'utilisation des expériences précédentes. Faisceau blanc ; (1.) : Sans protection, (2.) : 10mm de LF5G19 sur 30min , (3.) : 15mm de LF5G19 sur 30min , (4.) : 20mm de LF5G19 sur 30min , d) *Idem* en saturant l'échelle de couleur pour mieux faire apparaître le marquage.

L'expérience consiste donc, comme représenté sur la figure 5.22 c), à observer le marquage du LF5, en fonction de l'épaisseur de LF5G19 utilisée en protection, et du temps d'irradiation. Un premier test préliminaire [figure 5.26 a)] a été effectué en monochromatique à 18keV sur 40min . L'irradiation laisse la marque (2.). La marque (1.) est issue des premières expériences en blanc. Derrière 5mm de LF5G19, l'irradiation sur le même temps ne laisse aucune trace. La même opération est répétée en blanc sur la figure b), avec trois épaisseurs 5 , 10 et 15mm sur un temps d'irradiation maximum de 15min . Sur ce verre et à cette échelle de temps, il semblerait que les 15mm soient suffisants [marque (3.)], alors que de plus faibles épaisseurs laissent passer le rayonnement.

Cependant ce phénomène est dépendant de la chimie de chaque verre. Nous avons donc reproduit cette expérience sur un objectif $\times 7,5$ de Mitutoyo en fin de vie et dont la pupille a été photographiée en figure c) et d). La marque (0.) représente les traces laissées par les précédentes utilisations, avant de réaliser les tests de protection ; nous y retrouvons différentes formes se superposant au centre, en fonction des pupilles de faisceau X utilisées pour

les différentes expériences. (1.) correspond à une exposition sans protection et (2.), (3.), (4.) à une protection respectivement derrière 10, 15 et 20mm sur des temps d'exposition de la trentaine de minutes. La coloration diminue en fonction de l'épaisseur, et ne laisse plus qu'une très légère trace pour 20mm de LF5G19.

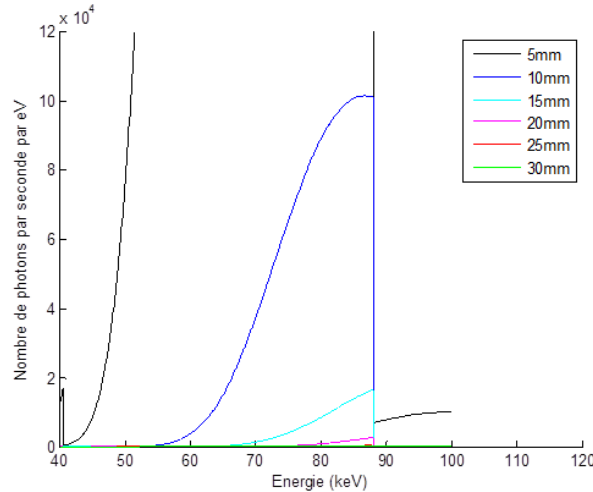


FIGURE 5.27: Spectres de l'expérience d'irradiation en fonction de différentes épaisseurs de LF5G19 sur la bande 40-100keV. Taille du faisceau : $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$.

Nous corrélons ces temps d'exposition au flux de photons X grâce aux courbes simulées sur XRV et représentées en figure 5.27. Nous calculons l'intégrale sous la courbe pour la partie haute du spectre entre 40-100keV, en nombre de *photons/s* pour un faisceau de $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$. Le flux de photons est ensuite donné par unité de surface en mm^2 . Nous considérerons que la partie basse du spectre est totalement atténuée. Ces valeurs permettent de se rendre compte du facteur d'atténuation nécessaire et des échelles de temps typiques associées au marquage. Les 20mm de LF5G19 permettent de limiter le marquage instantané obtenu sans protection à environ 30min, ce qui correspond à un facteur d'atténuation du verre de l'ordre $\sim 5,5 \times 10^5$.

TABLE 5.4: Flux de photons en fonction de l'épaisseur e de LF5G19 sur la bande 40 – 100keV et temps t de marquage expérimentaux.

$e_{LF5G19} \text{ (mm)}$	0	5	10	15	20	25
$\int_{40}^{100 \text{ keV}} \text{ (Flux)}$ (nbph/s/mm ²)	$1,47 \times 10^{12}$	$3,04 \times 10^9$	$2,58 \times 10^8$	$2,38 \times 10^7$	$2,66 \times 10^6$	$3,28 \times 10^5$
$t \text{ (min)}$	0	~ 1	< 5	< 30	30	> 30

5.3.3.2 Impact sur la qualité optique du système imageur

La protection de l'objectif et de la caméra est donc possible avec les verres plombés stabilisés de la gamme "radiation resistant glasses". Cependant l'introduction de telles épaisseurs de verre devant les objectifs en faisceau convergent introduit d'importantes aberrations qui limitent la qualité de l'image acquise par le système de détection (SMITH, 1966). Typiquement, sur l'axe la lame ajoute de l'aberration sphérique et dans le champ principalement de

la coma pour de faibles angles de champ. À partir du logiciel de conception optique OSLO, nous pouvons rentrer la formule de Sellmeier 5.9 de l'indice de réfraction du LF5G19, et modéliser l'impact de l'introduction d'une telle lame sur la qualité optique du système imageur.

$$n_{LF5G19}^2(\lambda) = 1 + \frac{1,34611327\lambda^2}{\lambda^2 - 0,0097174385} + \frac{0,142428018\lambda^2}{\lambda^2 - 0,0501911619} + \frac{0,900477176\lambda^2}{\lambda^2 - 111,959703} \quad (5.9)$$

Nous ne connaissons pas la formule exacte de la combinaison optique de l'objectif $\times 7,5$ de Mitutoyo, mais nous avons vérifié expérimentalement sur le banc de mesure visible qu'il était parfaitement corrigé des aberrations. Nous l'assimilerons donc dans le logiciel à une lentille parfaite limitée par la diffraction dans tout le champ. Il suffit de rentrer la longueur focale $f = 26,67mm$, le grandissement $\times 7,5$ ainsi que l'ouverture de $ON_{obj} = 0,21$. D'autre part, nous introduisons les paramètres de longueur d'onde d'émission du scintillateur à $550nm$, et l'angle de champ maximal d'intérêt correspondant au bord de la matrice CCD ; il s'exprime alors par :

$$\theta = \frac{Champ_{max}}{f_{\times 7,5}} = \frac{1024 * 0,99\mu m}{26,67mm} = 0,0758rad = 4,35^\circ \quad (5.10)$$

Une fois cette mise en place faite, nous rajoutons la lame de LF5G19 du côté du faisceau convergent pour analyser l'impact de l'introduction de cette lame. Nous choisirons une épaisseur de $25mm$, afin de garder une marge de sécurité quant à la protection face à l'irradiation en faisceau blanc. Le schéma optique de la simulation est illustré sur la figure 5.28 a). Nous réalisons ensuite une optimisation rapide de la position du meilleur foyer. Cette optimisation se fait à partir d'une fonction de mérite classique de type "Lobatto", en cherchant à minimiser l'écart-type du front d'onde dans la pupille et en tenant compte de trois points dans le champ (au centre, au deux tiers du champ, et en bord de champ). De multiples analyses existent dans le logiciel. Nous choisirons de représenter le front d'onde dans la pupille après traversée de l'objectif. Celui-ci, étant initialement nul à l'erreur numérique de la machine près (avant introduction de la lame), passe à $1,747\lambda$ PV et $0,47\lambda RMS$ sur axe, et pour le champ maximal de $4,35^\circ$ à $5,715\lambda$ PV et $1,022\lambda RMS$. Nous rappelons que le critère de Maréchal pour estimer si une optique est limitée par la diffraction situe la limite à $\lambda/14RMS$ soit $0,07\lambda RMS$, et $0,25\lambda$ PV. Nous retrouvons sur les surfaces d'onde représentées sur la figure 5.28 b) l'aberration sphérique sur axe (similaire au terme Z_4^0 de la décomposition en polynôme de Zernike), et dans le champ, un terme en coma (Z_3^1).

L'objectif nécessite donc une correction particulière de la combinaison optique du $\times 7,5$, qui sera réalisée par la société Mitutoyo directement. Après échange avec la société, ils nous ont confirmé la possibilité de corriger l'ensemble des aberrations (y compris chromatiques) pour une lame d'une telle épaisseur. Dans l'attente de l'approvisionnement de cet objectif corrigé et de la lame de $25mm$ de LF5G19, nous avons travaillé avec un objectif standard Mitutoyo $\times 7,5$ avec une lame de LF5G15 d'épaisseur $1mm$. Cet épaisseur n'est pas suffisante en terme de protection, mais le banc sera utilisé exclusivement en monochromatique dans la suite, pour limiter l'endommagement de l'objectif. De plus, nous vérifions avec le logiciel de simulation que toute lame d'épaisseur $< 1,5mm$ de LF5G15 n'introduit pas d'aberrations supérieures au critère de Maréchal. L'objectif ne nécessite donc pas de correction particulière dans ce cas, et il sera alors possible d'utiliser un objectif standard.

5.3. Protection de la détection face au rayonnement X

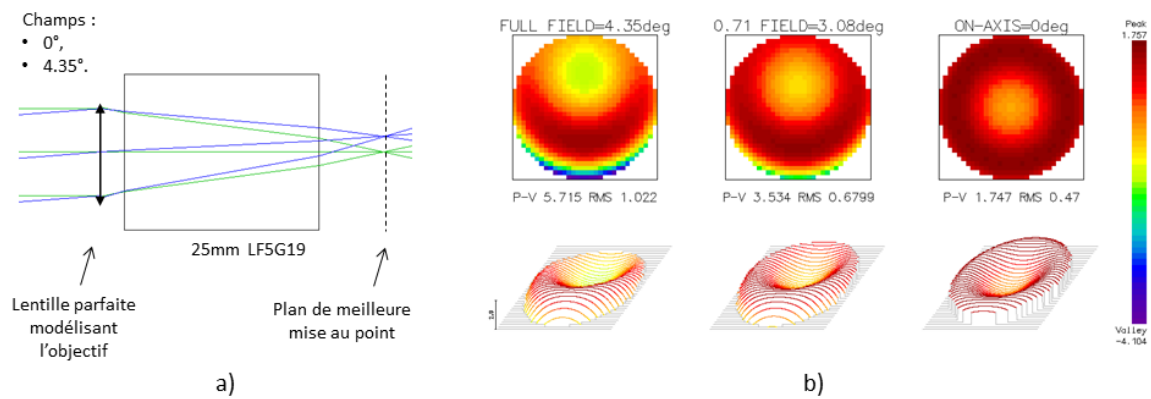


FIGURE 5.28: Aberration de l'objectif $\times 7,5$ protégé par 25mm de LF5G19, a) Schéma optique de la modélisation, b) Résultat de l'analyse du front d'onde dans la pupille en sortie d'objectif pour trois positions dans le champ 0° (pixel central), $3,08^\circ$ au deux tiers du champ et $4,35^\circ$ en bord de champ (horizontal et vertical non en diagonal). Les valeurs PV et RMS sont données en unité λ pour $\lambda = 550\text{nm}$.

5.3.3.3 Montée en température de la lame en conditions de mesure

Le dernier test que nous présenterons dans cette section concerne la tenue de la lame sous faisceau blanc. En effet, la ligne peut délivrer une charge thermique telle, que la lame peut éclater. Nous avons réalisé un enregistrement de la montée en température de la lame par un thermocouple, pour une ouverture de faisceau de $2 \times 2\text{mm}^2$, ce qui correspond au champ d'analyse de l'instrument. L'impact du faisceau sur la lame se repère sur la figure 5.29 a).

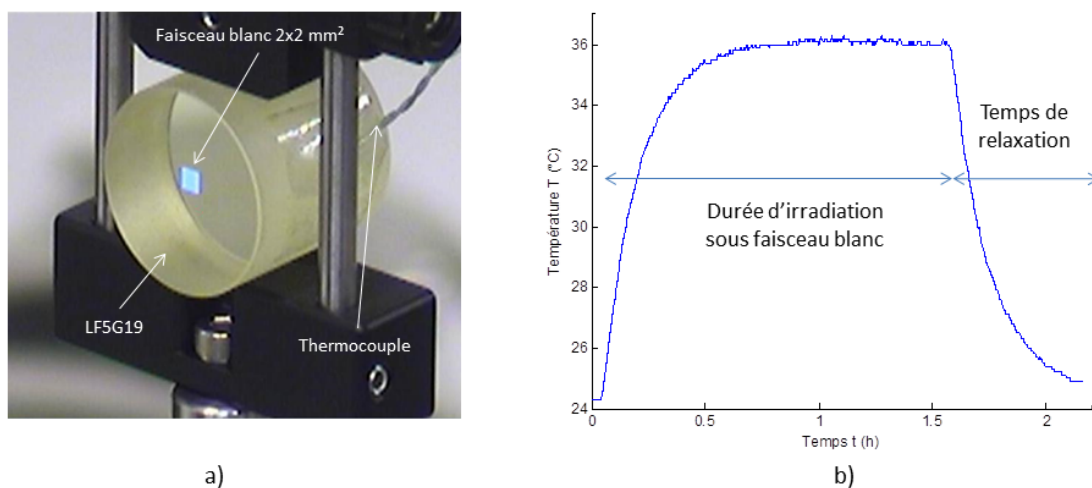


FIGURE 5.29: Montée en température sous faisceau blanc pour une intensité de charge de 500mA , a) Image prise de la caméra de visualisation de la cabane X durs. Nous y distinguons le bloc de LF5G19 de 25mm , ainsi que la source de lumière générée par le plasma de surface en face avant du verre. b) Courbe de montée en température du verre pour une ouverture du faisceau de $2 \times 2\text{mm}^2$.

Sur une exposition d'une heure et demie environ, la lame passe de 24° à $36^{\circ}C$, température pour laquelle elle se stabilise. Cette élévation de température est tout à fait modérée. Par ailleurs, dans le système final, cette charge thermique sera aussi dissipée par le support mécanique.

Cette expérience valide l'architecture de protection de la détection ; le verre ne marque pas sous rayonnement X, il coupe le faisceau X direct, et l'effet thermique dans les pires conditions de fonctionnement pour une intensité de charge de $500mA$, semble relativement restreint. Une autre architecture avec un renvoi d'angle à 90° aurait pu être choisie afin de sortir la détection de l'axe du faisceau direct. Cependant, il n'est pas certain que la couche réfléchissante déposée sur le miroir tiennent sous faisceau, d'expérience elle se noircit. D'autre part le problème de thermique sous faisceau se reporte sur la surface du miroir, ce qui revient au même que pour l'architecture en ligne. Enfin, même dans la configuration coudée, il est nécessaire de protéger l'optique d'imagerie par une lame de verre contre le rayonnement X diffusé ou généré par l'interaction du faisceau sur le miroir. L'architecture en ligne nous semble ainsi plus adaptée à notre besoin.

Chapitre 6

Résultats expérimentaux

Sur les trois années de thèse nous avons réalisé plus de 11 semaines d'expériences sur la Ligne Métrologie. Nous présenterons ici une partie des résultats obtenus de sorte à illustrer le cheminement de développement de l'instrument. Une fois le concept interférométrique d'achromatisation des performances validé expérimentalement, nous présenterons des analyses de métrologie optique sur faisceau X, démontrant les performances de mesure du système. Enfin, nous terminerons ce chapitre par des résultats d'imagerie de phase sur divers échantillons.

6.1 Validation du concept interférométrique sur la ligne Métrologie et Tests de SOLEIL

Les codes de simulation développés sur la diffraction et le traitement des interférogrammes ont été validés expérimentalement au travers de plusieurs expériences, dont la reproduction de l'effet Talbot dans le cas d'un réseau en damier, puis la calibration du modèle de l'instrument et son comportement à différentes énergies et distances entre le réseau de phase et la détection. Nous avons pu ainsi valider le concept interférométrique d'achromatisation des performances. L'ensemble de ces expériences de validation a été effectué sur des réseaux de diffraction en or déposé sur silicium. Nous terminerons par la caractérisation du réseau définitif déposé sur diamant.

6.1.1 Talbot 2D

L'une des premières expériences de cette thèse nous a permis de nous rendre compte de l'impact de la transmission des plots du réseau, et par la même occasion de vérifier la justesse de nos codes de propagation, outils clés dans la simulation, et la vérification des formules théoriques de diffraction d'un damier en fonction de ses paramètres de transmission et déphasage (t, φ).

Nous avons choisi de reproduire l'expérience de Lord Talbot dans le domaine des rayons X avec un réseau de diffraction en damier. Il s'agissait du réseau de la thèse précédente de période $6 \times 6 \mu\text{m}^2$ en vertical et en horizontal avec une épaisseur de plot de $3 \mu\text{m}$ d'or (RIZZI, 2013). L'expérience a consisté à réaliser une série d'images à de multiples positions après le réseau pour observer l'évolution du maillage de franges. L'expérience s'est déroulée en monochromatique à l'énergie de $14, 24 \text{keV}$ pour se placer à un accord proche de π ($0, 97\pi$ exactement). Pour une telle configuration expérimentale, la distance de Talbot $Z_T(@14, 24 \text{keV})$ est égale à $0, 8269 \text{m}$. Le balayage en z a été effectué entre 3 et 43cm de sorte à couvrir une gamme de distance entre $[0, Z_T/2]$, avec un pas fin de $200 \mu\text{m}$.

D'autre part, afin de pouvoir réaliser un recalage numérique de chaque interférogramme sur un pixel de référence (pixel central en $(1024, 1024)$), et afin de toujours considérer la

même portion du réseau, nous avons ajouté un trou de $500\mu m$ sur le support du réseau. De cette façon, nous nous affranchissons des problèmes d'alignement et de coaxialité entre l'axe du faisceau X et l'axe de recul de la détection. De plus, délimiter une même portion de réseau permet de s'affranchir des éventuelles inhomogénéités d'épaisseur de réseau, et donc d'accord de phase des dames. Le recalage numérique se fait à partir d'un algorithme de segmentation, par seuillage fixe, permettant de constituer un masque binaire de valeur 1 dans la pupille et de valeur nulle ailleurs. Par suite, le barycentre de la pupille est calculé afin de recalcr les différents interférogrammes entre eux. Ce recalage ne se fait qu'au pixel près et peut mener à des écarts maximaux de deux pixels entre deux interférogrammes consécutifs. Afin de pouvoir bien observer ces franges, nous avons utilisé l'objectif de plus fort grossissement que nous avons à disposition : un $\times 20$ de chez Olympus utilisé avec un oculaire de projection standard ($f = 200mm$) à une distance d'environ $f/2$ de la matrice CCD. Le grossissement total était en réalité de $g = 11,6$, avec un champ de mesure de $1,3 \times 1,3mm^2$. Le pixel effectif était donc de $\sim 0,64\mu m$ ce qui mène à un échantillonnage de 9,4 pixels par période de réseau dans les deux dimensions.

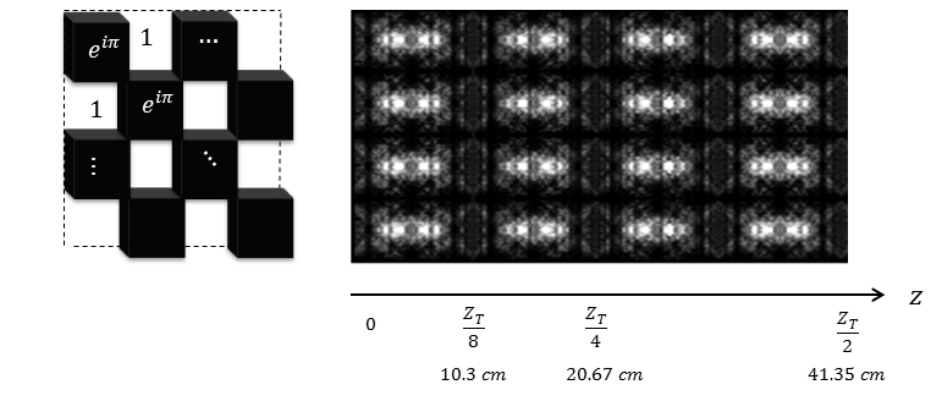


FIGURE 6.1: Effet Talbot 2D pour un damier diffractant π de transmission uniforme $t = 1$ entre 0 et $Z_T/2$.

La simulation 6.1 rappelle l'évolution des franges derrière un réseau en damier π de transmission uniforme $t = 1$ entre 0 et $Z_T/2$. Cependant, expérimentalement nous n'avons pas du tout obtenu l'évolution attendue, du fait de l'effet de transmission des dames d'or. Ici, la transmission des dames est de l'ordre de 41%; celles-ci sont donc très absorbantes, ce qui modifie les figures de Talbot en propagation, et démontre que le réseau est non seulement un réseau de phase, mais également un réseau d'amplitude.

La figure 6.2 montre l'image globale de la caméra avec la pupille d'analyse délimitée par le trou de $500\mu m$, ainsi qu'un zoom de l'interférogramme sur 5 périodes de réseau indiquant les coupes horizontale et verticale qui ont été faites. Après recalage des différents interférogrammes, ces coupes horizontale et verticale permettent de suivre l'évolution de la figure d'interférence en propagation, telle que donnée par la figure 6.2 c). Une simulation tenant compte à la fois de l'effet de transmission et de phase, de l'échantillonnage des franges, et du filtrage introduit par la qualité optique de la combinaison est également reportée. Les deux coupes illustrent de façon attendue la même évolution de franges et s'accordent très bien d'un point de vue qualitatif avec la simulation. Un même temps d'acquisition de 20s par interférogramme a été conservé sur l'ensemble du balayage. Par conséquent, nous estimons que la diminution moyenne d'intensité, que nous observons en propagation est due à l'absorption du rayonnement X dans le substrat de silicium et dans l'air, ainsi qu'à la cohérence partielle de la source.

L'interférogramme illustré sur la figure 6.2 est pris à la distance de 3cm derrière le réseau. Il se décompose en deux maillages de franges reproduisant la géométrie du réseau en damier. L'un est plus intense que l'autre, et après chaque position multiple de $Z_T/8$ nous observons une inversion des rapports d'intensité entre ces deux maillages. La table 6.1 résume les distances de transition théoriques attendues, ainsi que celles simulées et expérimentales. Ces dernières (simulées et expérimentales) sont données à l'échantillonnage du balayage près, soit $0,2\text{mm}$.

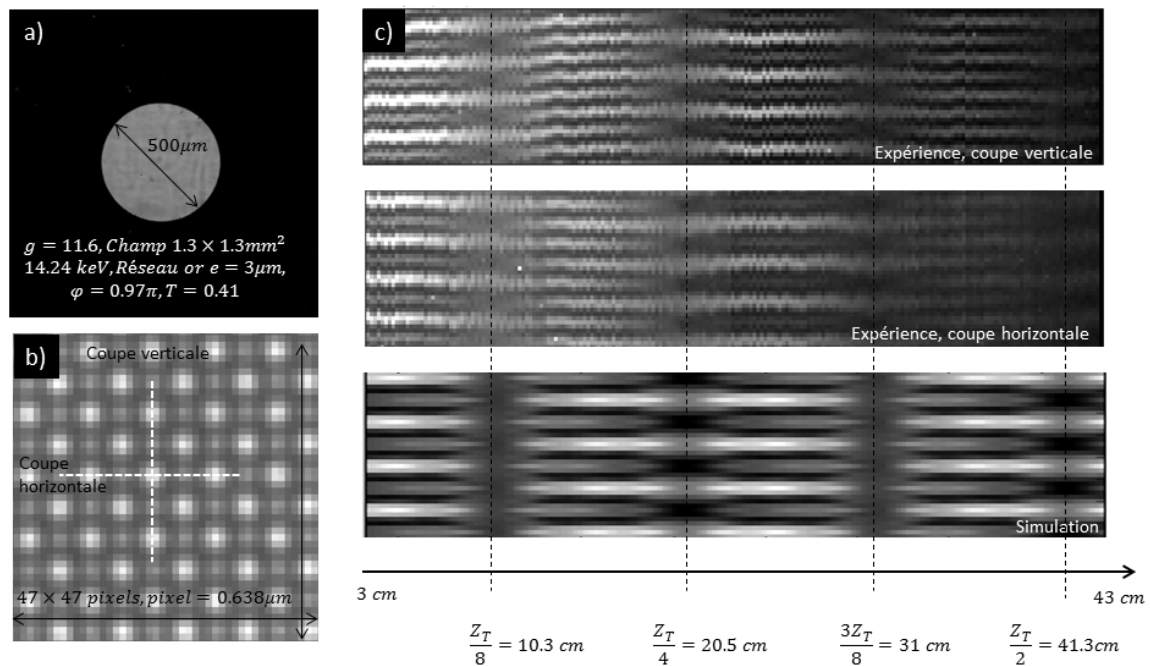


FIGURE 6.2: Reproduction de l'expérience de Talbot avec un damier diffractant en or, dont les plots mesurent $e = 3\mu\text{m}$. Éxpérience reproduite sur la gamme de distance 0 à $Z_T/2$. a) Un interférogramme est acquis par le système de détection indirecte ; nous y observons l'empreinte du faisceau passant dans le trou de $500\mu\text{m}$. b) Zoom sur 5×5 périodes du maillage de franges, c) Figures de Talbot expérimentales obtenues après recalage, d'abord selon une coupe verticale, puis horizontale, et enfin la reproduction par simulation. La perte d'intensité en propagation est attribuée à l'absorption du rayonnement X et à la cohérence partielle de la source.

TABLE 6.1: Distances d'annulation du contraste des franges du maillage droit.

Distances théoriques (cm)	$Z_T/8 = 10,34$	$Z_T/4 = 20,67$	$\frac{3}{8}Z_T = 31,01$	$Z_T/2 = 41,35$
Distances simulées (cm)	10,38	20,70	31,10	41,38
Distances mesurées (cm)	10,10	20,90	31,10	41,40

La correspondance entre théorie, simulation et expérience est alors satisfaisante. Cette expérience représente une étape clé des développements interférométriques, car elle a mis

en évidence un phénomène que nous n'avions pas anticipé ; le fait qu'un damier en or soit à la fois un damier de phase et un damier d'amplitude. Elle a été à l'origine du développement d'un modèle théorique pour rendre compte de la diffraction d'un réseau en damier dans le cas général en fonction des paramètres (φ, t, z) , voir sections 3.4.1 et 3.4.2 du chapitre 3

6.1.2 Validation du modèle de l'instrument et de l'optimisation

Dans la suite, nous allons présenter la validation expérimentale du modèle de l'instrument aux travers de plusieurs expériences. Pour chacune d'entre elles, nous analyserons les répétabilités de l'instrument à différentes énergies et positions. Du fait de l'architecture "éclatée" de l'interféromètre, toutes les répétabilités seront filtrées des basculements du front d'onde en x et y . Nous avons en effet constaté expérimentalement, que le défaut de mesure prépondérant dans cette configuration expérimentale, correspond bien au basculement même si nous faisons en sorte de prendre les mesures successives dans un laps de temps restreint afin de s'affranchir le plus possible des mouvements des éléments entre eux. Ces mouvements génèrent d'autres aberrations que nous n'avons pas filtré, par conséquent, les répétabilités présentées correspondent à des valeurs hautes en comparaison à ce que nous obtiendrons avec l'instrument une fois monté dans sa structure mécanique finale. Ce filtrage ne sera pas appliqué dans la version finale de l'interféromètre.

La deuxième expérience clé a donc consisté à vérifier expérimentalement les tendances du modèle de l'instrument complet, ainsi que le critère adéquat pour l'optimisation du réseau. Pour ce faire, nous avons utilisé un autre réseau de diffraction en or déposé sur substrat silicium, d'épaisseur $1,5\mu m$, de période $6,1\mu m$ dans les deux dimensions, et développé dans le cadre de la collaboration avec Thales R&T. L'expérience consiste à placer le réseau de diffraction sur une platine motorisée, elle-même solidaire du banc de mesure interférométrique, comme représenté sur la figure 6.3.

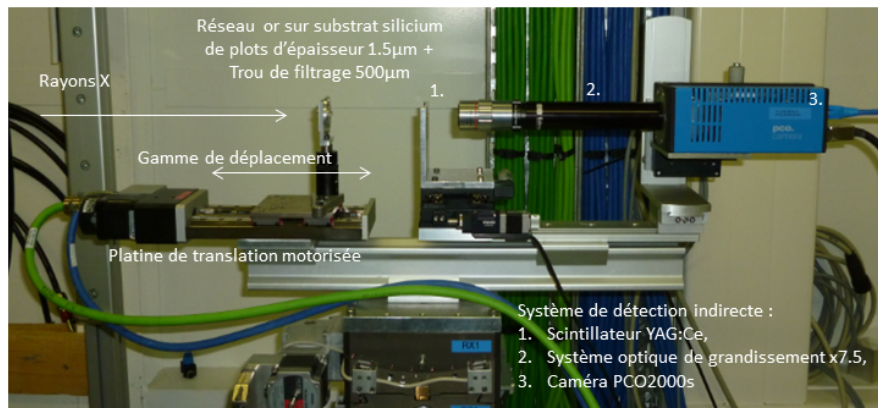


FIGURE 6.3: Première version du banc interférométrique : Expérience de validation du modèle en propagation.

La détection indirecte est mise en place avec le montage optique de grandissement $\times 7,5$ assurant un échantillonnage optimal des harmoniques dans le plan Fourier. Pour toutes les énergies entre 10 et $25keV$, nous avons balayé la gamme de distance $8-18cm$ par pas de $5mm$ en prenant une série de 5 interférogrammes pour chaque distance z . Pour chaque série, il y a donc 10 combinaisons non redondantes de deux interférogrammes, ce qui permet de

moyenner les résultats sur 10 mesures de répétabilité. De sorte à toujours travailler sur la même portion de réseau, nous utilisons un trou délimitant une pupille de 1mm de diamètre. Après recalage, nous avons extrait pour chaque image une portion d'interférogramme carré de 512×512 pixels comme support de la mesure de répétabilité.

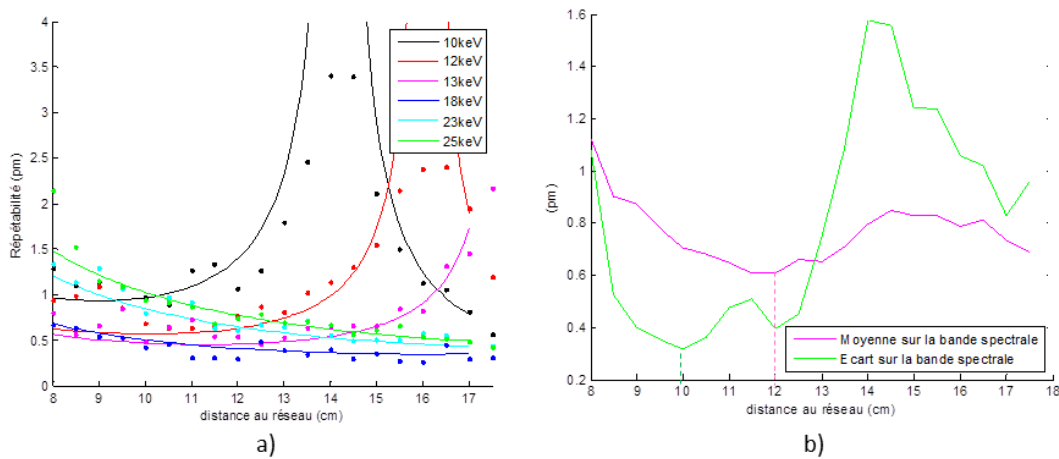


FIGURE 6.4: Validation du modèle de l'instrument, a) Test du modèle en propagation, recalage théorique en trait plein et mesures symbolisées par les points pour les énergies 10, 12, 13, 18, 23 et 25keV . b) Calcul à partir des données mesurées de l'écart maximum (vert) et de la moyenne (magenta) des répétabilités sur toute la bande spectrale.

Nous présentons sur la figure 6.4 a), les résultats des répétabilités obtenus pour chaque position, pour les énergies de 10, 12, 13, 18, 22 et 25keV . Les points symbolisent les mesures et les courbes en trait plein la modélisation théorique. Concernant la modélisation théorique, nous avons fixé un même niveau de bruit pour toutes les énergies énergie, sauf celle à 10keV . En effet, du fait de l'absorption du silicium, cette hypothèse n'est en réalité pas valide sur tout le spectre. Le temps d'acquisition de la caméra est limité à 60s et nous n'atteignons pas un niveau de signal constant sur toute la gamme spectrale. Comme le bruit prédominant dans notre système est le bruit de photons, notre modèle décroche pour les basses énergies. Ce décrochement n'est pas critique pour la plupart des énergies, sauf celle à 10keV ; nous avons donc rehaussé le niveau de bruit pour cette énergie. Nous présenterons une discussion sur l'adaptation du modèle de bruit en fonction de l'énergie dans la suite. D'autre part, les valeurs prédites à faible rapport signal sur bruit (pics de répétabilités autour des valeurs de $Z_T/4$) sont trop élevées, mais ceci ne pose pas de problème majeur puisque nous évitons ces positions lors de la conception.

Nous avons calculé ensuite à partir des données recueillies l'écart maximum (vert) ainsi que la valeur moyenne (magenta) sur la totalité de la bande spectrale de 10 à 25keV [figure 6.4 b)]. Les minima globaux de ces deux courbes se trouvent respectivement à 10cm et $11\text{--}12\text{cm}$. Théoriquement, à partir du code d'optimisation, nous avons trouvé que, pour un tel réseau et sur cette bande spectrale (section 5.1.3), les positions de ces minima étaient de 10cm ($0,1725Z_T(@10\text{keV})$) et $12,2\text{cm}$ ($0,21Z_T(@10\text{keV})$) ce qui est tout à fait cohérent.

De plus, le croisement des énergies la plus basse et la plus haute (10 et 25keV) se fait proche de 10cm , ce qui est cohérent avec ce que nous attendions à partir du modèle. Cette position correspond bien à la position de minimisation de l'écart des répétabilités sur la bande spectrale comme nous l'avons fait remarquer en section 5.1.3.

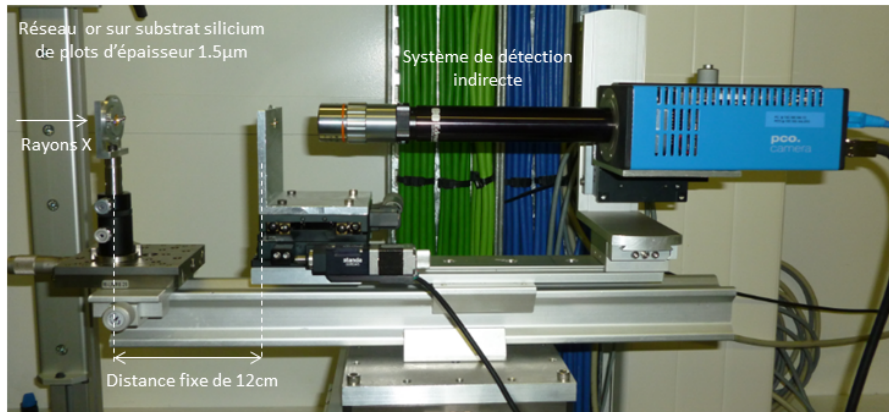


FIGURE 6.5: Deuxième version du banc interférométrique : Validation du concept d'achromatisation des performances.

Enfin, nous avons choisi de placer le réseau à 12cm de la détection, distance qui minimise la valeur moyenne des répétabilités sur la bande spectrale de travail. Le banc expérimental est représenté sur la figure 6.5. Pour chaque énergie entre 10 et 25keV , nous avons alors pris une série de 10 interférogrammes. Nous avons ensuite calculé 5 séries de répétabilités moyennées sur 10 couples non redondants et nous avons atteint les performances de répétabilité de la figure 6.6, toujours sur des supports d'interférogrammes carrés de 512×512 pixels. Sont représentées la répétabilité moyenne, la répétabilité minimale obtenue à chaque énergie. La barre d'erreur a été calculée en appliquant la loi de Student (SAPORTA, 2006), qui stipule qu'un intervalle de confiance de 97,5% encadrant la moyenne est obtenu par multiplication de l'écart-type des 5 séries par un facteur 2,571. Selon les séries, les barres d'erreur sont plus ou moins larges. Ceci dépend de la fiabilité du banc de mesure. En effet, le banc n'est pas parfaitement stable, et chacun des éléments peut bouger, générant des défauts de mesure (même hors basculement qui est ici filtré) dégradant la valeur de répétabilité.

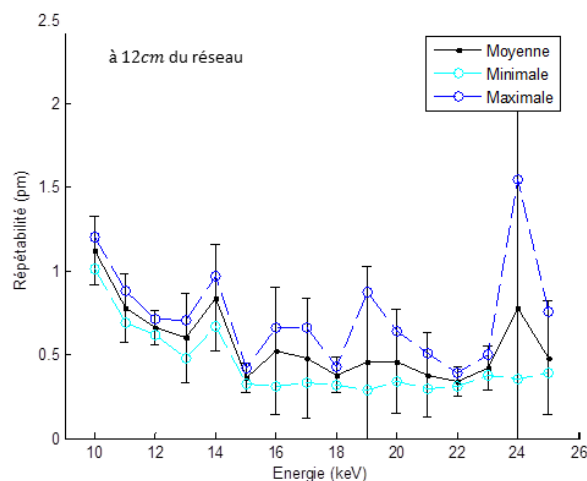


FIGURE 6.6: Validation du modèle de l'instrument, répétabilités sur tout le spectre de 10 à 25keV pour une distance d'analyse de 12cm .

En effet, tout déplacement d'éléments de l'interféromètre, ou variation des conditions de mesure sur la ligne peut impacter la mesure de répétabilité, et notamment la barre d'erreur associée. C'est ce qui s'est passé par exemple pour la série à $24keV$, pour laquelle la barre d'erreur est extrêmement large. Un autre point intéressant concerne le fait que la répétabilité augmente sensiblement aux basses énergies. Ceci provient de la somme de deux effets : d'une part la baisse de transmission du substrat en silicium aux basses énergies, limitant le rapport signal sur bruit des interférogrammes et donc la valeur de répétabilité, et d'autre part, le fait que la position de minimisation de la moyenne ne correspond pas à la position d'achromatisation des performances.

Pour l'expérience suivante, nous nous sommes placés ensuite, dans une configuration interférométrique permettant d'obtenir l'achromatisation des performances de l'instrument, avec un réseau optimisé de $1,3\mu m$ d'épaisseur, déposé sur substrat silicium, en fixant la distance réseau scintillateur à $11cm$ (position donnée par le code d'optimisation). Lors de cette expérience, nous avons travaillé avec un nouvel objectif $\times 7,5$ que nous avons protégé avec une lame de $1mm$ d'épaisseur de LF5G15 que nous avons à disposition. L'épaisseur n'est pas suffisante pour totalement protéger l'objectif, mais ceci permet à la fois de limiter la dégradation de l'objectif neuf et de tester la validité expérimentale du concept de protection de l'objectif. Le banc expérimental est représenté sur la figure 6.7.

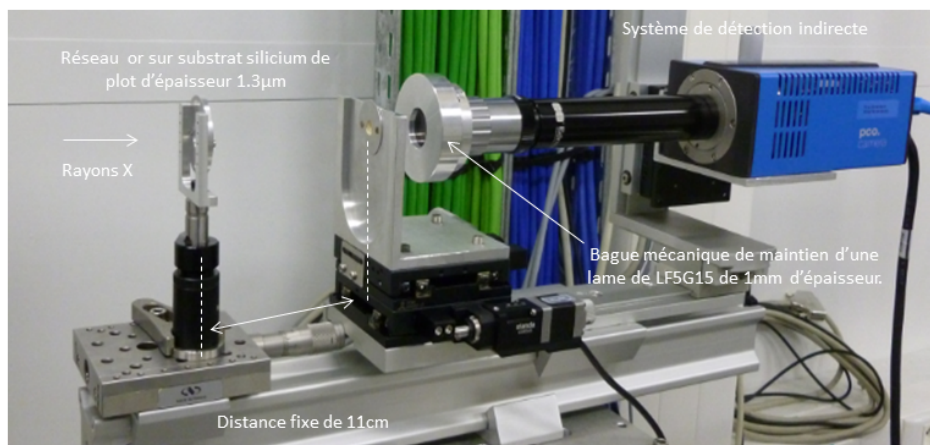


FIGURE 6.7: Troisième version du banc interférométrique : réseau or déposé sur substrat silicium, épaisseur des plots de $1,3\mu m$ avec protection de la détection par une lame de $1mm$ de LF5G15. Deuxième partie de la validation du concept d'achromatisation des performances.

Nous nous attendons donc ici à obtenir des valeurs de répétabilité très proches à 10 et $30keV$, mais en réalité, à basse énergie en dessous de $12keV$, les valeurs de répétabilité restent toujours plus élevées que l'attendu. En revanche, entre 12 et $30keV$, nous obtenons des répétabilités inférieures à $0,5\mu m RMS$. La valeur minimale de répétabilité est obtenue à $16keV$ et vaut $0,25\mu m RMS$; la moyenne sur la bande spectrale 10- $30keV$ est de $0,5\mu m RMS$, valeur rehaussée par les répétabilités à basse énergie dont la plus haute à $10keV$ vaut $2,25\mu m RMS$. La figure 6.8 représente ces résultats de répétabilité sur toute la bande en fonction en l'énergie. Les performances inférieures à $0,5\mu m RMS$ sont parfaitement acceptables vis-à-vis de nos objectifs, ce qui n'est pas le cas de celles à plus basses énergies.

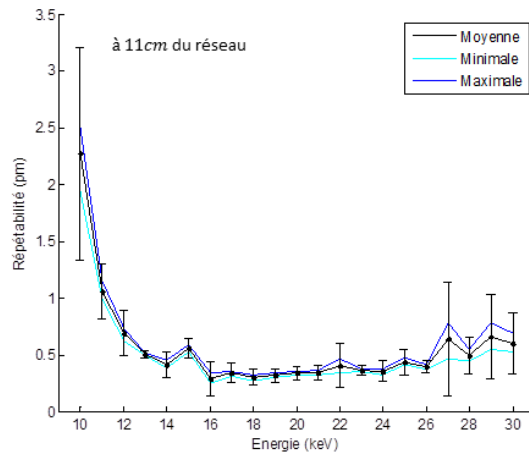


FIGURE 6.8: Résultats du réseau 1, $3\mu m$ sur substrat silicium. Valeurs de répétabilité sur la bande spectrale 10-30keV, pour une distance réseau/détection de 11cm.

Afin de constater l'écart des conditions de mesure entre basses et hautes énergies, nous avons calculé l'intensité moyenne des interférogrammes à chaque énergie. La courbe représentative est reportée en figure 6.9 a). Le niveau moyen des interférogrammes est quasi-constant entre 17 et 30keV et se trouve autour de 17000 niveaux de gris sur l'image caméra. En revanche, entre 10 et 15keV, le signal détecté est tellement faible que même en augmentant le temps d'acquisition caméra à 60s il n'est pas possible d'atteindre un niveau moyen aussi élevé que sur la bande 17-30keV.

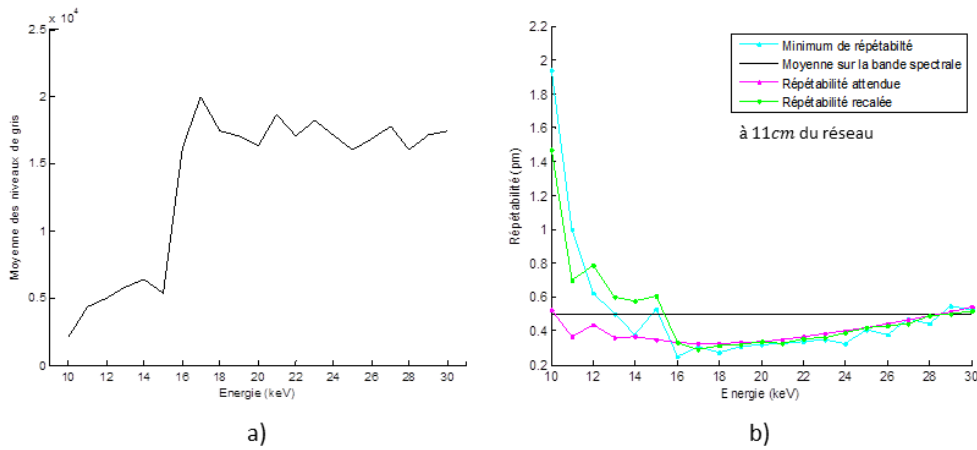


FIGURE 6.9: Résultats du réseau 1.3 μm sur substrat silicium, a) Évolution du niveau de gris moyen des interférogrammes en fonction de l'énergie de travail, b) Recalage théorique de la mesure en pondérant le modèle par les variations de niveau moyen des interférogrammes observées sur a).

En tenant compte de cette limitation expérimentale associée au substrat en silicium très absorbant à basse énergie (épaisseur de $280\mu m$), nous pouvons incorporer ces variations de signal dans le modèle théorique que nous avons développé. Dans un premier temps, nous choisissons arbitrairement de recalcr le bruit des interférogrammes simulés sur le bruit des interférogrammes de mesure à l'énergie 17,2keV, pour ce faire il suffit de prendre la racine

carrée du nombre de niveaux moyen de l'image. Puisque l'instrument est limité par le bruit de photons visibles, cette racine nous donne une idée de la valeur de bruit. Puis, afin de tenir compte des variations du niveau moyen des interférogrammes (et donc des variations de bruit), nous avons calculé le rapport de la racine de chacun des points de la courbe en figure 6.9 a) avec la valeur de la racine de l'énergie choisie comme référence à $17,2keV$. Ainsi, le rapport de ces racines nous donne le facteur correctif à appliquer pour tenir compte des différences de signal détecté en fonction de l'énergie. Par exemple, à l'énergie $17,2keV$, nous avons une valeur moyenne de l'interférogramme de 19963 niveaux de gris pour 30s de temps d'acquisition. De même, nous avons à $10keV$ seulement 2280 niveaux de gris pour un temps d'acquisition de 60s. Le rapport des racines carrés donne un facteur 3,11, donc dans le modèle nous multiplions ce facteur correctif à la courbe prédite théoriquement avec un rapport signal sur bruit constant recalé à $17,2keV$. Nous procédons alors de la même façon pour toutes les énergies. Nous noterons que ce rapport est presque unitaire pour toutes les énergies entre 18 et $30keV$ au vu de la courbe 6.9 a). Le b) de cette même figure représente alors, en couleur cyan, les répétabilités minimales obtenues à chaque énergie, en couleur magenta, la prédiction du modèle pour un bruit constant sur toute la bande, et en vert le modèle recalé en tenant compte de la variation de signal liée à l'énergie de travail.

Nous obtenons un très bon accord entre prédiction du modèle et résultats expérimentaux, ce qui conforte la validité du modèle de l'instrument, mais également démontre l'impact du substrat en silicium sur la dégradation de la répétabilité à basse énergie. D'un point de vue instrumental, il devient donc impératif de travailler sur un substrat plus transparent à basse énergie comme le diamant, afin de ne plus limiter les performances de l'instrument en-dessous de $15keV$.

6.1.3 Cas du réseau à plots cylindriques sur substrat diamant

Afin de pouvoir gagner en performance de mesure à basse énergie, nous avons donc souhaité déposer le réseau en or sur un substrat en diamant d'une épaisseur de $150\mu m$. De plus, les propriétés de dilatation et conduction thermique de ce matériau sont idéales, puisqu'il se dilate très peu thermiquement et évacue très rapidement la chaleur. Ceci est important d'un point de vue instrumental, car en faisceau blanc la puissance déposée sur le réseau en or est une contrainte à prendre en considération ; un tel substrat permet alors également de préserver la structure diffractante.

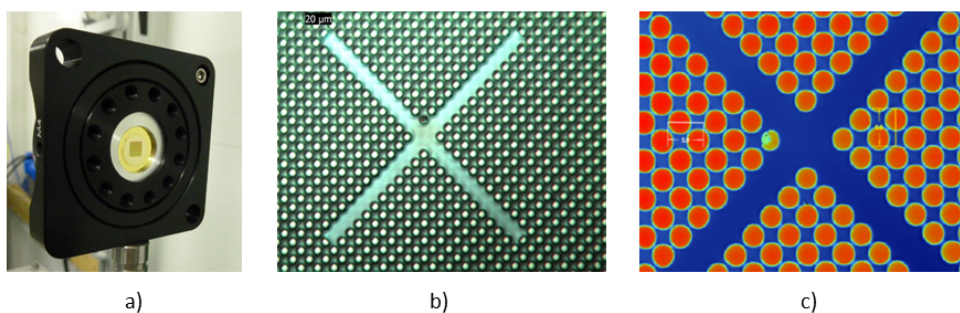


FIGURE 6.10: Réseau déposé sur diamant, a) Réseau or déposé sur disque de diamant sur un support rotatif, b) Image visible au microscope, c) Image au microscope interférométrique, ces deux dernières images ont été effectuées par Fayçal Bouamrane à Thales R&T.

Contrairement aux réseaux déposés sur silicium, la taille du substrat est ici beaucoup plus petite. En effet dans le premier cas, nous utilisons des substrats standards de l'industrie microélectronique de 2 ou 3 pouces de diamètre. Plusieurs réseaux de diffraction étaient réalisés sur un même substrat et il était possible de sélectionner les plus réussis du lot. Ici le substrat en diamant est plus petit : il mesure 20mm de diamètre et une seule structure diffractante est déposée en son centre [figure 6.10 a)]. Si le processus de réalisation était bien maîtrisé pour les substrat en silicium, de nouveaux tests et analyses ont été nécessaires pour fiabiliser le processus de dépôt sur diamant. En effet comme représenté sur les figures 6.10 b) et c), la structure finale est encore assez éloignée du damier parfait. Les plots d'or sont ici, et de façon inexplicable pour le moment, complètement cylindriques malgré le fait que le masque de chrome utilisé pour la lithographie UV soit en damier. D'autre part, lors de la croissance électrolytique, l'épaisseur d'or déposée n'était pas bien maîtrisée ; les calibrations faites sur silicium ne sont plus valables. Le réseau final est donc composé de plots circulaires, et d'épaisseur $1,9\mu\text{m}$ pour un pas de $5,9\mu\text{m}$. Comme nous pouvons le constater le rapport de surface entre rouge et bleu n'est pas équilibré ce qui introduit de nombreux ordres de diffraction supplémentaires, invalidant les calculs de diffraction effectués dans le cadre théorique des damiers diffractants.

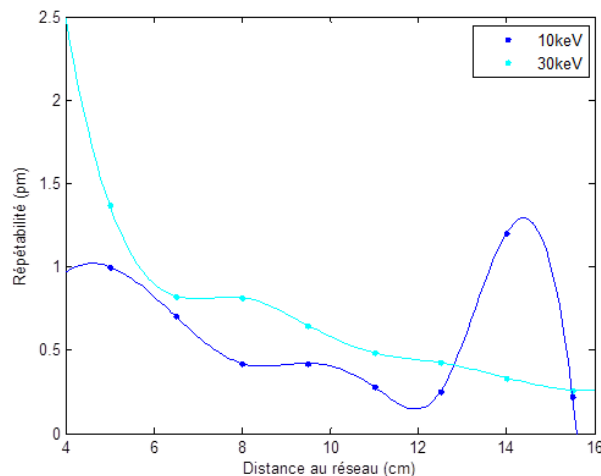


FIGURE 6.11: Résultats du réseau déposé sur diamant. Détermination de la position de repliement spectral des performances à $12,6\text{cm}$.

Le modèle n'étant plus valable, nous avons choisi ici une approche expérimentale pour retrouver la position d'achromatisation des performances de l'instrument. Pour repérer cette position, il suffit de balayer une gamme de distance derrière le réseau à la plus haute et à la plus basse énergie et repérer le point de croisement de celles-ci. À cette position les répétabilités en bord de bande sont égales, et celles aux énergies intermédiaires devraient être plus faibles. Les résultats expérimentaux de ces balayages ont été reportés sur la figure 6.11 a). Les points représentent les répétabilités mesurées à chaque position, et nous avons ajouté une courbe de visualisation de la tendance générale en trait plein par deux fonctions interpolatrices de type "spline cubique". À la lumière de ces résultats, nous avons choisi de fixer la distance à $12,6\text{cm}$ pour la caractérisation en énergie illustrée en figure 6.12 a) et b). Le concept d'achromatisation des performances sur la bande est alors validé : toutes les répétabilités mesurées sont inférieures à $0,43\text{pm RMS}$, valeur obtenue à 30keV . À 10keV la répétabilité s'élève à $0,41\text{pm RMS}$ et peut être considérée comme égale à celle à 30keV . La répétabilité moyenne est de $0,29\text{pm RMS}$ et la plus faible valeur est obtenue à 23keV et

vaut $0,23\text{pm RMS}$. A titre indicatif, la répétabilité moyenne correspond à $\sim \lambda/214$ pour $\lambda = 62\text{pm}$ (20keV). Ces valeurs sont en parfait accord avec nos besoins en termes de métrologie optique sur faisceau synchrotron.

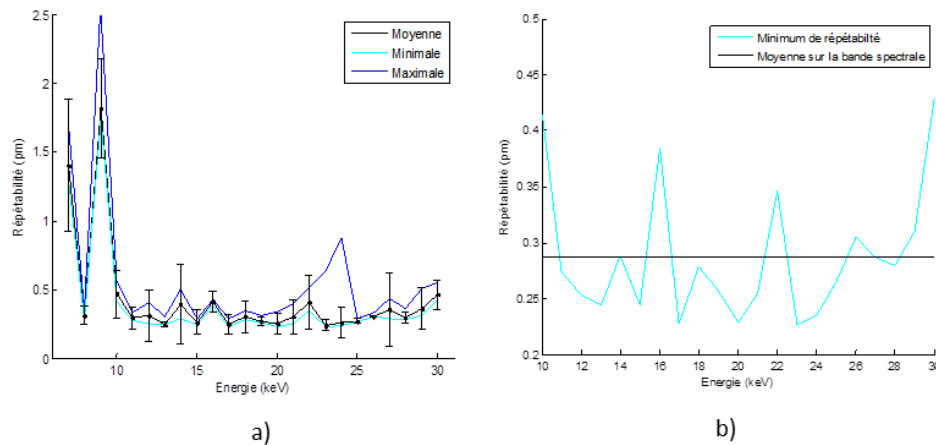


FIGURE 6.12: Résultats du réseau déposé sur diamant, a) Caractérisation en énergie de 7 à 30keV , b) Performances sur la bande spectrale $[10; 30]\text{keV}$. Répétabilité moyenne de $0,29\text{pm RMS}$.

Nous avons donc ici démontré que le concept d'achromatisation des performances de mesure d'un interféromètre à réseau n'est pas valable uniquement dans le cas des réseaux en damier ; celui-ci est plus général et semble s'appliquer à tous types de réseaux. D'autre part, même si notre modèle ne correspond plus pour ce réseau, nous avons présenté une démarche expérimentale permettant de retrouver la distance de repliement spectral des performances. Grâce au substrat en diamant nous pouvons conserver un même niveau moyen de signal sur toute la bande spectrale en jouant sur les temps d'acquisition de la caméra. Pour cette expérience, ils étaient de 40 , 15 et 45s respectivement pour 10 , 18 et 30keV , et les niveaux de gris associés sont de 15123 , 16172 et 12775 , valeurs globalement constantes sur la bande spectrale. Nous ferons remarquer que la disparité des temps d'acquisition est associée au rendement du cristal de YAG, celui-ci étant piqué autour $17,2\text{keV}$, et plus faible au deux énergies de bord de bande spectrale.

De plus, puisque le diamant est transparent même en dessous de 10keV , nous avons poussé l'étude des répétabilités jusqu'à 7keV . À 9keV elle augmente fortement car l'on s'approche d'une position d'annulation de l'amplitude des harmoniques de travail. L'énergie à 8keV semble exploitable et conduit à une répétabilité de $0,28\text{pm RMS}$. À 7keV le flux de photons limite de nouveau le niveau moyen des interférogrammes et la répétabilité remonte à $1,29\text{pm RMS}$.

Enfin, nous ferons remarquer que les valeurs au dessus du picomètre RMS sont diagnostiquées comme trop élevées, mais cela dépend en réalité de l'application. Pour la métrologie de miroir, le rapport signal sur bruit à ces basses énergies sera limitant et ne permettra pas de résoudre les défauts résiduels d'optiques limitées par la diffraction. Toutefois, pour des optiques moins performantes ou pour l'imagerie de phase d'objets usuels, ces valeurs de répétabilité sont suffisantes. C'est avec ce banc que nous avons par la suite réalisé les mesures d'optiques X, et une partie des images de phase présentées dans les sections suivantes. Nous rappellerons le cas échéant si le réseau de diffraction utilisé diffère de celui sur diamant.

6.2 Application à la métrologie sur faisceau X

Cette section est dédiée à l'application du banc de mesure interférométrique X durs développé au cours de la thèse, à la mesure de deux optiques X réfléchissantes en incidence rasante, l'une limitée par la diffraction, l'autre non. Avant de détailler la configuration expérimentale de test, nous reviendrons sur le réglage du banc de mesure et l'analyse de l'impact d'un mauvais réglage ou d'une variation de celui-ci entre deux mesures.

6.2.1 Réglage de l'instrument

Chaque expérience de test, validation intermédiaire, ou application du banc de mesure se déroule de la même façon. La première étape consiste à régler la détection indirecte. Le réglage se déroule dans un premier temps en visible dans la cabane d'expérience, en éclairant le scintillateur par une lumière blanche. Il est alors possible de réaliser une première mise au point grossière sur les poussières en surface du scintillateur. La mise au point fine se fait sur faisceau X et plus précisément sur les franges d'interférences générées par le réseau. Elle se fait en maximisant l'amplitude de la modulation, le plus souvent à l'œil, mais elle pourrait également être réalisée par suivi de l'évolution de l'amplitude maximale des harmoniques de travail dans le plan Fourier. Cette mise au point fine se fait à distance depuis la cabane de contrôle/commande par action de la motorisation sur laquelle le support du scintillateur est fixé. L'incrément le plus faible est de $1\mu\text{m}$ ce qui permet un réglage fin de la mise au point.

Le deuxième point de réglage du banc correspond à la distance entre réseau et scintillateur. Celle-ci est fixée soit en fonction de la valeur de distance optimisée par les codes de simulation, soit expérimentalement comme dans le cas du réseau déposé sur diamant. Enfin le dernier point de réglage consiste à orienter au mieux le réseau de diffraction, et donc les franges, par rapport à la caméra. Ce réglage se fait en général à la main dans la cabane d'expérience et de façon itérative en suivant l'angle des harmoniques dans le plan Fourier. Une fois l'orientation optimisée, le réglage est verrouillé de sorte à ce que le réseau ne bouge plus sur son support.

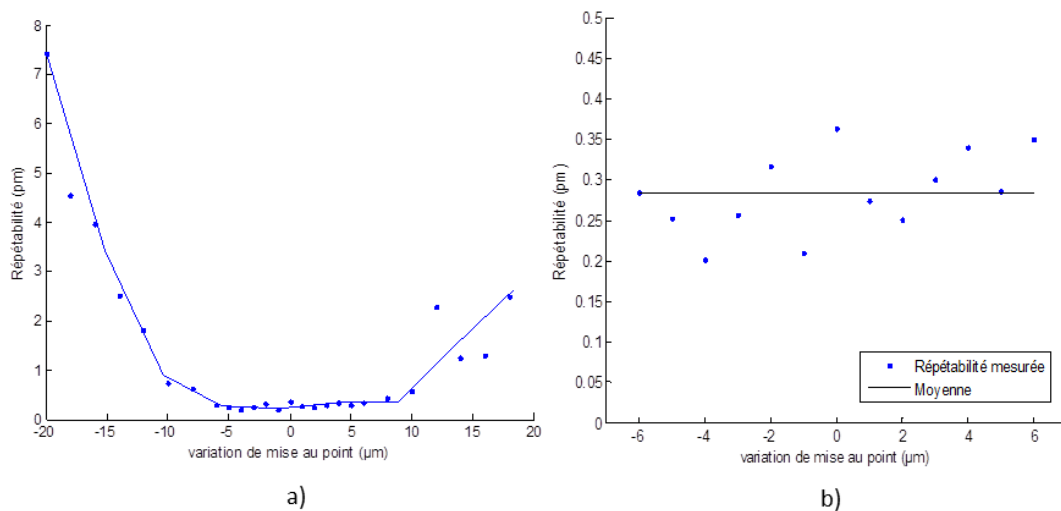


FIGURE 6.13: a) Impact de la mise au point du système optique sur les franges projetées sur le scintillateur. Les points correspondent aux valeurs mesurées et la courbe en trait plein à une fonction spline de visualisation de la tendance, b) Zoom sur la profondeur de champ de l'objectif, répétabilité moyenne de $0,28\text{pm RMS}$.

Le premier réglage que nous allons étudier correspond à la mise au point du système optique sur les franges. L'énergie est fixée à $18keV$ pour cette analyse. À partir de la position de meilleure mise au point trouvée, nous défocalisons le scintillateur de $-20\mu m$ (vers l'objectif), puis nous reculons par pas de $2\mu m$, sauf sur la profondeur de champ de l'objectif, entre -6 et $6\mu m$ où nous diminuons le pas à $1\mu m$. L'évolution de la répétabilité est donnée sur la figure 6.13 a) sur la gamme $[-20; 20]\mu m$, et sur la profondeur de champ de l'objectif entre $[-6; 6]\mu m$ en b). Comme attendu, si la mise au point n'est pas correcte, *i.e.* si elle est faite en dehors de la profondeur de champ de l'objectif, la défocalisation introduite brouille les franges, le contraste, et donc l'amplitude de modulation diminue, ce qui mène à une détérioration de la répétabilité. En revanche, sur la profondeur de champ de l'objectif, les valeurs de répétabilité sont globalement constantes autour de $0,28pm$ RMS.

Le deuxième paramètre étudié est celui de l'orientation du réseau. Nous vérifions que la répétabilité est invariante pour une rotation du réseau identique entre deux interférogrammes de mesure pour des angles de 0° à 15° . Ceci n'est pas choquant car une rotation de l'interférogramme génère dans le plan Fourier une rotation des harmoniques, et donc un déplacement de celles-ci dans le plan fréquentiel (ν_x, ν_y) , mais qui est le même entre deux interférogrammes. L'effet s'annule donc lors de l'extraction des dérivées de la mesure relativement à la référence.

Cependant, si la rotation du réseau intervient entre deux interférogrammes, cela génère un défaut de mesure qui prédomine sur le bruit de l'instrument. Pour illustrer ceci, nous allons prendre un interférogramme de référence, et acquérir d'autres interférogrammes en réalisant une rotation de 1° à 15° . Une surface d'onde typique reconstruite à partir des dérivées x et y représentées sur la figure 6.14 a), b) est reportée en c).

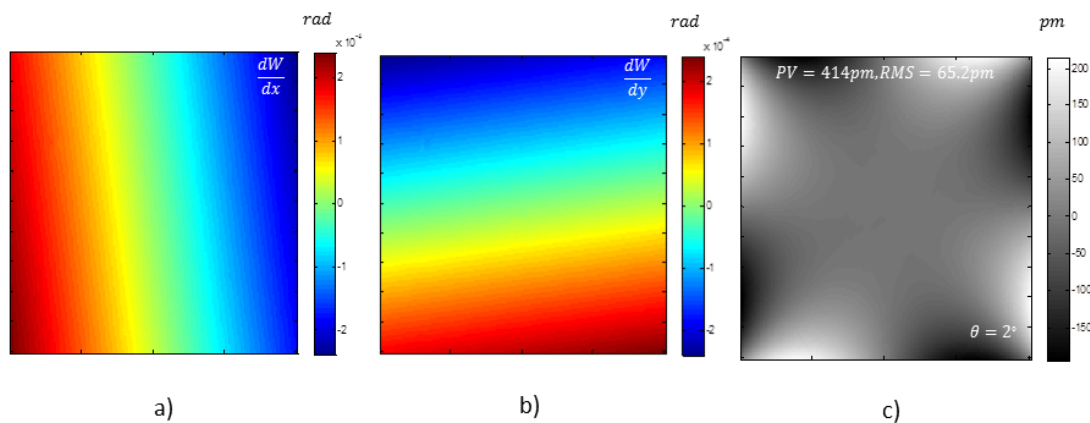


FIGURE 6.14: Impact de la rotation entre deux interférogrammes, a) Dérivée en x extraite, b) Dérivée en y extraite, c) Surface d'onde reconstruite pour un angle de 2° .

Nous avons également indiqué l'évolution de l'écart-type de la surface d'onde reconstruite 6.15 en fonction de l'angle de rotation θ entre les deux interférogrammes. Une fonction d'interpolation des points par un polynôme d'ordre 2 en θ a été ajoutée. L'ordre du polynôme se justifie, car nous constatons sur les pentes en x et y que le défaut résiduel correspond à un basculement en pentes selon les axes x et y , terme d'ordre un sur les dérivées et donc d'ordre deux une fois intégré. La méthode des moindres carrés donne l'équation $y = 0,614\theta^2 + 29,828\theta + 2,8E - 4$, qui mène à une répétabilité de $0,28pm$ RMS pour un angle nul.

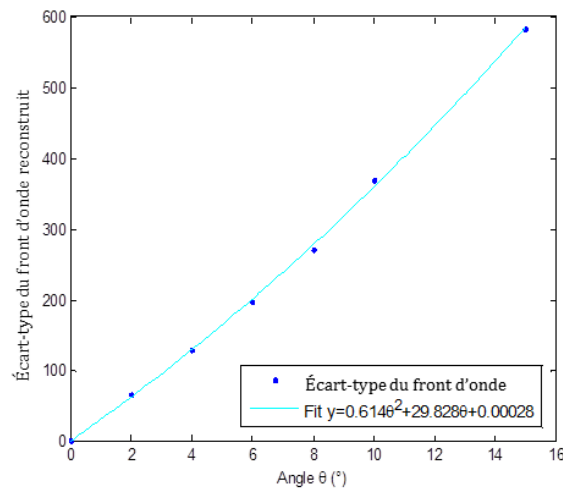


FIGURE 6.15: Impact de la rotation entre deux interférogrammes. Évolution de l'écart-type du front d'onde en fonction de l'angle entre les deux interférogrammes, mesure et fit d'ordre 2 : $y = 0,614\theta^2 + 29,828\theta + 0,00028$.

Afin de rester dans les valeurs de répétabilité au niveau du bruit de l'instrument évalué précédemment, nous estimons numériquement qu'il ne faut pas dépasser une rotation entre deux interférogrammes de l'ordre de $0,01^\circ$ pour atteindre une surface de rotation dont l'écart-type vaut $0,30\mu m$ *RMS*. Dès lors que l'angle est plus élevé, la forme de la surface d'onde de rotation prédomine largement avec des valeurs de l'ordre de plusieurs dizaines voire centaines de nanomètres *RMS*, et peut potentiellement noyer le défaut à mesurer.

Il est important de noter que dans l'interféromètre final, ces réglages ne seront réalisés qu'une seule fois au moment de l'intégration de l'instrument avant sa calibration. La robustesse de la structure mécanique devra permettre de maintenir ces réglages entre les utilisations de l'instrument et pendant l'acquisition des mesures de sorte à ne pas dégrader les performances de l'interféromètre.

6.2.2 Métrologie d'un cristal de monochromateur

La première optique que nous allons analyser avec l'instrument est un cristal de monochromateur. L'optique est habituellement utilisée en diffraction de Bragg pour réaliser sa fonction de filtrage spectral, et non en réflexion spéculaire comme un miroir classique. Elle n'est pas limitée par la diffraction, car du fait de son utilisation en régime de Bragg, l'impact de sa qualité de surface est moindre que pour une utilisation en réflexion spéculaire ; typiquement les défauts de surface sont spécifiés en hauteur pour être de l'ordre de $5nm$ PV hors terme de courbure, et le rayon de courbure de l'optique a été souhaité plus grand que $20km$.

L'analyse se fera ici dans des conditions de réflexion spéculaire de sorte à analyser la qualité de surface du cristal et son poli. Pour ce faire, il faut se placer dans des conditions d'incidence rasante. L'angle associé étant décroissant avec l'énergie, nous nous placerons plutôt à basse énergie, à $10keV$, afin de maximiser l'empreinte du faisceau réfléchi par l'optique sur la caméra. Le cristal a été poli dans un barreau de silicium ; ainsi, compte tenu du matériau, la réflexion spéculaire n'entraîne pas de perte de flux pour un angle d'incidence rasante inférieur à $\theta_r = 0,15^\circ$. Le bloc de silicium mesure $35mm$ de large et $45mm$ de long. La réflexion du faisceau se faisant sur la longueur du cristal, la taille maximale du faisceau

6.2. Application à la métrologie sur faisceau X

réfléchi est de $45\text{mm} \times \sin(0,15^\circ) = 117,8\mu\text{m}$, dans la dimension horizontale (H). Pour éviter la diffraction des bords du cristal, nous délimiterons le faisceau incident par une fente de $100\mu\text{m}$ (H), conduisant à une longueur utile de 38mm sur le cristal. Dans la dimension verticale (V), nous limiterons la taille du faisceau à $1,5\text{mm}$ par les fentes motorisées de sortie de ligne.

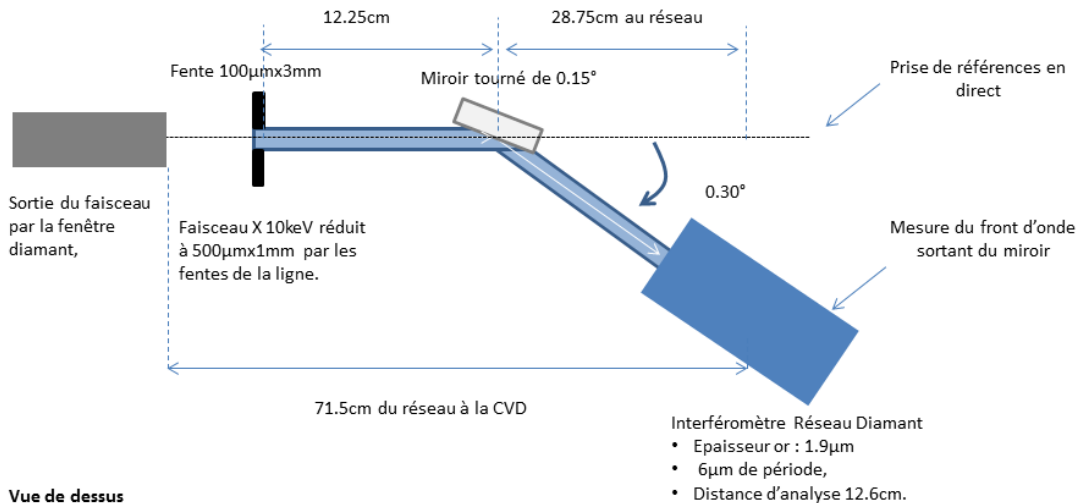


FIGURE 6.16: Schéma de l'expérience de métrologie du cristal.

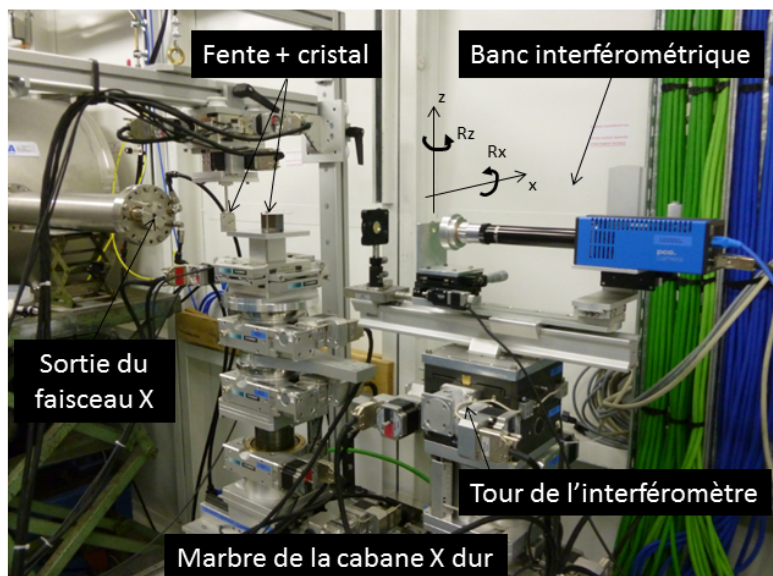


FIGURE 6.17: Photographie de la configuration expérimentale de mesure du cristal.

Du point de vue de la procédure de mesure, nous prendrons une référence du faisceau en direct, puis une mesure du front d'onde après réflexion sur l'optique. Pour la prise de mesure, il conviendra de tourner l'interféromètre de $0,30^\circ$, de sorte à rattraper la déviation introduite par le miroir et placer l'analyseur perpendiculairement au faisceau réfléchi. La

configuration expérimentale est schématisée par une vue de dessus sur la figure 6.16. Une photographie illustre le montage expérimental en figure 6.17.

Pour la prise de référence, nous orientons l'instrument grâce aux rotations motorisées R_x et R_z autour des axes respectifs x et z [figure 6.17]. Ce faisant nous alignons la croix de référence du réseau sur le centre de la caméra. Enfin, nous alignons l'ensemble du banc interférométrique sur le faisceau de la ligne de sorte à avoir le centre de la caméra (pixel (1024, 1024)) qui coïncide avec le centre du faisceau. Par ce réglage, nous avons l'axe faisceau et l'axe du banc (défini par le centre du réseau et le centre de la caméra) qui coïncident. De cette façon, nous avons d'un côté la fente qui délimite toujours la même portion de l'optique, et la croix de référence qui permet de recalibrer l'analyse entre prise de référence et prise de mesure, de sorte à toujours utiliser la même portion de celui-ci.

Puis, nous insérons le cristal dans le faisceau. Le réglage de la hauteur du cristal par rapport au faisceau est réalisé au préalable manuellement dans la cabane X durs à l'aide d'un laser d'alignement. Une fois le cristal inséré, il convient de fixer l'angle de l'optique par alignement de sa surface sur l'axe du faisceau. Ce réglage se fait en jouant finement sur la rotation R_z de la tour sur laquelle est fixée l'optique. L'angle résiduel initial produit soit une coupure nette du faisceau par les bords de l'optique, soit une réflexion sur l'optique qui se traduit, elle, par une sur-intensité sur la caméra. Dans ce dernier cas, en réduisant progressivement cet angle, cette sur-intensité disparaît jusqu'à une position angulaire autour de laquelle une légère variation de l'angle de l'optique dans un sens ou dans l'autre génère une coupure du faisceau. L'empreinte du faisceau sur la caméra se réduit car l'optique vignette une partie de la pupille définie par la fente. Pour cet angle, la face du silicium est parfaitement parallèle au faisceau incident. En général le réglage en angle s'accompagne d'un réglage en translation de sorte à toujours placer le cristal au centre de la portion de faisceau délimité par la fente.

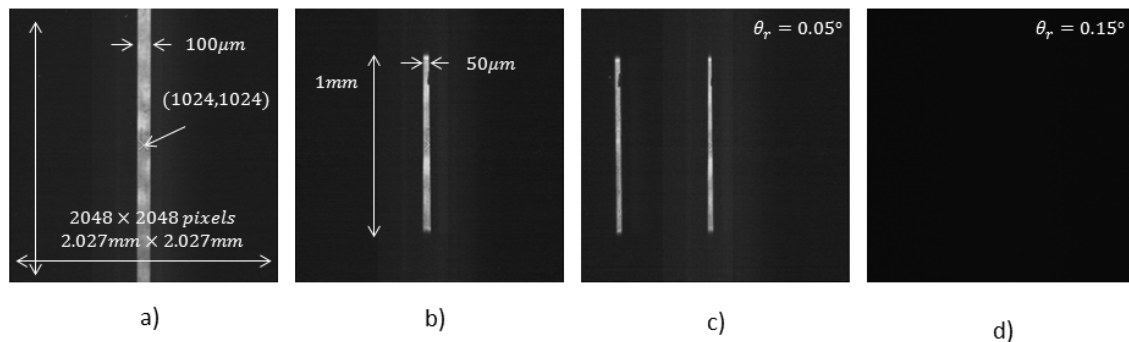


FIGURE 6.18: Procédure de mesure du cristal, a) Réglage de la coaxialité du faisceau et de l'interféromètre, insertion de la fente $3\text{mm} \times 100\mu\text{m}$, b) Réduction du faisceau par les fentes de la ligne à 1mm de hauteur puis insertion de l'optique jusqu'au centre du champ de l'instrument. Réglage du parallélisme de la surface du cristal avec le faisceau incident, c) Angle d'incidence rasante de $0,05^\circ$, Le faisceau réfléchi se décale vers la gauche, au centre la portion du faisceau non réfléchi par le cristal, d) Angle d'incidence rasante de $0,15^\circ$, la totalité du faisceau est réfléchi par l'optique il faut rattraper l'orientation et la position de l'interféromètre pour faire l'acquisition de la mesure.

Une fois ce réglage fait, nous pouvons introduire l'angle d'incidence rasante de $0,15^\circ$ de l'optique, et rattraper le décalage (en x) du faisceau introduit par cet angle grâce à la translation de la tour de l'interféromètre. De nouveau, il est nécessaire de placer la croix au

centre du champ de l'instrument par orientation angulaire et translation afin de s'assurer de travailler sur la même portion de l'instrument. La procédure de réglage est illustrée sur la figure 6.18. Dans le cas de l'introduction progressive de l'angle d'incidence rasante.

Une fois les interférogrammes enregistrés, nous pouvons analyser les résultats. La pupille de l'instrument n'étant que partiellement illuminée, nous allons créer un masque binaire nul sur toute l'image, sauf dans la portion centrale illuminée de l'instrument. À partir de ce masque nous appliquerons la procédure WASP optimisée, afin d'y faire pousser des franges artificielles de raccordement et ainsi s'affranchir des artefacts au bord de la pupille. L'intérêt de la procédure est d'autant plus grand que la trace du faisceau est très étroite en horizontal ; les artefacts qui auraient été générés sans WASP se seraient répandus sur la totalité de la surface d'onde. De plus, nous nous sommes rendus compte lors de l'analyse des données que la croix au centre pouvait introduire des artefacts importants, ainsi nous annulons la partie de l'interférogramme où se situe la croix afin de poursuivre les traitements. Des franges de raccordement seront également créées dans cette zone.

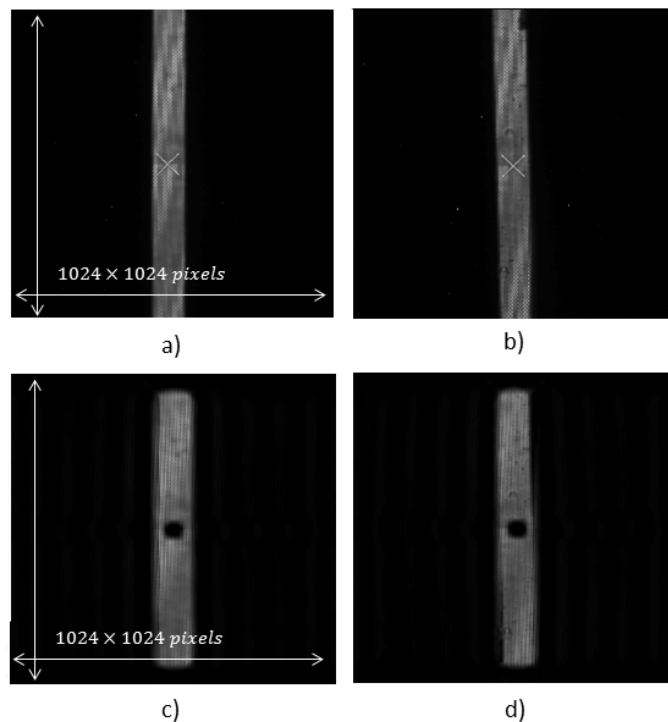


FIGURE 6.19: Pré-traitement des interférogrammes par la procédure WASP, a) et b) Référence et mesure brutes, c) et d) Interférogrammes obtenus après la procédure WASP, référence et mesure.

L'extraction se fait ensuite sur l'ensemble de l'image et nous ne conservons que les données réelles. Les dérivées extraites dans les zones des franges artificielles ne sont pas conservées, car elles n'ont pas de sens physique. Les dérivées $\frac{dW}{dx}$ et $\frac{dW}{dy}$ sont représentées sur la figure 6.20 a) et b). La dérivée en y est quasi nulle sur l'ensemble de la pupille analysée, alors que la dérivée en x présente des oscillations basses fréquences de l'ordre de 3 à 6 μrad PV. Avant intégration des dérivées, nous filtrons la courbure de la surface d'onde, qui se traduit par une pente linéaire sur les dérivées. La pente moyenne sur la dérivée en x , selon x , est représentée sur la figure d), ainsi que la régression linéaire la modélisant. À partir du coefficient a de la régression, il est possible de remonter au rayon de courbure de la surface

R par la formule 6.1. Pour cette mesure, nous obtenons un rayon de courbure de 22,1 km ce qui est tout à fait cohérent avec ce qui avait été spécifié.

$$R = \frac{1}{a \cdot \sin(\theta_r)} \quad (6.1)$$

L'intégration par l'algorithme de Ghiglia non itératif du fait de l'obstruction centrale numérique introduit de forts artefacts. Par conséquent nous avons réalisé une intégration Southwell en 1000 itérations avec les paramètres décrits dans le chapitre 4. La surface d'onde reconstruite reportée sur la figure 6.20 c) montre alors naturellement peu de variations en y , mais des oscillations basses fréquences en x avec un PV global de 74,86 pm. Cette valeur est élevée du fait de la discontinuité en bas à gauche en ($x = -30 \mu\text{m}, y = 350 \mu\text{m}$) produisant une dislocation de la phase que l'algorithme de déroulement de la phase n'arrive pas à gérer car celle-ci est trop ponctuelle. Nous calculons la moyenne sur chaque colonne de la surface d'onde (en-dehors de la zone centrale) et nous obtenons une amplitude PV moyennée autour de 25,57 pm. La figure e) montre des variations entre les deux parties de la surface d'onde reconstruite (1. et 2.), la première présentant des défauts légèrement plus amples que la seconde.

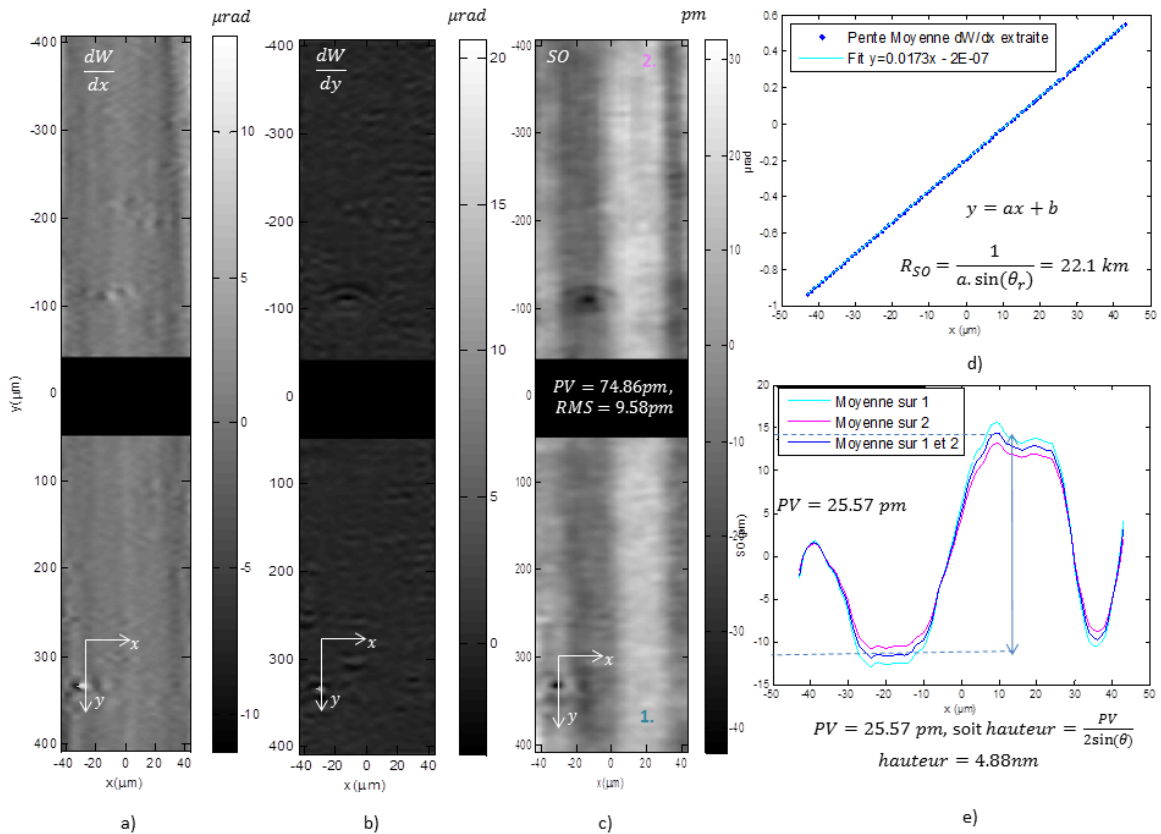


FIGURE 6.20: Résultats du dépouillement des interférogrammes, a) et b) Dérivées extraites, c) Surface d'onde reconstruite par intégration Southwell, d) Analyse de l'amplitude du défaut front d'onde et conversion en défaut de hauteur sur le cristal.

La conversion de cette surface d'onde en hauteur réelle de défauts sur le cristal se fait par l'équation 2.22 ; $h = \frac{PV}{2\sin\theta_r}$, ce qui mène sur la figure e) à une hauteur moyenne de l'ordre

de $4,88\text{nm}$ PV sur $800\mu\text{m}$ en y . Ce résultat est cohérent avec la mesure qui avait été réalisée sur le "Long Trace Profiler" (LTP) de SOLEIL, qui stipulait une hauteur de défaut de 5nm PV sur une trace moyennée en y de 1mm .

Ce calcul peut se faire en tout point de la surface d'onde reconstruite. De plus, par anamorphose de la dimension x en tenant compte de la projection de l'incidence rasante, nous retrouvons la carte des défauts de surface dans sa dimension réelle. Ceci se fait par division de l'axe x d'un facteur $\sin(\theta_r)$. Rigoureusement, il faudrait réaliser la rétropropagation du front d'onde, mais ici cette approximation d'anamorphose sera considérée comme suffisante compte tenu de la faible courbure de l'optique.

D'autre part, nous avons vérifié que l'intégrateur, qu'il soit de type Southwell ou Ghiglia, reconstruit une parabole positive à partir de pentes croissantes linéairement. Ceci traduit donc physiquement que l'instrument mesure une avance de phase pour les valeurs sombres (bleu ou noir selon le code couleur) de la barre de couleur, et un retard de phase pour les valeurs les plus claires (rouge ou blanc selon le code couleur). Dans le cas d'une mesure en réflexion, les rayons réfléchis sur une "bosse" sont en avance de phase par rapport aux autres, alors que dans un creux c'est l'inverse. Il faut donc également inverser la surface d'onde en z afin de retrouver les défauts de la surface réelle. Ceux-ci sont illustrés en 3D sur la figure 6.21. La valeur PV de $14,30\text{nm}$ est calculée sur l'ensemble de la surface et est légèrement supérieure à celle calculée sur la moyenne de la surface totale, de l'ordre de $4,88\text{nm}$. On constate que les irrégularités locales peuvent effectivement faire varier cette valeur selon la zone évaluée.

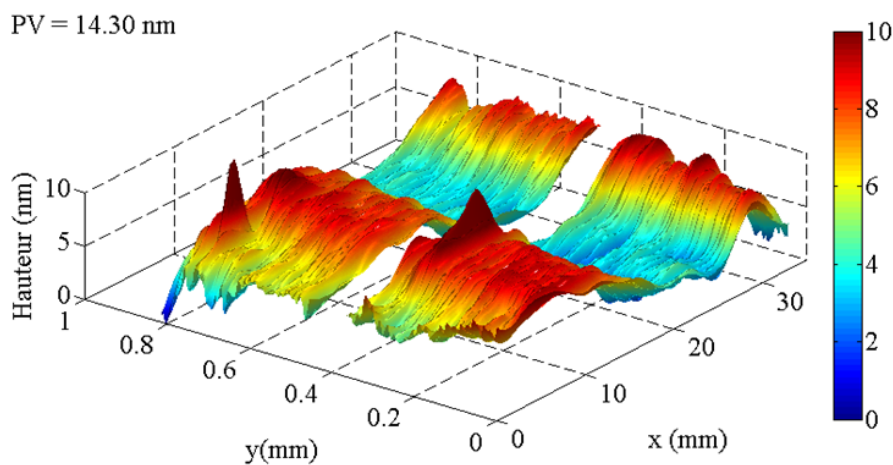


FIGURE 6.21: Défaut de surface du cristal en nm sur une trace $800\mu\text{m} \times 35\text{mm}$.

Nous avons pu retrouver, par une mesure *in-situ* avec l'interféromètre, les défauts de polissage attendus contrôlés par d'autres moyens de métrologie.

6.2.3 Métrologie d'un miroir limité par la diffraction

L'optique étudiée ici, contrairement à la précédente, est utilisée en réflexion spéculaire. Elle doit alors être limitée par la diffraction, afin de ne pas détériorer la qualité optique du faisceau. Ce miroir, appelé Torpedo, est utilisé pour la refocalisation de la source synchrotron

dans la cabane optique à une distance de l'ordre de quelques dizaines de centimètres. Il est prévu à terme de l'installer dans un courbeur mécanique à deux actionneurs pour lui donner une forme elliptique. Ce profil permet de bénéficier des propriétés de stigmaticité entre la source et son image. Le premier foyer se trouve à $32m$ et correspond à la position de la source synchrotron et le second est fixé à quelques dizaines de centimètres derrière le miroir. Celui-ci est en silicium et mesure $130mm \times 35mm$ (H×V). Du fait de la correction de forme par les actionneurs mécaniques, les termes de basse fréquence comme la courbure et le terme en h^3 sur la hauteur des défauts du miroir ne doivent pas nécessairement être supprimés au polissage, mais ne doivent pas dépasser la dynamique de correction du système mécanique. Nous nous attendons donc à mesurer ces défauts sur la surface d'onde. En revanche, le résiduel en dehors de ces termes doit être très faible. Typiquement, il doit être inférieur en hauteur à la fraction de nanomètre pour pouvoir focaliser le faisceau à la limite de diffraction jusqu'à $20keV$.

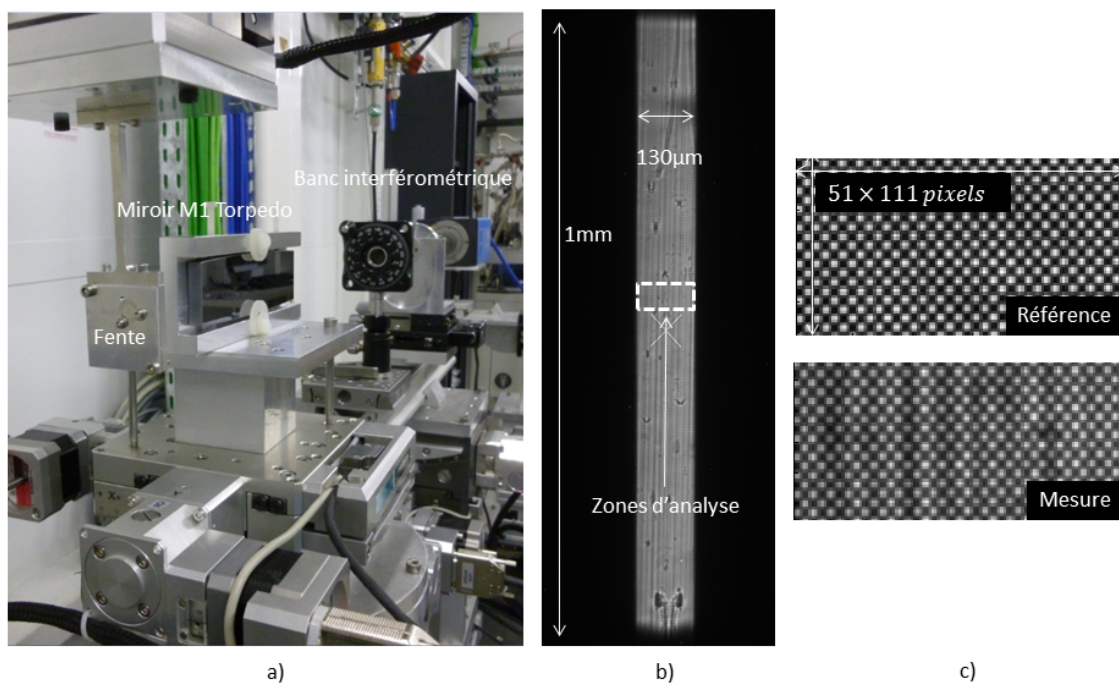


FIGURE 6.22: Mesure du Miroir Torpedo, a) Montage expérimental, b) Interférogramme de mesure brut acquis, c) Interférogrammes de référence et de mesure tronqués pour l'analyse.

La configuration expérimentale de mesure de l'optique est tout à fait similaire à celle de la mesure du cristal; seule la taille de fente change ($150\mu m$ (H)× $3mm$ (V)), ainsi que l'énergie du rayonnement sonde. L'optique possède l'avantage d'être connue, limitée par la diffraction, et surtout achromatique. Par conséquent, les écarts de mesure seront principalement liés à la chromaticité résiduelle de l'instrument. Le fait que l'optique soit limitée par la diffraction, avec des défauts de formes résiduels inférieurs au nanomètre RMS, démontrera expérimentalement aussi la capacité de l'instrument à mesurer de telles optiques.

Nous avons donc réalisé la mesure du miroir à $17, 2keV$, énergie pour laquelle la répétabilité mesurée sans échantillon est la plus faible, ainsi qu'à $10keV$. Nous n'avons pas réalisé la mesure en bord de bande à $30keV$, car l'angle critique d'incidence rasante à cette énergie est trop faible.

L'angle de réflexion rasante θ_r du miroir est fixé à $0,1^\circ$ pour permettre de ne pas perdre de flux à $17,2\text{keV}$. Le montage expérimental est représenté en figure 6.22 a). Un interférogramme typique de mesure est représenté en b); celui-ci correspond à une empreinte de 1mm (V) \times $130\mu\text{m}$ (H). La largeur est plus faible que celle attendue, de l'ordre de celle de la fente ($150\mu\text{m}$), du fait de la courbure du miroir. Elle est certainement due au montage expérimental qui doit contraindre le miroir dans sa longueur et lui imposer cette courbure. Il se produit alors un effet de focalisation de la pupille initiale réduisant ainsi la pupille en sortie sur le scintillateur.

En réalité, nous n'avons travaillé que sur une portion très faible du miroir, avec des interférogrammes faisant 51×111 pixels [figure 6.22 c)], l'objectif de cette expérience n'étant pas de réaliser la métrologie complète de l'optique, mais de l'utiliser pour vérifier les performances de mesure de l'instrument et son comportement en fonction de l'énergie. Nous avons donc restreint la taille de l'interférogramme afin de nous affranchir de possibles poussières présentes, réduisant localement le rapport signal sur bruit des interférogrammes (surtout à basse énergie pour laquelle la transmission est plus faible), et limitant la pertinence de l'analyse de la surface d'onde reconstruite.

Après application de la procédure WASP, et extraction des gradients, nous avons reconstruit par intégration Ghiglia la surface d'onde 6.23 a). Après filtrage de la courbure qui prédomine sur les défauts de surface d'onde, nous obtenons la forme en z^3 de la figure 6.23 b). Enfin après filtrage de ce terme nous voyons apparaître l'allure de tôle ondulée résiduelle en c). La valeur d'écart-type de la surface d'onde tombe à $1,71 \pm 0,15\text{pm RMS}$ soit en hauteur sur l'optique $0,49 \pm 0,04\text{nm RMS}$. La barre d'erreur est estimée à partir d'une mesure de répétabilité sur deux interférogrammes sans échantillon.

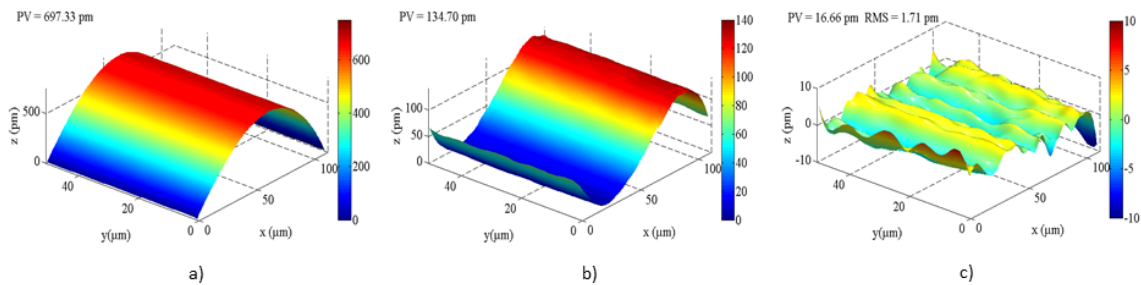
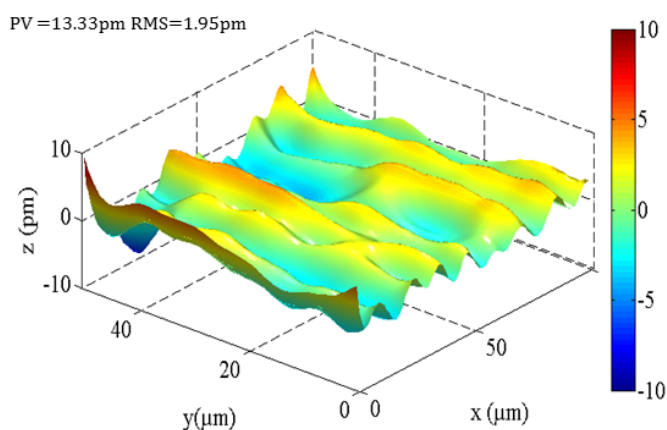


FIGURE 6.23: Filtrage du front d'onde mesure à $17,2\text{keV}$, a) Surface d'onde extraite sans filtrage, la courbure en x prédomine, b) Après filtrage de la courbure, un terme en z^3 prédomine, c) Après filtrage de ce terme, la taule ondulée du polissage par faisceau d'ions apparaît, la valeur d'écart-type de la surface d'onde est de $1,71 \pm 0,15\text{pm RMS}$.

De la même façon, nous avons reproduit cette mesure à 10keV , en réalisant de nouveau l'ensemble de la procédure de réglage. Le miroir n'est donc pas exactement dans la même configuration expérimentale. Nous avons choisi une zone proche de celle analysée à $17,2\text{keV}$, et après filtrage nous obtenons une surface d'onde à $1,95\text{pm RMS}$ à $\pm 0,34\text{pm}$, ce qui correspond en hauteur sur l'optique à $0,59 \pm 0,10\text{RMS}$ (6.24). L'écart de mesure peut provenir de différentes sources; la zone analysée de l'optique n'est pas la même, l'angle d'incidence rasante n'est pas identique, enfin la répétabilité de l'instrument est plus élevée à 10keV qu'à $17,2\text{keV}$. Malgré ces différences nous constatons que cette seconde mesure est cohérente avec la première puisque celles-ci se recoupent sur la gamme $0,49\text{nm}$ - $0,53\text{nm}$.

FIGURE 6.24: Surface d'onde mesurée à 10keV .

Nous validons ainsi la possibilité de faire la mesure à deux énergies différentes avec un seul et même instrument, sans changer aucun de ses paramètres fondamentaux grâce à la configuration instrumentale optimisée permettant d'accéder à une achromatisation (non rigoureuse) des performances de mesure de l'interféromètre.

6.3 Résultats d'imagerie de phase en rayons X

Au cours de la thèse, nous avons réalisé de multiples expériences d'imagerie de phase sur différents types d'échantillons issus de domaines d'application divers comme la biologie, les matériaux anciens, et l'industrie microélectronique. Nous ne présenterons ici que certains d'entre eux, dans une démarche d'analyse purement qualitative mais permettant d'illustrer la complémentarité de la radiographie de phase et d'absorption.

Dans un premier temps nous détaillerons l'aspect multimodal de la technique d'imagerie de phase par interférométrie et démontrerons comment obtenir non seulement les dérivées et la phase, mais également comment extraire l'atténuation de l'échantillon, ainsi que l'image de visibilité des franges associée entre autres à la diffusion de l'échantillon. Puis, nous présenterons la validation expérimentale de la procédure WASP en imagerie de phase, afin de montrer la capacité de l'algorithme optimisé à fonctionner également sur des interférogrammes plus complexes que ceux du domaine de la métrologie. Enfin nous présenterons des résultats comparant image d'absorption et image de phase, toutes deux extraites des mêmes interférogrammes, sur divers objets.

6.3.1 Une imagerie multimodale

F. Pfeiffer (PFEIFFER et al., 2008) a été le premier à décrire la multimodalité de la technique pour les interféromètres à plusieurs réseaux, en décrivant, à partir de la procédure de "phase stepping", comment récupérer l'ensemble de ces informations. C. et F. Roddier (RODDIER et RODDIER, 1987) avaient également décrit la possibilité d'extraire d'un interférogramme l'ensemble de ces signaux à partir d'un traitement Fourier des interférogrammes. Nous décrirons ici ce formalisme et l'illustrerons à partir d'un interférogramme de coquillage acquis sur la ligne Métrologie.

Dans leur publication, C. & F. Roddier proposent de modéliser un interférogramme par l'équation 6.2. La distribution d'intensité $I(x, y)$ se décompose en quatre termes ; le support sur lequel les franges sont définies dans la pupille de l'interféromètre ($sup(x, y)$), une fonction appelée continuum, correspondant aux variations d'intensité dans l'image ($c(x, y)$), la visibilité des franges (ou contraste des franges, notée $v(x, y)$), et enfin le terme de modulation en cosinus avec la période des franges p . L'équation est donnée pour une modulation 1D des franges mais s'appliquent également dans le cas d'un interférogramme présentant des modulations 2D.

$$I(x, y) = sup(x, y)c(x, y) \left(1 + v(x, y)\cos\left(\frac{2\pi}{p}x\right) \right) \quad (6.2)$$

Dans l'espace de Fourier cette équation devient :

$$\tilde{I}(\nu_x, \nu_y) = s\tilde{u}p(\nu_x, \nu_y) * \tilde{c}(\nu_x, \nu_y) * \left[\delta(0, 0) + \tilde{v}(\nu_x, \nu_y) * \left(\left(\delta\left(\nu_x - \frac{1}{p}\right) + \delta\left(\nu_x + \frac{1}{p}\right) \right) \right) \right] \quad (6.3)$$

À partir de cette dernière équation, nous constatons qu'il est possible d'extraire de l'ordre 0 du plan Fourier la quantité $\tilde{c}(\nu_x, \nu_y)$, et ainsi obtenir la carte de continuum dans l'espace réel par transformée de Fourier inverse :

$$c(x, y) = TF^{-1} [H_{0,0}(\nu_x, \nu_y)] \quad (6.4)$$

Une fois cette quantité extraite, les auteurs préconisent de normaliser l'interférogramme brut par le continuum de sorte à obtenir un interférogramme secondaire. La représentation dans l'espace fréquentiel de ce dernier permet alors de récupérer à chaque harmonique la quantité $\tilde{v}(\nu_x, \nu_y)$ qui donne la carte de visibilité des franges dans l'espace réel par transformée de Fourier inverse. Il est important de noter que cette opération de normalisation conserve le contraste des franges. De plus, dans le cas de la distribution d'intensité 6.2, cette carte de visibilité est réelle et ne dépend que de la diffraction du réseau générant la modulation. Nous allons voir dans la suite, dans le cas de l'analyse d'un échantillon en transmission, que celle-ci est complexe et permet d'obtenir la carte de visibilité (contraste local des franges) ainsi que le déphasage introduit par l'échantillon.

Nous allons désormais appliquer ce formalisme à l'extraction des informations d'un interférogramme de coquillage [6.25 a)] enregistré à 17, 5keV sur la ligne de Métrologie, par le système de détection indirecte non protégé décrit précédemment. L'optique de reprise avait un grandissement $\times 5,56$, le champ de mesure était de $2,73 \times 2,73mm^2$ et les images que nous présentons sont tronquées sur $2 \times 2mm^2$. La modulation interférométrique est générée par un réseau d'or en damier déposé sur substrat silicium avec une hauteur de plot de $3\mu m$, ce qui mène à un déphasage de $\sim 0,85\pi$ à l'énergie de travail. Du fait du grandissement du système optique et de la période de $6\mu m$ du damier, nous avons pour ces interférogrammes un échantillonnage de 4,5 pixels par période de réseau. Sur les figures présentées ci-dessous, les franges sont donc sous-échantillonnées et produisent sur les visualisations des interférogrammes ci-dessous un effet de Moiré purement numérique, ce qui explique l'impression que les taches soient de grande dimension.

Ainsi, à partir de la transformée de Fourier [b)] de l'interférogramme initial, nous pouvons extraire l'ordre 0 de l'image, ainsi que les harmoniques d'intérêt $H_{1,1}$ et $H_{1,-1}$. De la

même façon que pour l'extraction des harmoniques de travail $H_{1,1}$ et $H_{1,-1}$ décrite au chapitre 4, dans le cas de l'extraction de l'ordre 0, le support d'extraction est délimité de sorte à ne pas contenir d'autres harmoniques, puis est inséré dans une image nulle (étape de "zero padding") de sorte à conserver la même taille de support pour la transformée de Fourier inverse. L'image ainsi obtenue est reportée en c). Nous normalisons ensuite l'interférogramme brut a) par cette image pour obtenir l'interférogramme secondaire d) de la figure 6.25.

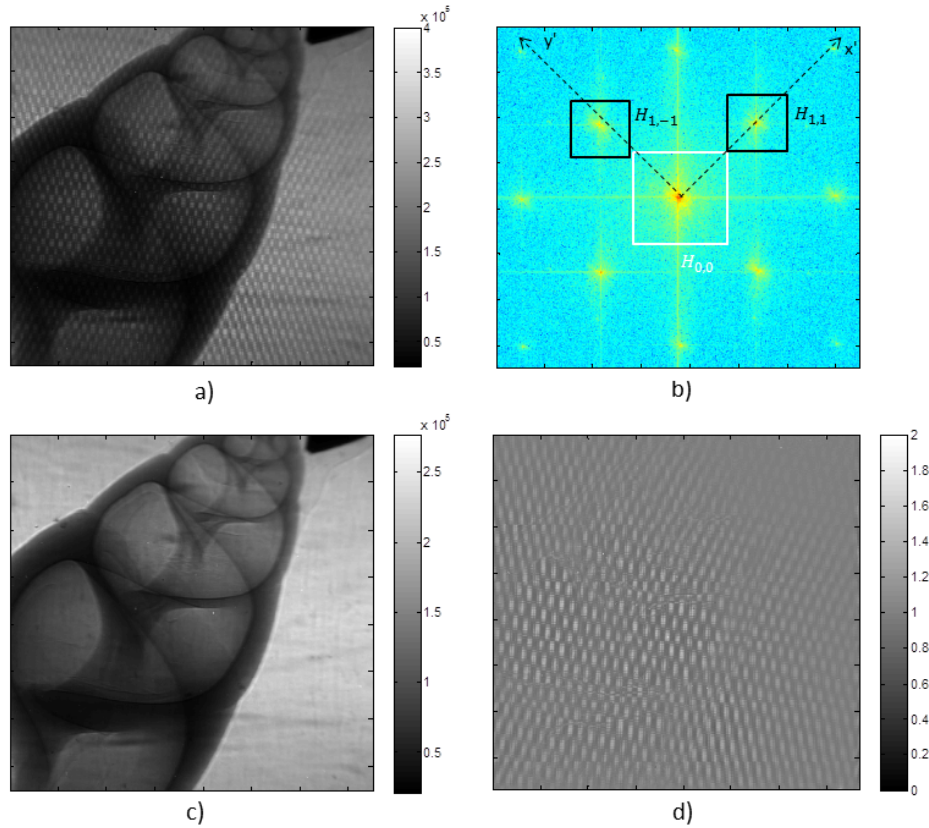


FIGURE 6.25: Procédure d'extraction proposée par Roddier, a) Interférogramme brut, b) Transformée de Fourier en échelle logarithmique de a), c) Carte de continuum $c(x, y)$ extraite de l'ordre 0 de plan Fourier, d) Interférogramme secondaire normalisé par la carte de continuum.

L'interférogramme secondaire n'est alors porteur que des informations de contraste local des franges et de leur déplacement. Comme décrit dans l'article, la transformée de Fourier inverse des harmoniques de la modulation donne une quantité appelée visibilité complexe (notée $V(x, y, z, W)$), dont la valeur absolue donne la carte de visibilité des franges, et dont l'argument donne une quantité proportionnelle à la dérivée du front d'onde, comme nous avons déjà pu le voir. Nous rappellerons que l'orientation des dérivées extraites du couple d'harmoniques $(H_{1,1}, H_{-1,1})$ est respectivement selon les axes x' et y' orientés à 45° des axes usuels du repère (x, y) [figure 6.25 b)]. D'autre part, contrairement aux développements théoriques des chapitres 3 (section 3.4.2) et 4 (section 4.1.2), la fonction $V_{1,1}(z)$ qui décrit l'amplitude réelle de l'harmonique dépend désormais non seulement de la distance de propagation mais présente également des variations selon les dimensions (x, y) . Nous reviendrons sur les causes de ces variations dans la suite.

$$\begin{cases} V_{1,1}(x, y, z, W) = TF^{-1} [H_{1,1}(\nu_x, \nu_y)] = V_{1,1}(x, y, z) \cdot e^{-i \frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x'}} \\ V_{1,-1}(x, y, z, W) = TF^{-1} [H_{1,-1}(\nu_x, \nu_y)] = V_{1,-1}(x, y, z) \cdot e^{-i \frac{2\sqrt{2}\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial y'}} \end{cases} \quad (6.5)$$

De plus, en appliquant ceci à la fois sur l'interférogramme de mesure et sur l'interférogramme de référence, nous pouvons nous affranchir des inhomogénéités d'éclairage. La carte de continuum associée à l'échantillon $c^{ech}(x, y)$ s'obtient alors par l'équation 6.6. Nous noterons la carte de continuum extraite de la mesure par l'exposant *mes*, et celle extraite de la référence par l'exposant *ref*.

$$c^{ech}(x, y) = \frac{c^{mes}(x, y)}{c^{ref}(x, y)} \quad (6.6)$$

De même pour l'image de visibilité des franges, nous procédons par division des cartes de visibilité extraites de la mesure et de la référence selon l'équation 6.7. Elle est appliquée au cas de l'harmonique $H_{1,1}$ dans l'équation. L'opération de division est motivée par le fait qu'elle permet de s'affranchir par normalisation de l'amplitude de l'harmonique associée à la diffraction du réseau.

$$V_{1,1}^{ech}(x, y) = \frac{V_{1,1}^{mes}(x, y)}{V_{1,1}^{ref}(x, y)} \quad (6.7)$$

Cette procédure est réalisée sur chaque harmonique, ce qui nous donne alors deux cartes de perte de contraste des franges selon deux directions privilégiées ; x' et y' . Nous proposerons dans la suite de ces travaux des images issues de la combinaison de ces deux cartes en réalisant la moyenne des deux images. Nous obtenons ainsi une visibilité moyenne $v(x, y)$ en reprenant la notation introduite ci-dessus dans le cas 1D :

$$Vis(x, y) = \frac{V_{1,1}^{ech}(x, y) + V_{1,-1}^{ech}(x, y)}{2} \quad (6.8)$$

La figure 6.26 démontre ainsi la multimodalité de la technique d'imagerie par l'ensemble des informations que l'on peut obtenir à partir d'un interférogramme de mesure et d'une référence. Nous allons voir dans la suite que chacun de ces canaux d'imagerie peut avoir des intérêts et inconvénients particuliers.

L'image de continuum est particulièrement intéressante dans le cas d'un objet hétérogène en transmission (du fait de sa composition et/ou de ses variations fortes d'épaisseur). En revanche, contrairement aux images de dérivées et de phase intégrée, la carte de continuum est sensible à une variation d'illumination entre mesure et référence ; nous obtenons alors une variation lente n'étant pas associée à l'échantillon lui-même, mais aux propriétés du rayonnement illuminant. D'autre part, nous faisons souvent l'approximation de considérer que l'ordre 0 extrait ne donne que les variations de transmission de l'échantillon mais en réalité les phénomènes de contrastes de phase générés par l'échantillon sont également présents, notamment sur ses bords. Ceux-ci correspondent en particulier aux valeurs de transmission supérieures à 1. Cette image est donc plus complexe qu'une image de transmission pure de l'échantillon, c'est pourquoi nous garderons la dénomination d'image de continuum.

La visibilité des franges s'atténue en fonction de différents paramètres, dont l'épaisseur de l'échantillon. En effet, plus il est épais, plus il diffuse et moins les franges sont visibles

(contrastées). Elle dépend également des défauts de correction de la combinaison optique. Ici notamment sur l'image 6.26 b), la perte de visibilité sur les bords de l'image correspondent à une mauvaise correction de l'objectif dans le champ, ce qui brouille totalement les franges, d'où la nécessité d'avoir une optique de reprise de bonne qualité et corrigée sur l'ensemble du champ.

Les dérivées en imagerie de phase sont particulièrement intéressantes, car les gradients révèlent naturellement les contours et transitions, donnant ainsi une impression de profondeur dans l'image pouvant favoriser certaines interprétations. En revanche, comme mentionné précédemment, celles-ci sont extraites à partir d'un argument modulo 2π , ce qui peut mener à des sauts de phase et donc à la nécessité d'utiliser des algorithmes de déroulement de la phase qui ne sont pas toujours efficaces en deux dimensions.

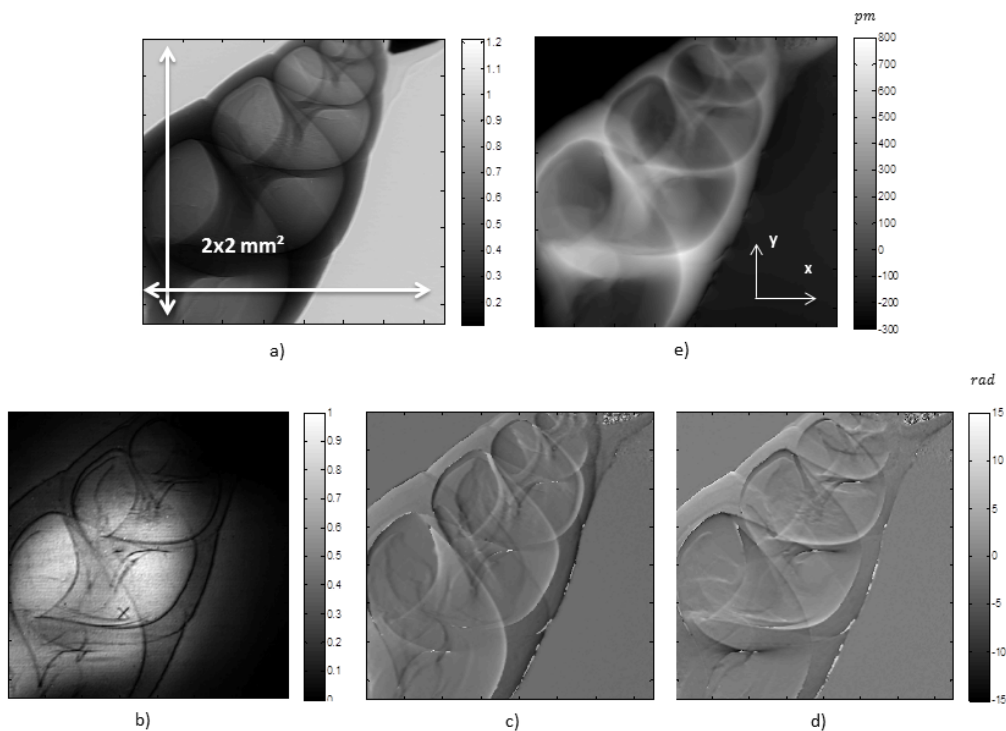


FIGURE 6.26: Imagerie multimodale, a) Continuum de l'échantillon c^{ech} , b) Carte de visibilité des franges $v(x, y)$, c) dérivée en x (rad), d) dérivée en y (rad), e) Surface d'onde reconstruite à partir des dérivées (pm).

6.3.2 Validation expérimentale de la procédure WASP pour l'imagerie de phase

L'ensemble de ces données est extrait ici par démodulation Fourier ; par conséquent les problématiques de discontinuités de support pour la transformée de Fourier s'appliquent non seulement à l'extraction des gradients, mais également à l'extraction des autres données, comme le continuum et la visibilité d'un interférogramme. Ceci sera illustré dans cette section à partir de l'interférogramme du coquillage, et nous reprendrons ici la dernière section de l'article (MONTAUX-LAMBERT, MERCÈRE et PRIMOT, 2015). Nous appliquons la procédure WASP optimisée au chapitre 4, avec un bandeau de raccordement de 36 pixels (8 périodes de réseaux), une évolution du filtrage spectral des harmoniques avec un taux de croissance de $0,15\%N_e/iter$, avec $N_e = 1536$ pixels, soit un élargissement de 2,3 pixels par itération sur une procédure en 100 itérations.

6.3. Résultats d'imagerie de phase en rayons X

L'intérêt d'illustrer la procédure sur un tel interférogramme est de montrer qu'elle fonctionne toujours dans le cas d'interférogrammes complexes comme ceux du domaine de l'imagerie de phase. WASP se démarque alors de l'algorithme qui était proposé dans (RODDIER et RODDIER, 1987) dans le cadre de la métrologie pour des interférogrammes dont les modulations amples n'étaient que très peu chahutées.

La figure 6.27 représente la périodisation en horizontal et en vertical de l'interférogramme étendu du coquillage, avant de commencer la procédure WASP. Un zoom au centre permet alors de visualiser les quatre coins de l'interférogramme, ainsi que le bandeau de 0 qui va accueillir les franges artificielles de raccordement.

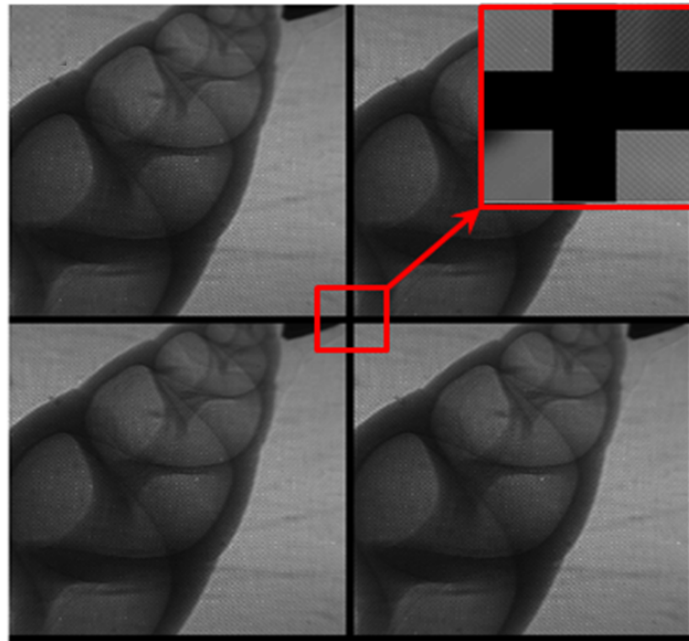


FIGURE 6.27: Périodisation de l'interférogramme étendu du coquillage de sorte à faire apparaître la zone de raccordement des quatre coins de l'interférogramme.

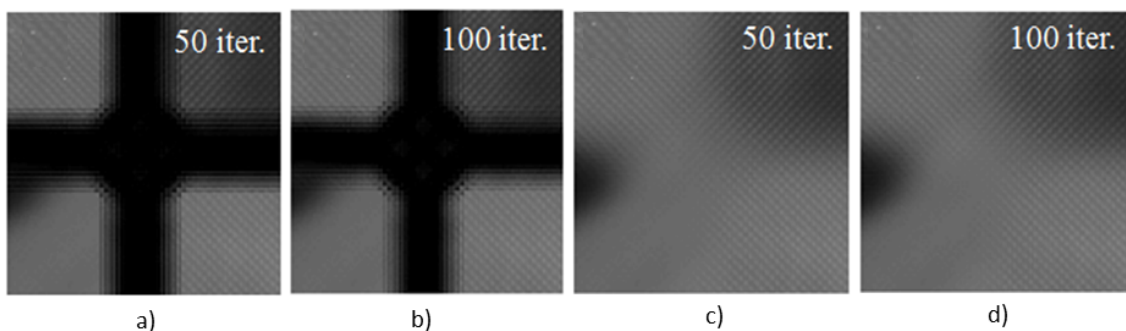


FIGURE 6.28: Raccordement des franges dans le cas d'un interférogramme complexe d'imagerie de phase, a), b) Zoom sur le raccordement des quatre coins dans le cas de la procédure décrite par Roddier pour 50 et 100 itérations, c) et d) *Idem* pour la procédure WASP optimisée.

La figure 6.28 présente alors le raccordement obtenu en 50 et 100 itérations, d'une part pour le meilleur algorithme de Roddier obtenu dans notre étude du chapitre 4 ; il correspond à un filtrage spectral stationnaire des harmoniques lors du processus itératif, avec une largeur de fenêtre de sélection des harmoniques de $15\%N_e$ soit 231 pixels dans l'espace fréquentiel. Celle-ci est inopérante : elle n'arrive pas à produire un raccordement des franges suffisant, contrairement à la procédure WASP optimisée pour laquelle le raccord est total dès 50 itérations [b]).

Nous allons désormais comparer les signaux extraits de l'interférogramme brut sans pré-traitement à ceux issus de l'interférogramme étendu après application de la procédure WASP. L'image extraite de l'ordre 0 est présentée en figure 6.29 sous la forme d'une cartographie d'absorption, obtenue à partir de la cartographie du continuum dont une composante est la transmission de l'échantillon par la formule $A^{ech}(x, y) = 1 - c^{ech}(x, y)$.

L'image a) sur la première ligne présente les oscillations attendues en bord d'image contrairement à l'image en-dessous pour laquelle la procédure WASP a été appliquée. Le même constat s'applique pour la dérivée en x représentée en b) et l'image de visibilité en c) représentée en échelle logarithmique. Pour l'ensemble des résultats présentés dans la section suivante nous utiliserons la même procédure WASP en conditionnement des interférogrammes avant de procéder à l'extraction des données.

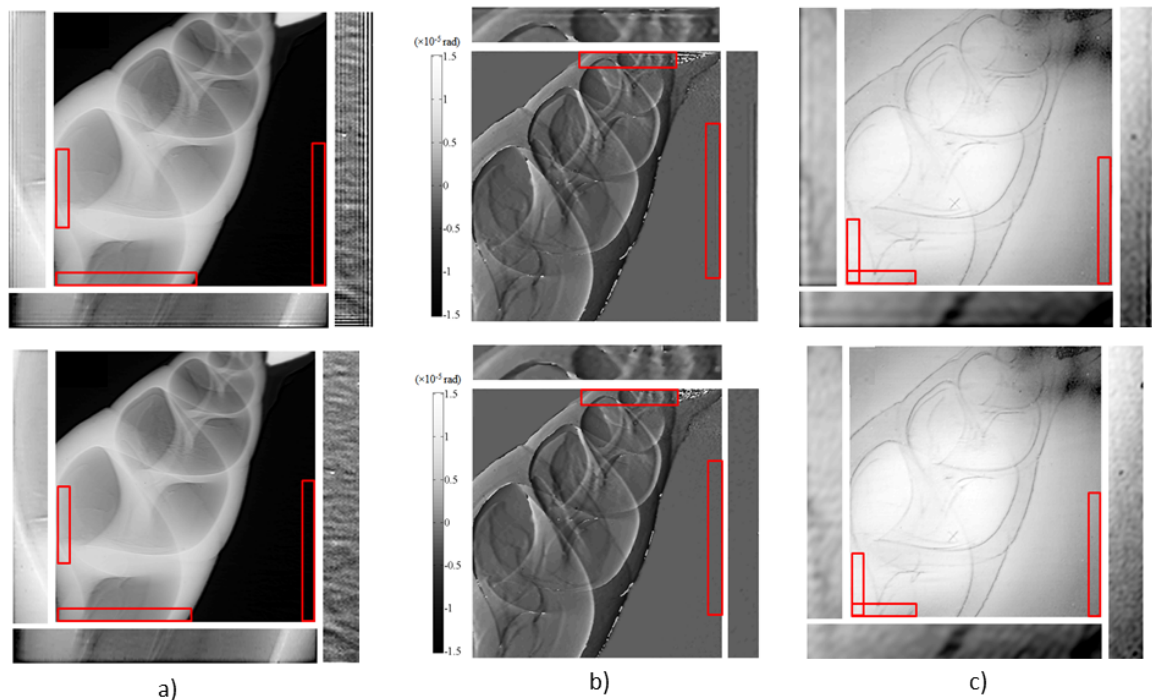


FIGURE 6.29: Impact de la procédure WASP sur les différentes modalités d'imagerie illustrées sur la radiographie du coquillage. Les signaux extraits de l'interférogramme sont représentés sans pré-conditionnement de l'interférogramme sur la première ligne et avec application de la procédure WASP sur la seconde. a) Image d'absorption, b) Dérivée en x , c) Image de visibilité des franges en échelle logarithmique.

6.3.3 Radiographie d'objets divers

Nous présenterons dans cette dernière section les radiographies de phase et d'absorption de trois objets. Le premier est un échantillon hétérogène en composition ; un fossile de poisson. Le deuxième est un médiateur, objet simple supposé de composition homogène et dont la variation d'épaisseur est très lente. Enfin, le dernier correspond à un objet plus complexe ; un insecte présentant des variations d'épaisseur plus rapides, mais que nous considérerons comme étant globalement homogène en composition. Pour les deux premiers objets, les images ont été obtenues avec un banc interférométrique intermédiaire, avec un réseau de diffraction en or déposé sur substrat silicium de période $6\mu\text{m}$ dans les deux dimensions et dont l'épaisseur des plots était de $1,5\mu\text{m}$. L'insecte a été imagé avec le banc final de ces travaux de thèse avec le réseau en diamant.

6.3.3.1 Fossile de poisson

Ce premier échantillon montre un cas où la mesure du contraste d'absorption est plus intéressante que la mesure de phase. En effet, il s'agit ici d'un échantillon hétérogène en composition, mélangeant des éléments lourds et plus légers. Dans ce cas, le contraste d'absorption entre ces éléments est beaucoup plus fort que le contraste de l'image de phase. Nous retrouvons l'analyse que nous avons menée au chapitre 2 en section 2.4.1.2.

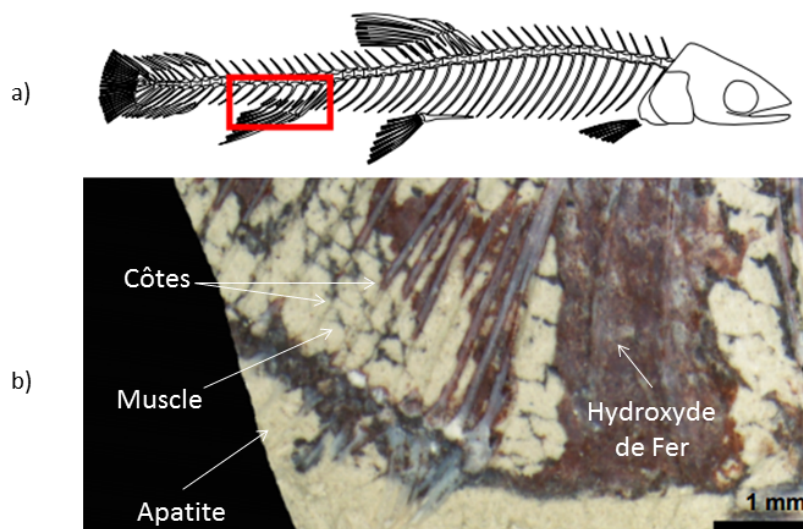


FIGURE 6.30: Le muscle est extrait d'un fossile d'acténoptérygien (ou poisson à nageoires rayonnées) ; a) Schéma de la dépouille, b) Photographie d'un prélèvement. Nous y distinguons les côtes ainsi que les muscles du poisson. La couche rouge correspond à un dépôt minéral de différents hydroxydes de fer $Fe(OH)_x$, avec $x = 1, 2, \text{ ou } 3$. Le fossile est globalement constitué d'hydroxyapatite. Courtoisie de Pierre Guériau.

Pour illustrer ceci nous allons présenter les résultats de mesure d'un échantillon fossile prêté par P. Guériau. Cet échantillon de la fin du Crétacé date d'environ 95 millions d'années. Il a été prélevé dans la région de Djebel Oum Tkout au Maroc, au sein d'un site, dit de préservation exceptionnelle, abritant une faune et une flore fossilisées riches, avec notamment de nombreux mollusques, insectes, et poissons. Le lieu correspondait très certainement à un petit lac qui s'est asséché en préservant une grande partie de son écosystème.

La compréhension du processus de fossilisation de ces échantillons est encore à l'heure actuelle à l'étude, mais nous possédons déjà plusieurs analyses permettant de caractériser ce type d'échantillon (GUERIAU, MOCUTA et BERTRAND, 2015). Plus particulièrement, l'échantillon que nous avons radiographié correspond à un morceau de muscle et de côtes d'une espèce d'acténoptérygien, ou poisson à nageoires rayonnées. Nous avons représenté le poisson ainsi qu'une photographie du fossile dont est issu le prélèvement, en figure 6.30.

L'état de conservation unique de ces fossiles est attribué à l'action d'un voile microbien se déposant sur le poisson au moment de sa mort. Celui-ci du fait de son action favorise la réplique parfaite des tissus en décomposition, au moins en surface, par des minéraux de type apatite. Il en existe trois sortes, la chlorapatite ($Ca_5(PO_4)_3Cl$), la fluorapatite ($Ca_5(PO_4)_3F$), et l'hydroxyapatite ($Ca_5(PO_4)_3(OH)$). Elles composent majoritairement le fossile, que ce soit au niveau des côtes ou au niveau des muscles. D'autre part l'activité microbienne est soupçonnée d'être responsable du dépôt d'un minéral de couleur rouge de type hydroxyde de fer ($Fe(OH)_x$ avec $x = 1, 2, 3$). Ce minéral recouvre les fossiles uniformément, mais peut être arraché lors de l'extraction du prélèvement, ce qui explique l'hétérogénéité apparente de l'échantillon sur la photographie 6.30 b). Le prélèvement que nous avons étudié est également hétérogène en composition et contient de l'apatite et des zones de dépôts d'éléments plus denses comme l'hydroxyde de fer.

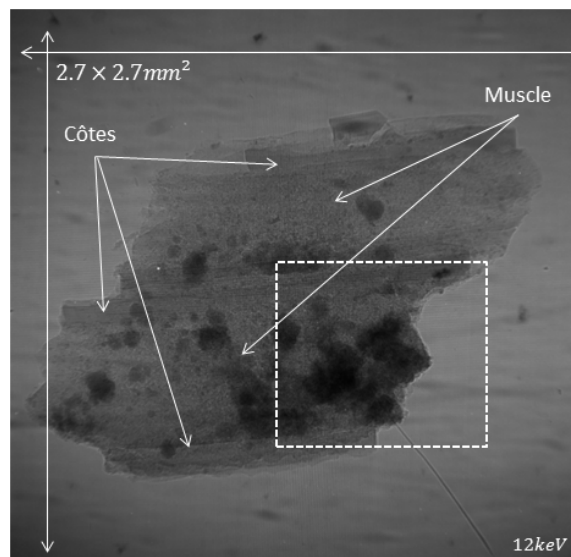


FIGURE 6.31: Radiographie d'un muscle fossile à $12keV$, Interférogramme brut.

L'interférogramme de mesure 6.31, a été obtenu à $12keV$. La figure 6.32 a) correspond à une portion de l'image de continuum de l'échantillon, et b) à une portion de l'image de la surface d'onde reconstruite. La première offre un contraste bien meilleur que la seconde sur les éléments lourds en bas de l'échantillon. Ces derniers correspondent très certainement à du fer, élément plus lourd que le reste de l'échantillon principalement constitué de calcium.

Pour les paléontologistes, la poursuite de la compréhension du processus de fossilisation passe notamment par la caractérisation des prélèvements dans leur épaisseur. En effet, à l'heure actuelle la plupart des informations obtenues sont surfaciques, ou du moins ne permettent pas encore de remonter à la localisation des différents éléments au sein de l'échantillon. Notamment, une question en suspens concerne la présence ou non de minéral

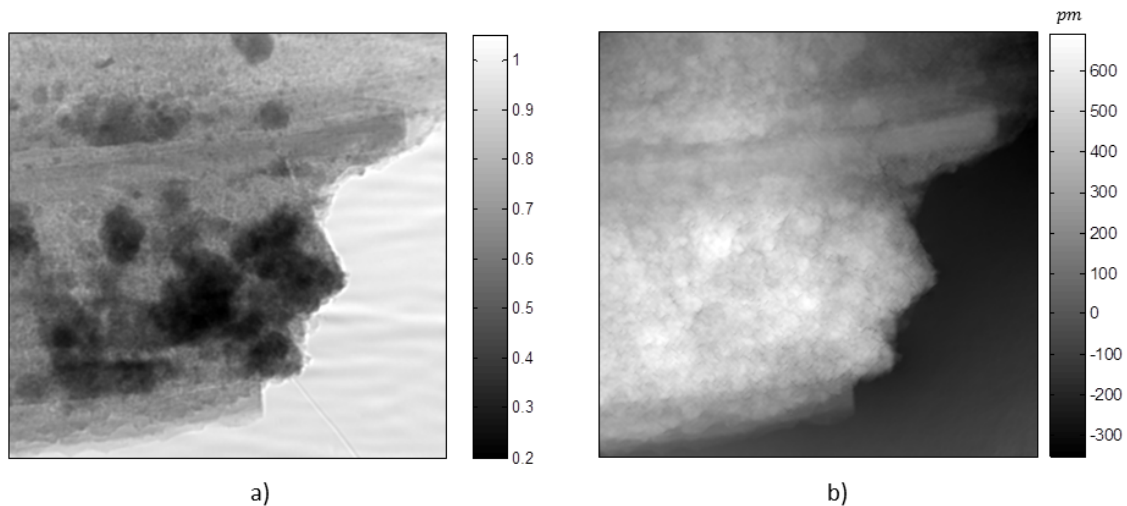


FIGURE 6.32: Radiographie d'un muscle fossile à $12keV$, a) Image de continuum de l'échantillon, b) Image de phase, en réalité représentée par la surface d'onde.

de type hydroxyde de fer à l'intérieur du muscle fossilisé, ce qui ouvrirait des perspectives de compréhension du mode d'action du voile microbien par exemple. Des techniques de tomographie d'absorption permettraient de remonter à une information spatiale en trois dimensions. La mise en œuvre de telles mesures sont en perspectives pour ce type d'étude. Il serait intéressant de pouvoir également comparer la tomographie d'absorption avec celle de phase, afin d'évaluer si cette dernière ne peut pas apporter d'informations complémentaires utiles aux paléontologistes.

6.3.3.2 Médiateur

La deuxième mesure correspond à l'analyse d'une portion de médiateur [6.33 a)] : celui-ci est placé devant le réseau de diffraction, et analysé à une énergie de $18keV$ en faisceau monochromatique. L'interférogramme en présence de l'échantillon est représenté sur la figure b). Après conditionnement de l'interférogramme et extraction des données de l'ordre 0 et des harmoniques de travail, nous obtenons d'une part la cartographie de continuum de l'échantillon [c)], et d'autre part, après intégration des dérivées, la surface d'onde reconstruite [d)].

Sur l'image de continuum de l'échantillon, nous pouvons isoler les parties de l'image où se trouve le médiateur. En revanche, la variation de transmission en fonction de l'épaisseur n'y semble pas apparaître, contrairement à l'image de surface d'onde reconstruite. En effet, les figures e) et f) correspondent à deux mêmes coupes sur la cartographie du continuum et de la surface d'onde. Nous pouvons constater que la courbure du bord du médiateur se retrouve parfaitement sur l'image de phase, alors que sur l'image de transmission celle-ci n'apparaît pas de façon nette ; la décroissance de transmission est faible et semble plutôt linéaire que quadratique.

De plus, le rapport signal sur bruit de la mesure semble beaucoup plus élevé sur l'image de phase. Afin d'estimer ce rapport pour chaque image, nous évaluons l'écart-type dans le coin bas gauche de l'image pour lequel il n'y a pas d'échantillon et calculons le rapport avec l'amplitude de la coupe de l'objet. Ainsi, nous estimons un rapport signal sur bruit pour

l'image c) de $RSB_{continuum} = \frac{0,025}{0,0021} \approx 12$, contre un rapport signal sur bruit pour l'image d) de $RSB_{SO} = \frac{358,5}{0,8761} \approx 409$. Ce dernier est beaucoup plus élevé, ce qui montre pour cet échantillon l'intérêt de la radiographie de phase, par rapport à la radiographie d'absorption.

D'autre part, à la transition air/objet, nous observons une forte oscillation associée au contraste de phase de l'objet sur l'image de continuum ; signal qui s'ajoute à la variation de transmission et que l'on ne retrouve pas sur l'image de phase. Pourtant, il est intéressant de noter que cette transition exacerbée se retrouve sur les dérivées. En calculant la carte des dérivées croisées $A_{dc}(x, y)$, nous obtenons la cartographie de la figure 6.33 g), qui révèle bien cette transition. En dehors de cette transition, elle est bien nulle sur toute l'image et avec une moyenne et un écart-type constant entre les deux zones avec et sans échantillon. L'exploitation optimale de cette information est encore à l'étude.

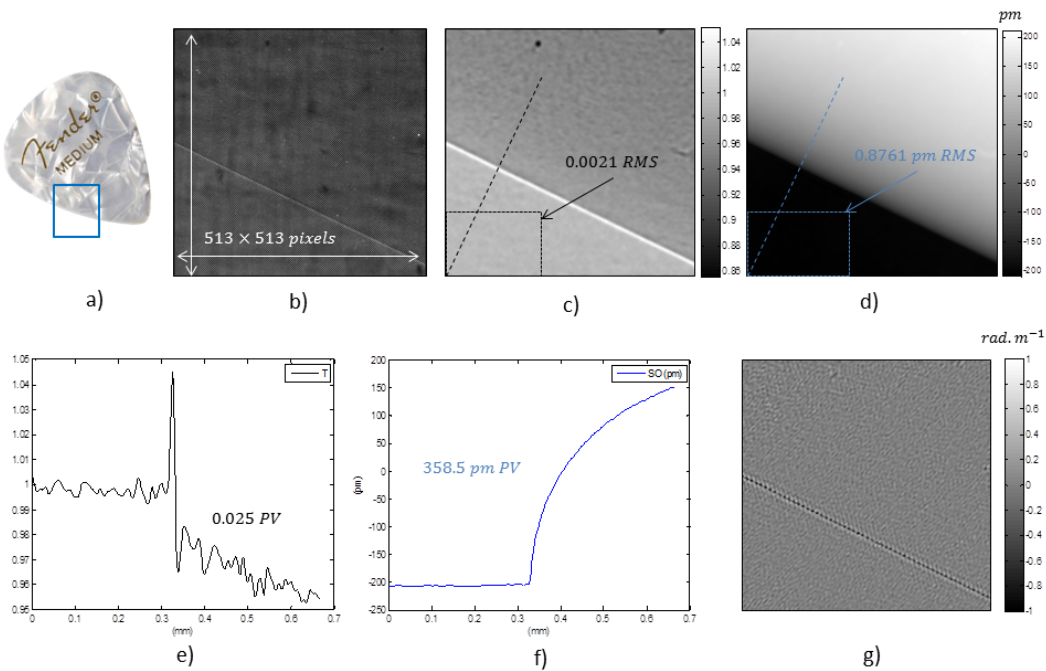


FIGURE 6.33: Radiographie d'une portion de médiateur, a) Image de l'objet, b) Interférogramme brut traité, c) Image de continuum extraite, d) Image de phase reconstruite, e) Coupe de l'image de continuum, f) Coupe de l'image de phase, g) Carte des dérivées croisées $A_{dc}(x, y)$.

6.3.3.3 Coléoptère

Le dernier échantillon, dont nous allons présenter l'analyse, est un insecte issu de la famille des coléoptères [6.34 a)]. Des images au microscope de grandissement $\times 4$ ont été prises de dessus et de dessous [respectivement b) et c)] de façon à se repérer sur l'image de radiographie de phase. L'échantillon a ensuite été placé de sorte à faire la radiographie en transmission de la tête de l'insecte vue de dessus. L'énergie de travail est toujours de 18keV .

Nous allons ici analyser l'ensemble de l'image sur 2048×2048 pixels correspondant à un champ de $2,027 \times 2,027\text{mm}^2$. L'extraction des harmoniques de travail permet d'obtenir les dérivées du front d'onde de l'insecte de la figure 6.35 selon les directions x et y . Il est intéressant de noter que les formes verticales traversant la tête jusqu'au thorax de l'insecte

6.3. Résultats d'imagerie de phase en rayons X

se voient particulièrement bien sur l'image de dérivée en x , alors que sur l'image de dérivée en y celles-ci sont presque invisibles. En revanche, dans la zone de raccord de la tête avec le reste du corps, le contraste en vertical de la jointure est plus nette sur la dérivée en y .

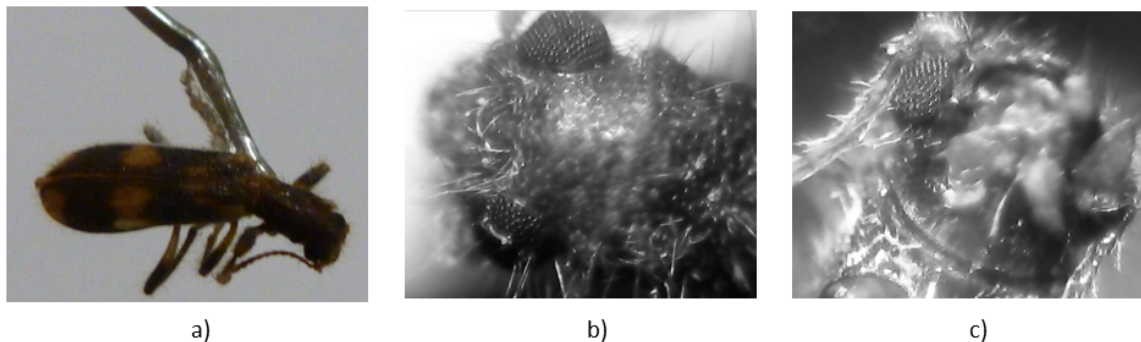


FIGURE 6.34: Radiographie d'un coléoptère, a) Photographie de l'insecte, b) Tête imagée par un microscope $\times 4$ par le dessus, c) Tête imagée par un microscope $\times 4$ par le dessous.

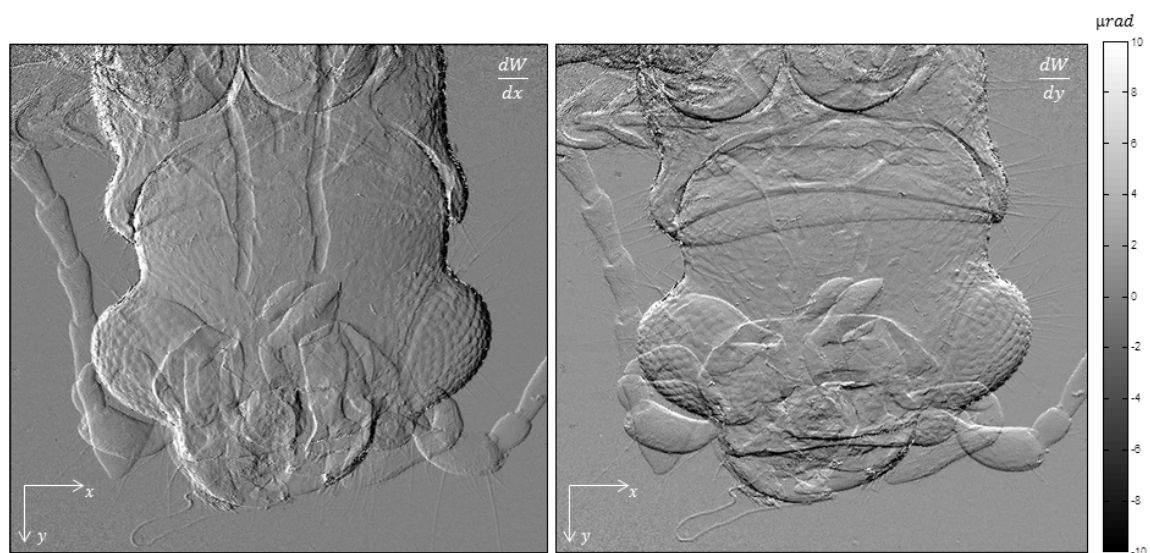


FIGURE 6.35: Dérivées du front d'onde de la mesure de l'insecte.

Nous représentons ensuite les images de continuum et de phase sur les figures 6.36 et 6.37. La première révèle de nombreux détails, comme les poils de l'insecte, alors que sur l'image de surface d'onde reconstruite, les détails semblent moins exacerbés. Par souci de visualisation, nous avons réalisé une procédure de révélation des contours de l'image de surface d'onde. Nous avons utilisé la fonction "find edges" d'ImageJ pour obtenir une carte de contour (figure 6.38), puis nous avons ajouté cette carte de contour à l'image de surface d'onde. Procédant ainsi, nous conservons globalement l'information de phase à l'intérieur de l'échantillon (la barre de couleur est calculée sur la surface d'onde initiale) tout en soulignant les contours afin d'augmenter le confort de visualisation.

Nous remarquons à partir de cette image de contour que le signal semble se dégrader dans le coin haut gauche de l'image. Nous retrouvons d'ailleurs des dérivées plus bruitées à cet endroit sur la figure 6.35. Ceci est très probablement dû à un alignement non optimal du

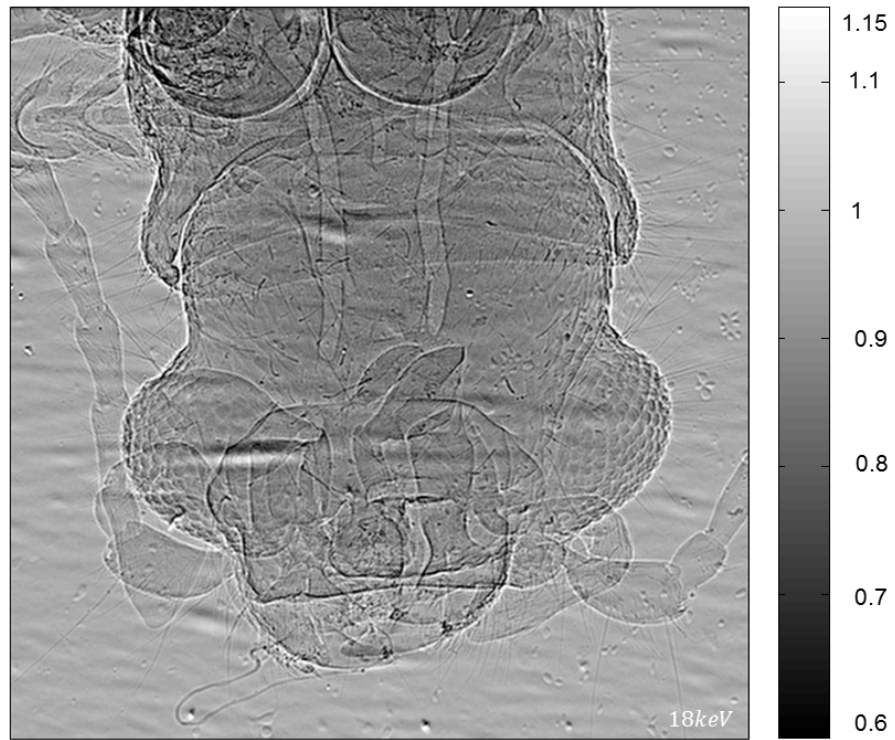


FIGURE 6.36: Image de continuum à $18keV$.

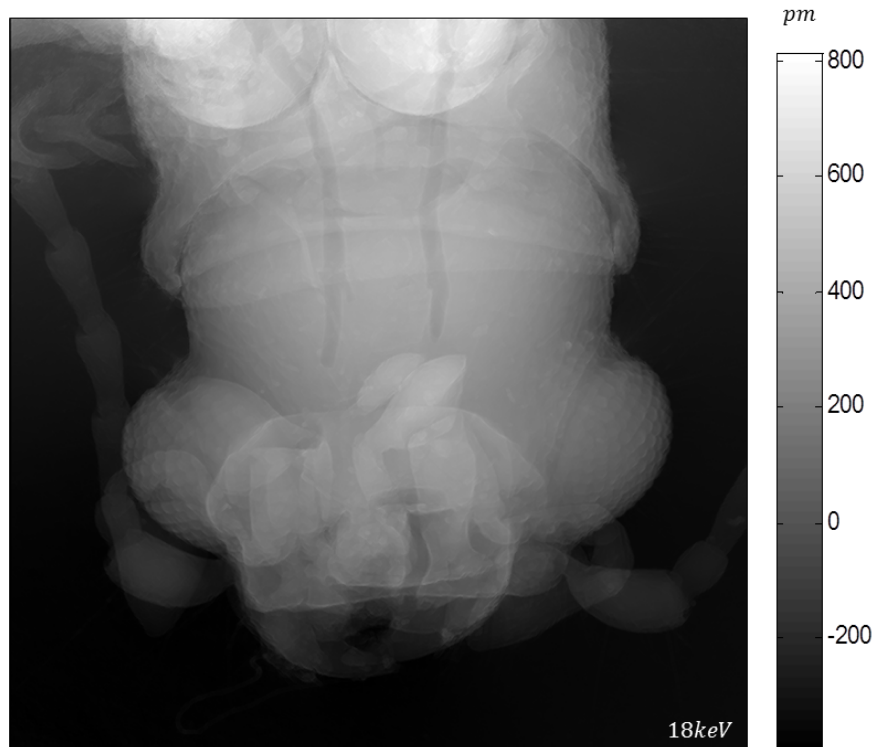


FIGURE 6.37: Image de phase (en réalité surface d'onde) à $18keV$.

plan du scintillateur par rapport au plan de la matrice CCD. Celui-ci doit être légèrement basculé de sorte que le coin haut gauche de l'image sorte sensiblement de la profondeur de champ de l'objectif.

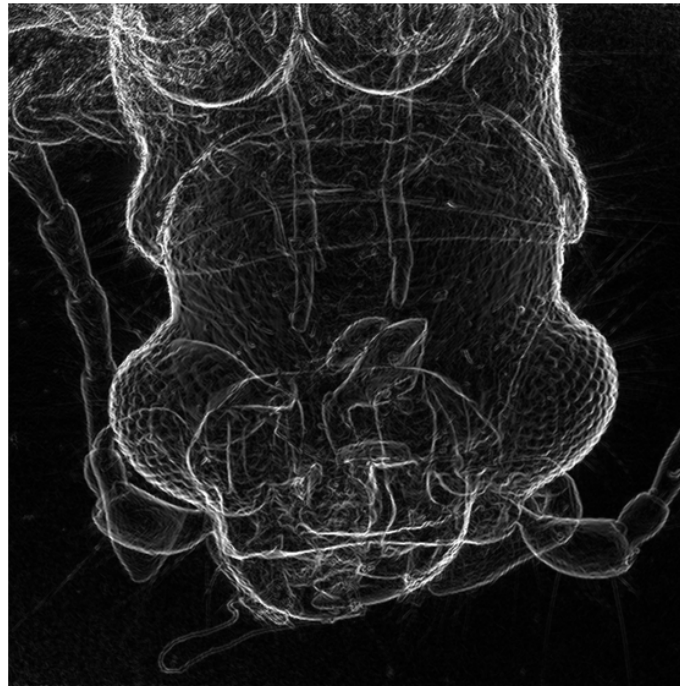


FIGURE 6.38: Contours obtenus à partir de la surface d'onde mesurée du coléoptère en utilisant la fonction "find edges" d'ImageJ.

Revenons, désormais à l'image de surface d'onde 6.37. Nous constatons que, comme dans le cas du médiateur, celle-ci donne une impression de volume plus prononcée. L'information est codée sur davantage de niveaux du fait de la plus grande sensibilité en phase qu'en transmission à cette énergie. Cette sensation peut se traduire mathématiquement par une représentation en histogramme des deux signaux. Avec ImageJ, nous calculons un histogramme pour chaque image, entre la valeur minimale et maximale, en répartissant les niveaux sur 256 classes (valeur arbitraire). Nous constatons que dans le cas de l'histogramme du continuum 6.39 a), l'écart-type de la distribution des niveaux codés dans l'image est de 0,070 niveaux de continuum pour un signal codé sur une échelle allant d'une valeur minimale de 0,4 à une valeur maximale de 1,75 (sur l'image 6.36 l'échelle a été réduite pour le confort de visualisation). Par conséquent, l'histogramme se décompose sur une petite fraction de la dynamique de mesure ; soit, $\frac{0,07}{(1,75-0,4)} * 100 = 5,2\%$ de la dynamique de mesure dans cette image de continuum.

Dans le cas de l'image de surface d'onde, nous obtenons un écart-type de la distribution de 324,3pm et des extrema du signal de -395,3pm et de 814,6pm. Ce même calcul donne alors $\frac{324,3}{(814,6+395,3)} * 100 = 26,8\%$ de la dynamique de mesure. Nous constatons d'ailleurs que l'histogramme de l'image de la surface d'onde est beaucoup plus étalé que celui de l'image de continuum. L'analyse mathématique de ces deux images est encore à l'étude et semble être une piste prometteuse, quant à la quantification de l'intérêt de ces deux modalités d'imagerie l'une par rapport à l'autre.

Nous avons également reproduit la mesure à 30keV pour démontrer la faisabilité de la mesure à cette énergie. De la même façon nous constatons que la transmission de l'insecte

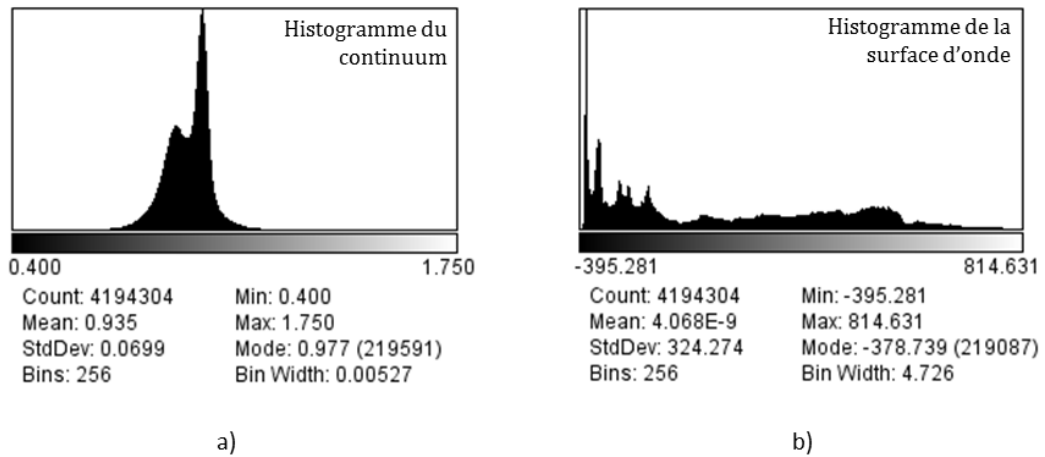


FIGURE 6.39: Histogrammes calculés sur 256 classes des images de continuum et de surface d'onde du coléoptère, a) Continuum ; écart-type de la distribution des niveaux de continuum : 0,070 niveaux de continuum, b) Surface d'onde ; écart-type de la distribution des niveaux de phase : 324,3pm.

s'atténue encore, ne révélant plus que les contours du coléoptère par contraste de phase. Nous constatons également que la transmission de l'insecte commence à être au même niveau de signal que les artefacts associés aux variations d'illumination pendant l'acquisition de la mesure. Concernant l'analyse de la surface d'onde, celle-ci permet toujours d'observer les mêmes détails sur l'échantillon. Les deux images sont représentées sur la figure 6.40, et pour l'image b) nous avons comme précédemment appliqué un rehaussement des transitions pour la visualisation.

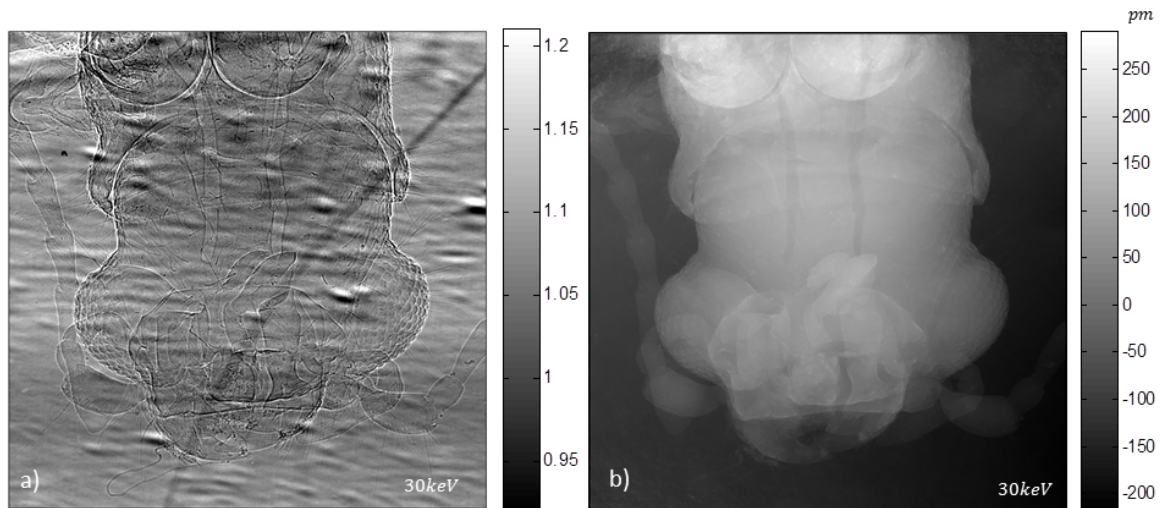


FIGURE 6.40: Contraste d'absorption et contraste de phase à 30keV, a), b) Image de continuum et surface d'onde reconstruite à 30keV.

À la lumière des différents échantillons que nous avons analysés, nous retrouvons les comportements prédits dans le chapitre 2 section 2.4.1.2. C'est-à-dire que la sensibilité de la phase est plus élevée que celle en transmission ce qui se révèle être un avantage pour

l'analyse d'échantillons homogènes faiblement absorbants. En revanche dans le cas d'échantillons hétérogènes en composition comme le cas du fossile, la modalité d'imagerie par contraste d'absorption se révèle plus intéressante. Il y a donc une véritable complémentarité entre ces modalités d'imagerie, selon l'échantillon et les conditions de mesure, notamment l'énergie de travail. L'association physique de ces deux images complémentaires dans le processus d'analyse semble alors une perspective de développement prometteuse afin de coupler les points positifs de chacune.

Chapitre 7

Conclusion et Perspectives

Lors de ces travaux de thèse, nous avons créé un interféromètre pour la métrologie de front d'onde et l'imagerie de phase dans le domaine des rayons X durs. L'instrument repose sur un concept innovant d'achromatisation des performances de mesure, sur une large bande spectrale, pour une seule et même configuration interférométrique. Il se décompose en deux sous-éléments : le réseau de diffraction responsable de la génération de la modulation interférométrique, permettant de porter l'information de la surface d'onde, et la détection. Cette dernière réalise la discrétisation numérique du signal physique continu pour mener à bien l'ensemble des analyses et traitements des interférogrammes. Bien qu'il existe de multiples configurations interférométriques ou autres méthodes d'analyse du front d'onde, nous avons choisi de développer l'instrument autour d'une configuration à un seul réseau de diffraction, et une détection indirecte permettant d'obtenir un échantillonnage des franges en adéquation avec la procédure d'extraction de l'information choisie : la démodulation Fourier. Ce choix a été motivé par les contraintes de notre cahier des charges : sensibilité de mesure, résolution spatiale, fonctionnement sur une large bande spectrale, et possibilité de calibrer l'instrument de façon absolue.

Dans une démarche équilibrant modélisation théorique, numérique et validation expérimentale, nous avons mené à bien l'optimisation du réseau de diffraction et de la détection. De façon conjointe, nous avons développé les algorithmes de traitement d'images adaptés à l'analyse des interférogrammes et proposé une procédure de pré-traitement des interférogrammes pour réduire les artefacts générés par démodulation Fourier d'une image présentant des discontinuités de signal. Entre autres, nous avons démontré au travers de l'analyse de données simulées ainsi qu'expérimentales, l'intérêt de l'algorithme WASP dans la gestion des problèmes d'éclairement partiels du champ de l'interféromètre. Ceci étant d'autant plus important que l'instrument est destiné principalement à l'analyse de faisceaux X pour la métrologie.

L'élément clé de cet instrument correspond au réseau de diffraction en damier. Nous avons ainsi mené une étude théorique complète sur ses propriétés de diffraction en fonction de ses paramètres fondamentaux, à savoir : la période du réseau, le déphasage et l'effet de transmission introduit par la sur-épaisseur des dames en fonction de l'interaction du rayonnement X et du matériau le constituant. Cette première brique théorique constitue le point de départ de la création d'un modèle complet rendant compte de la génération du signal, de l'impact du bruit de mesure et du filtrage associé à la procédure d'extraction de l'information et de ses traitements numériques ultérieurs. Cette fonction nous a par la suite permis d'optimiser le réseau de diffraction, de sorte à obtenir une achromatisation (non rigoureuse) sur la bande spectrale de 10 à 30keV. Expérimentalement, nous avons atteint des valeurs de répétabilité de mesure entre 0,43pm RMS et 0,23pm RMS avec une moyenne des performances à 0,29pm RMS sur la bande spectrale 10-30keV, correspondant à environ $\lambda/214$ RMS pour une longueur d'onde moyenne de 62pm, ce qui correspond tout à fait au besoin pour la métrologie *in-situ*.

D'un point de vue instrumental, nous avons développé un système de détection indirecte en ligne, qui résiste au rayonnement X. L'utilisation sur faisceau d'un verre résistant aux radiations à été validée sur faisceau ; celui-ci ne marque pas et permet de couper totalement le faisceau en monochromatique comme en faisceau blanc. Enfin, le système peut tenir thermiquement sans se dégrader. Nous estimons que la structure mécanique en métal permettra d'évacuer la chaleur déposée par le faisceau sur le verre. La solution instrumentale est donc pérenne et permettra de mettre en œuvre le diagnostic dans la plupart des configurations expérimentales que l'on retrouve dans le domaine X durs à SOLEIL. Néanmoins une question reste ouverte, c'est le maintien de la calibration de l'instrument lors de l'utilisation de celui-ci en faisceau blanc. Il n'est pas certain que la dilatation thermique du verre ne dégrade pas la qualité de mesure. Si c'était le cas, il faudrait alors songer à refroidir la lame de LF5G19 par un module pelletier par exemple.

D'autre part, nous avons fiabilisé le processus de fabrication des réseaux de diffraction en or déposé sur substrat silicium, en collaboration avec l'unité mixte de physique CNRS/Thales R&T. Nous avons entamé ce même processus sur substrat diamant, plus adapté à nos conditions de mesure. Dans ce cas, les paramètres de gravure et de dépôt des structures diffractantes sont encore à l'étude et en cours d'optimisation. Nous avons également mis en évidence la nécessité d'amener ce processus de fabrication à maturité afin d'atteindre des performances de mesures non limitées par l'absorption du substrat du réseau, ou par le réseau lui-même.

Il s'agit là d'une des premières perspectives instrumentales parmi d'autres. En effet, il reste les postes suivants par ordre d'état d'avancement : création de la structure mécanique, intégration des éléments approvisionnés dans cette structure, développement d'un logiciel de traitement des données robuste et automatisé de sorte, idéalement, à obtenir en temps réel le front d'onde mesuré par l'instrument, et enfin sa calibration sur la source synchrotron, avec toute la procédure associée qu'il reste à définir.

La conception de la structure mécanique au moment de la rédaction de ce manuscrit est déjà bien avancée par le bureau d'étude mécanique de SOLEIL, et la mise en plan pour le lancement de la réalisation de la structure est imminente. La représentation 3D de la figure 7.1 illustre l'architecture globale imaginée pour l'interféromètre.

Les supports circulaires du réseau et du scintillateur vont permettre de réaliser l'alignement et les réglages d'orientation fins des composants entre eux et avec le reste de la détection. De plus un réglage de translation selon l'axe optique de l'instrument est prévu dans les deux cas. Un support d'adaptation a également été pensé pour pouvoir placer l'instrument sur les tours motorisées de la ligne et pourra être adapté en fonction des équipements des autres lignes de lumière, dont il faudra potentiellement réaliser la métrologie. Entre le support d'adaptation et celui de l'interféromètre sont prévus des pieds permettant d'isoler l'instrument des possibles vibrations. Enfin, un capot est à prévu pour réaliser une isolation à la fois thermique mais également contre la lumière parasite présente dans les cabanes d'expérience, et qui pourrait affecter la mesure.

Bien que les travaux de thèse aient été orientés principalement sur la conception de l'instrument, des mesures applicatives ont été réalisées, à la fois en métrologie et en imagerie de phase. Les mesures de métrologie ont démontré la capacité de l'instrument à mesurer des défauts résiduels très faibles, d'optiques limitées par la diffraction. L'instrument dans sa configuration optimisée a démontré sa compatibilité avec la métrologie de front d'onde d'optiques dont les défauts résiduels sont très faibles. La caractérisation du bruit de l'instrument en fonction de l'énergie démontre également la possibilité de réaliser les mesures

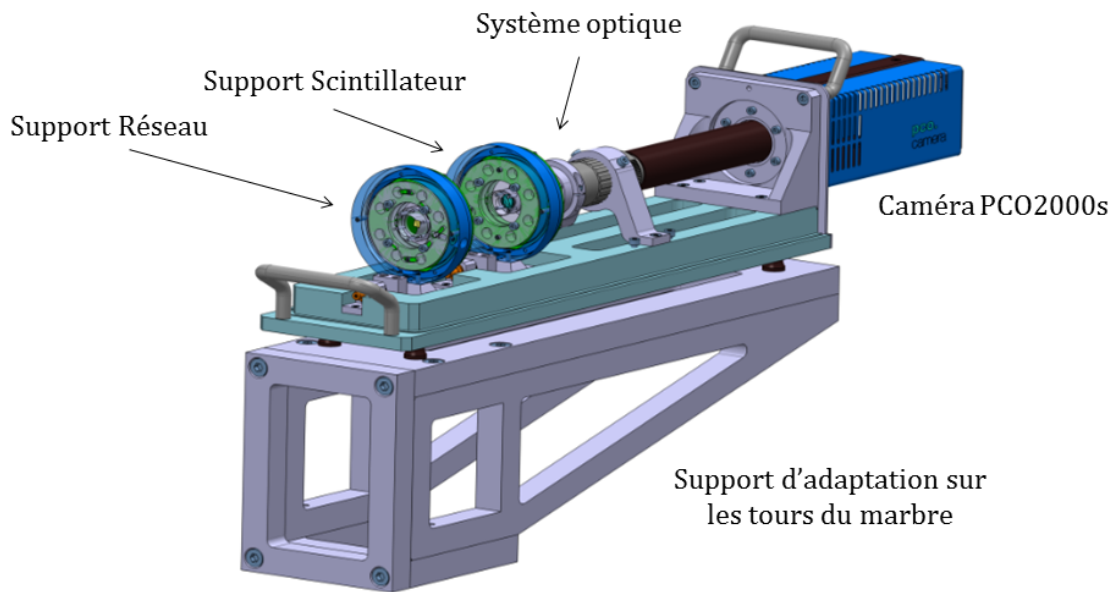


FIGURE 7.1: Interféromètre X durs développé sur la ligne Métrologie, modélisation CAO 3D. Courtoisie de Victor Pinty chargé du projet au bureau d'étude mécanique de SOLEIL.

sur une grande plage spectrale. Cette première version d'analyseur de front d'onde dédié à l'analyse sur faisceau synchrotron offre ainsi la possibilité de travailler dans de multiples configurations et nous espérons qu'il servira à l'alignement optimal des lignes du synchrotron en vue de "l'upgrade" de la machine et des lignes prévu à l'horizon 2025 à SOLEIL, ainsi qu'à la prospection de nouvelles utilisations en imagerie de phase sur source synchrotron.

De la même façon, nous avons montré sa capacité à opérer à plus haute énergie en imagerie de phase à 18 et 30keV . Le bilan de ces mesures est en revanche plus nuancé. Ici l'instrument n'est pas remis en cause, mais le questionnement porte davantage sur le couplage de l'imagerie de phase et de l'imagerie traditionnelle d'absorption, tout en restant dans le cadre de l'analyse des mesures effectuées par l'instrument. Il n'est pas question de confronter les deux modalités d'imagerie, car la comparaison ne serait pas équitable. Nous pouvons toujours trouver des configurations entre échantillons et conditions de mesures favorables à l'une comme à l'autre.

En effet, selon la nature des échantillons et selon l'objectif final de la mesure, les deux modalités d'imagerie, associées soit à l'atténuation ou au déphasage de l'onde à la traversée de celui-ci, présentent des avantages et des inconvénients. Ainsi, d'un point de vue théorique plusieurs perspectives se dessinent, notamment autour de la quantification des images obtenues par l'instrument, que ce soit de continuum, de phase ou de visibilité des franges. En premier lieu, au vu de la complexité des images obtenues, il est impératif d'être capable d'identifier chaque composante des images et de comprendre leur origine. Il s'agira du premier pas vers la quantification absolue des signaux obtenus. Par exemple, concernant l'image de continuum, nous avons illustré le fait que cette image se décomposait en au moins 2 éléments ; le contraste associé à l'absorption de l'échantillon, et le contraste engendré aux transitions fortes : le phénomène de contraste de phase.

Ce dernier révèle alors naturellement les contours et ruptures de l'échantillon. Par conséquent, dans le cadre de l'identification d'une géométrie particulière, ou d'une transition entre deux matériaux proches en composition par exemple, cette image se trouve particulièrement adaptée. Ainsi, citons comme applications le contrôle non destructif d'échantillons de l'industrie microélectronique comme les MEMs (Micro Electro Mechanical devices). Sur ces puces, généralement en silicium, les gravures sont extrêmement fines et la structuration de la puce se fait sur des épaisseurs très faibles de l'ordre de quelques microns. Nous avons alors pensé que l'imagerie de phase permettrait de mieux révéler la topographie de l'objet. Elle permet en effet de révéler avec davantage de contraste les différentes parties gravées, mais l'effet de contraste de phase étant très fort au niveau des ruptures des gravures, la reconnaissance de la structuration est plus aisée sur l'image de continuum. Ainsi, dans ce cas, l'imagerie de phase permettra sans doute d'obtenir des informations plus quantitatives sur l'épaisseur locale de l'échantillon et ses variations, alors que l'image de continuum permettra de mieux quantifier les contours internes et externes de l'échantillon.

D'autre part, en repartant de l'équation de transfert en intensité 2.26, nous pouvons démontrer que la forme du ressaut attribué au contraste de phase à la transition des échantillons dépend de leur forme locale. Ce point est encore à l'étude, mais il semblerait qu'il soit possible de classer la forme des échantillons localement au niveau d'une transition en fonction de l'effet de contraste de phase obtenu. Ce point montre qu'il est possible d'extraire d'autres informations de l'image de continuum que la seule transmission de l'échantillon. De ce point de vue là, l'image de phase est moins complexe ; elle est constituée d'une seule composante, ce qui constitue un atout pour une approche quantitative.

Enfin, l'analyse de la dernière modalité d'imagerie, à savoir la visibilité des franges, n'a pas été poussée dans ce manuscrit. Cette image est également très complexe et révèle non seulement les défauts d'instrumentation comme la mise au point du système de détection, mais également la diffusion introduite par l'échantillon, et la perte de contraste des franges produite par contraste de phase aux transitions fortes de l'échantillon. La modélisation physique de génération de ce signal est à poursuivre, tout comme l'identification d'un processus d'extraction optimal.

L'ensemble de ces questionnements sur ces modalités d'imagerie, leur lien avec l'instrumentation et l'algorithmique de traitement des images, démontrent l'intérêt de développer un modèle physique de formation de ces images dans le cas d'échantillons complexes comme ceux rencontrés en imagerie de phase. Nous avons présenté une première brique de ce modèle dans ces travaux de thèse, avec la fonction de mérite de l'instrument. Désormais, il pourrait être intéressant de poursuivre le développement de ce modèle au travers de la physique de l'interaction du rayonnement avec l'échantillon et l'analyse des multiples signaux acquis en lien avec cette physique.

Afin de pouvoir mener à bien cette analyse théorique, il sera intéressant de poursuivre le développement de l'algorithme WASP. La procédure à l'heure actuelle est relativement simple, elle ne repose sur aucune connaissance *a priori* de l'image traitée et de son contenu. Ceci s'avère être un atout majeur par rapport à d'autres algorithmes plus complexes, car l'ajout d'informations sur l'image se fait en général par le biais de paramètres ajustables, la procédure devient alors difficile à optimiser. Nous citerons par exemple les applications d'"inpainting" (ou comblement d'image), pour lesquelles la procédure WASP peut s'ajouter aux multiples algorithmes déjà existants. Elle se transpose directement à une image sans modulation par traitement de la seule harmonique présente dans le plan Fourier : l'ordre 0. Ainsi il est possible de combler un jeu de données lacunaires comme le démontre la figure 7.2, à partir d'une image de guêpe dont on retire périodiquement des colonnes de pixels.

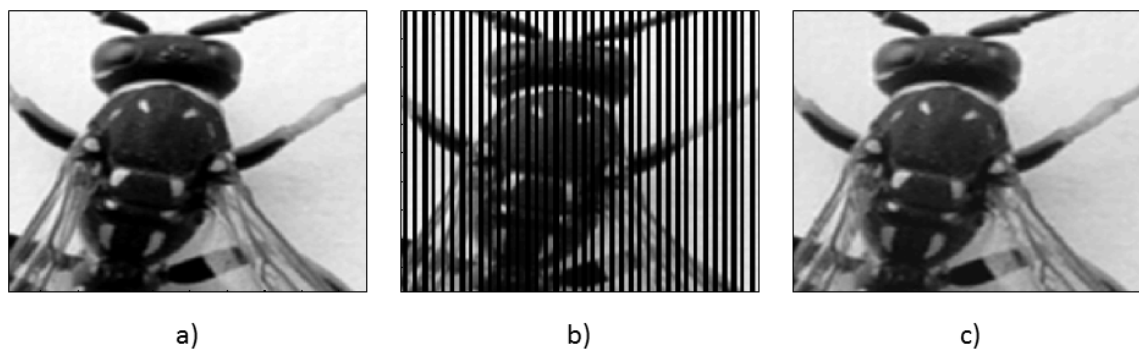


FIGURE 7.2: Inpainting par la procédure WASP, a) Image de guêpe initiale, b) Image de guêpe lacunaire, c) Image comblée par la procédure.

Une application très intéressante peut consister alors à réaliser ce type de comblement sur un jeu de données issu d'une expérience de tomographie. Dans ce cas, les algorithmes usuels de reconstruction tomographique fonctionnent bien lorsqu'ils se basent sur un grand nombre de projections, et donc un grand nombre d'acquisitions d'image. Ainsi, nous pourrions imaginer réaliser l'enregistrement d'interférogrammes pour la reconstruction tomographique sur un plus faible nombre de projections, tout en conservant une qualité de reconstruction suffisante, grâce au comblement du sinogramme au niveau des projections non réalisées expérimentalement. Ceci permettrait alors de réduire le temps d'exposition et donc la dose sur échantillon, ce qui s'avère intéressant en perspective d'une utilisation dans le domaine médical par exemple.

Un autre domaine applicatif auquel la procédure WASP pourrait révéler son intérêt, concerne le dé-bruitage d'image, et notamment d'interférogrammes. En effet, lors de la génération de franges d'interférences par une source très cohérente, les franges (issues de la superposition de deux ondes par exemple) sont entachées d'un bruit de speckle pouvant être limitant dans la procédure d'analyse des modulations. Ainsi des algorithmes de réduction de bruit permettent de réduire ce bruit de speckle à partir des gradients de l'image initiale. Ceux-ci génèrent des artefacts aux bords de l'image qui s'amplifient au cours du processus itératif. Nous avons vu que la procédure WASP est robuste face au bruit, mais le conserve. Dans ce cas applicatif, il serait intéressant d'envisager son utilisation dans le but de supprimer les artefacts de bords à partir d'une image extrapolée et d'ainsi limiter leur amplification au cours du processus grâce à une modification des conditions de bords de l'image. Cette démarche pourrait alors peut-être se généraliser à la gestion des conditions de bord d'un signal numérique dans de nombreux domaines.

Enfin, ces perspectives théoriques et numériques peuvent être complétées par des perspectives expérimentales en imagerie de phase par exemple. Le senseur de front d'onde que nous avons développé ici permet d'extraire les distributions d'intensité et de phase d'un faisceau après propagation derrière un échantillon. Par conséquent il serait intéressant de l'utiliser à la place des détecteurs (directs ou indirects) utilisés sur les expériences d'imagerie multimodale haute résolution par déflexion de faisceau au travers d'un échantillon. Sur de tels montages, l'idée est de focaliser le faisceau par une lentille de Fresnel sur l'échantillon, et d'analyser, entre autres, les variations de position et d'intensité du spot lumineux projeté sur le détecteur. Notamment, à partir du déplacement du spot, il est possible de remonter aux dérivées du front d'onde. Cependant, cette mesure de déplacement peut être entachée de nombreuses erreurs. En utilisant un analyseur de front d'onde calibré en absolu, il serait possible de mesurer directement le déplacement du faisceau et donc les cartes de dérivées du front d'onde de l'échantillon de façon plus quantitative.

Annexe A

Calcul de $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}$

Détaillons le calcul de la fonction $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}$. Nous rappelons qu'elle correspond à la transformée de Fourier d'une fonction porte à deux dimensions, de largeur totale $\frac{p}{2}$ et tournée de 45° . La transformée de Fourier d'une fonction porte de largeur l non tournée ($\Pi_{0^\circ, l}$) se calcule grâce à la formule :

$$\tilde{\Pi}_{0^\circ, l} = (l \operatorname{sinc}(\pi l \nu_x)) \times (l \operatorname{sinc}(\pi l \nu_y)) \quad (\text{A.1})$$

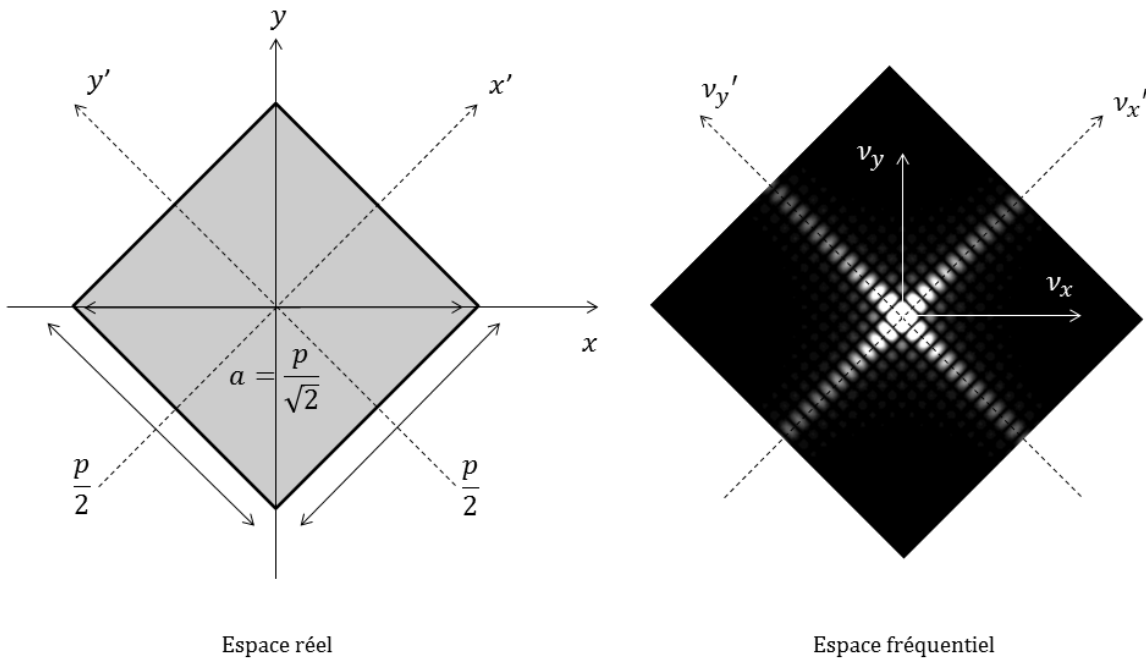


FIGURE A.1: Schéma d'une dame tournée et de sa représentation fréquentielle.

En appliquant cette formule au cas de la dame de largeur $p/2$ tournée de 45° , dans le repère tourné (x', y') , illustré sur la figure A.1, nous obtenons la relation suivante :

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}(\nu'_x, \nu'_y) = \frac{p^2}{4} \left(\operatorname{sinc} \left(\pi \frac{p}{2} \nu'_x \right) \times \operatorname{sinc} \left(\pi \frac{p}{2} \nu'_y \right) \right) \quad (\text{A.2})$$

En réalité, nous préférons relier la période du réseau à la valeur a qui correspond à l'espacement des Dirac des deux peignes de Dirac utilisés pour décrire la reproduction de

la maille élémentaire. L'équation devient, dans le repère (ν'_x, ν'_y) :

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}(\nu'_x, \nu'_y) = \frac{a^2}{2} \left(\text{sinc} \left(\pi \frac{\sqrt{2}a}{2} \nu'_x \right) \times \text{sinc} \left(\pi \frac{\sqrt{2}a}{2} \nu'_y \right) \right) \quad (\text{A.3})$$

Afin de se placer dans le repère (ν_x, ν_y) , il faut appliquer la transformation :

$$\begin{cases} \nu'_x = \frac{\sqrt{2}}{2} (\nu_x - \nu_y) \\ \nu'_y = \frac{\sqrt{2}}{2} (\nu_x + \nu_y) \end{cases}$$

Ainsi,

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}}(\nu_x, \nu_y) = \frac{a^2}{2} \text{sinc} \left(\pi \frac{a}{2} (\nu_x - \nu_y) \right) \times \text{sinc} \left(\pi \frac{a}{2} (\nu_x + \nu_y) \right) \quad (\text{A.4})$$

Enfin, sachant que cette fonction est convoluée dans le calcul du spectre de la fonction de transmittance du damier diffractant avec un peigne de Dirac $2D$, cette fonction se discrétise selon les fréquences $\left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a}\right)$. Nous utiliserons alors l'équation suivante :

$$\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right) = \frac{a^2}{2} \text{sinc} \left(\frac{\pi}{2} (j - k) \right) \times \text{sinc} \left(\frac{\pi}{2} (j + k) \right) \quad (\text{A.5})$$

Cette fonction prend alors les valeurs décrites par la figure A.2 ; ses valeurs correspondent soit aux annulations du sinus cardinal, soit aux maxima locaux de celui-ci.

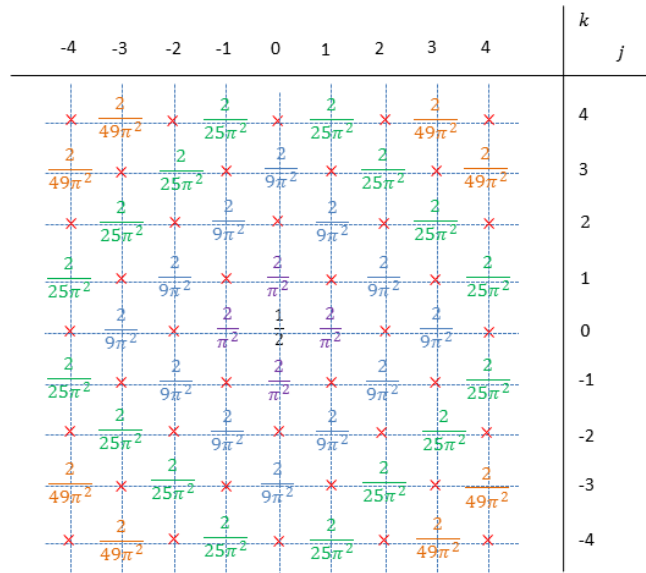


FIGURE A.2: Coefficients de la fonction de pondération $\tilde{\Pi}_{45^\circ, \frac{p}{2}} \left(\frac{j}{a}, \frac{k}{a} \right)$ normalisés d'un facteur a^2 .

Annexe B

Preuve de la propriété liant les $C_{q,l}$ à $C_{1,1}$

Nous avons démontré en section 3.4.1 que les coefficients $C_{q,l}$ ($(q, l) \neq (0, 0)$) d'un réseau s'exprime par l'équation 3.62 :

$$C_{q,l} = \frac{2}{\pi^2 ql} \left(t e^{i\varphi} e^{i\frac{\pi}{2}(l-q)} + e^{i\frac{\pi}{2}(l+q)} \right) \quad (\text{B.1})$$

En calculant les premiers termes $C_{1,1}, C_{-1,1}, C_{-1,-1}, C_{1,3}$, etc..., nous faisons l'hypothèse qu'il s'écrivent tous sous la forme :

$$C_{q,l} = -\frac{C_{1,1}}{|ql|} (-1)^{\frac{|q|+|l|}{2}} \quad (\text{B.2})$$

Afin de le prouver nous allons avoir recours à une récurrence dont voici l'hypothèse $Hr_{q,l}$: " Pour tout couple d'entiers naturels impairs, les coefficients du spectre de la fonction de transmittance d'un réseau de diffraction en damier s'écrit sous la forme $C_{q,l} = -\frac{C_{1,1}}{ql} (-1)^{\frac{q+l}{2}}$ ".

Vérifions, que pour $q = l = 1$, $Hr_{1,1}$ soit vraie :

$$-\frac{C_{1,1}}{1 \times 1} (-1)^{\frac{1+1}{2}} = C_{1,1} \quad (\text{B.3})$$

$Hr_{1,1}$ est vraie.

Désormais, vérifions que si nous supposons $Hr_{q,l}$ vraie, elle entraîne alors $Hr_{q+2,l+2}$ vraie. L'addition du facteur 2 permet, à partir du couple d'impairs (q, l) , d'obtenir le couple d'impairs suivant.

Commençons par calculer à partir de l'équation 3.62 une première expression de $C_{q+2,l+2}$:

$$\begin{aligned} C_{q+2,l+2} &= \frac{2}{\pi^2 (q+2)(l+2)} \left(t e^{i\varphi} e^{i\frac{\pi}{2}(l-q)} + e^{i\frac{\pi}{2}(l+q)} e^{i2\pi} \right) \\ &= \frac{ql}{(q+2)(l+2)} C_{q,l} \end{aligned} \quad (\text{B.4})$$

Désormais calculons $Hr_{q+2,l+2}$:

$$-\frac{C_{1,1}}{(q+2)(l+2)} (-1)^{\frac{(q+2)+(l+2)}{2}} = -\frac{C_{1,1}}{(q+2)(l+2)} (-1)^{\frac{q+l}{2}} \quad (\text{B.5})$$

Or, par hypothèse de récurrence, nous avons $Hr_{q,l}$ vraie, donc $C_{q,l} = -\frac{C_{1,1}}{ql}(-1)^{\frac{q+l}{2}}$ vraie. En réinjectant son expression dans l'équation B.5 nous obtenons :

$$-\frac{C_{1,1}}{(q+2)(l+2)}(-1)^{\frac{q+l}{2}} = \frac{ql}{(q+2)(l+2)}C_{q,l} = C_{q+2,l+2} \quad (\text{B.6})$$

En conclusion, nous avons $Hr_{1,1}$ vraie, et si nous supposons que $Hr_{q,l}$ est vraie alors nous obtenons $Hr_{q+2,l+2}$ vraie. Nous avons donc démontré par récurrence que pour tout couple (q, l) d'entiers impairs notre hypothèse de récurrence $Hr_{q,l}$ est vraie.

Nous avons fait la démonstration pour les entiers impairs, mais elle s'étend au cas des impairs appartenant à l'ensemble des entiers relatifs en utilisant la fonction valeur absolue comme dans l'équation B.2.

Annexe C

Calcul de la fonction $V_{2,0}(z, W(x, y))$

Nous allons détailler ici le calcul de l'amplitude $V_{2,0}(z, W(x, y))$ dans le cas général de la diffraction d'un front d'onde aberrant $W(x, y)$ à travers un réseau de transmission t et de phase φ . Celui-ci fait intervenir beaucoup de couples d'ordres de diffraction, nous pouvons en dénombrer 12 à partir du spectre de la fonction de transmittance du damier diffractant (réduit à 17 ordres) représenté sur la figure C.1. En effet, les couples satisfaisant la condition 3.76 sont $(U_{1,1}, U_{-1,1})$, $(U_{1,3}, U_{-1,3})$, $(U_{3,1}, U_{1,1})$, $(U_{-1,1}, U_{-3,1})$ et enfin $(U_{3,3}, U_{1,3})$, $(U_{-1,3}, U_{-3,3})$, issus des ordres de diffraction d'amplitude $C_{1,1}$, $C_{-1,1}$, $C_{3,1}$, $C_{-3,1}$, $C_{3,3}$, $C_{1,3}$, $C_{-1,3}$, $C_{-3,3}$ ainsi que leurs symétriques par rapport à l'axe ν_x .

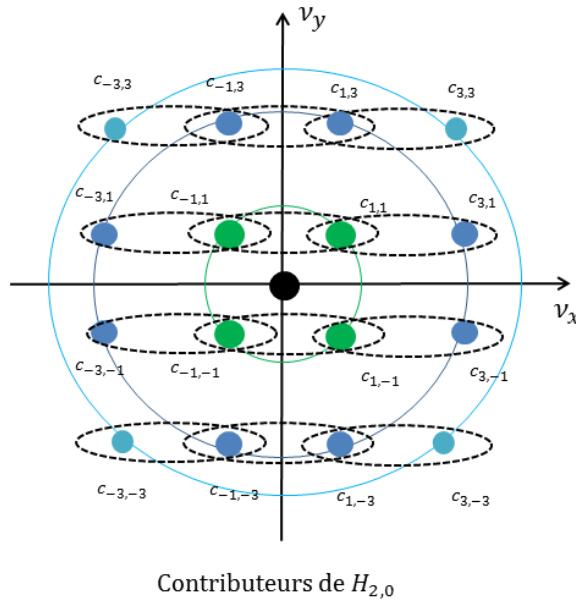


FIGURE C.1: Contributeurs de $V_{2,0}(z, W(x, y))$ pour un spectre de la fonction de transmittance du réseau restreints à 17 ordres.

Afin de tenir compte des ondes aberrantes dupliquées et décalées entre elles, nous allons utiliser le formalisme $s_q = q \frac{\lambda}{p} z$ pour un décalage selon x (respectivement s_l selon y) généré par l'ordre d'indice (q, l) . De cette façon nous pouvons écrire l'amplitude $V_{2,0}(z, W(x, y))$ selon l'équation C.1.

Dans cette équation, nous pouvons remarquer que le dépendance en y du front d'onde pour chaque couple est identique et se simplifie dans l'exponentielle complexe.

$$V_{2,0}(z, W(x, y)) = \left\{ \begin{array}{l}
 C_{1,1}C_{-1,1}^* e^{-ik(W(x-s_1, y-s_1)-W(x+s_1, y-s_1))} \\
 + C_{1,-1}C_{-1,-1}^* e^{-ik(W(x-s_1, y+s_1)-W(x+s_1, y+s_1))} \\
 + C_{1,3}C_{-1,3}^* e^{-ik(W(x-s_1, y-s_3)-W(x+s_1, y-s_3))} \\
 + C_{1,-3}C_{-1,-3}^* e^{-ik(W(x-s_1, y+s_3)-W(x+s_1, y+s_3))} \\
 + C_{3,1}C_{1,1}^* e^{i(\phi_{3,1}-\phi_{1,1})} e^{-ik(W(x-s_3, y-s_1)-W(x-s_1, y-s_1))} \\
 + C_{-1,-1}C_{-3,-1}^* e^{i(\phi_{-1,-1}-\phi_{-3,-1})} e^{-ik(W(x+s_1, y+s_1)-W(x+s_3, y+s_1))} \\
 + C_{-1,1}C_{-3,1}^* e^{i(\phi_{-1,1}-\phi_{-3,1})} e^{-ik(W(x+s_1, y-s_1)-W(x+s_3, y-s_1))} \\
 + C_{3,-1}C_{1,-1}^* e^{i(\phi_{3,-1}-\phi_{1,-1})} e^{-ik(W(x-s_3, y+s_1)-W(x-s_1, y+s_1))} \\
 + C_{3,3}C_{1,3}^* e^{i(\phi_{3,3}-\phi_{1,3})} e^{-ik(W(x-s_3, y-s_3)-W(x+s_1, y-s_3))} \\
 + C_{-1,-1}C_{-3,-3}^* e^{i(\phi_{-1,-3}-\phi_{-3,-3})} e^{-ik(W(x+s_1, y+s_3)-W(x+s_3, y+s_3))} \\
 + C_{-1,3}C_{-3,3}^* e^{i(\phi_{-1,3}-\phi_{-3,3})} e^{-ik(W(x+s_1, y-s_3)-W(x+s_3, y-s_3))} \\
 + C_{3,-1}C_{1,-1}^* e^{i(\phi_{3,-1}-\phi_{1,-1})} e^{-ik(W(x-s_3, y+s_1)-W(x+s_1, y+s_1))}
 \end{array} \right. \quad (C.1)$$

De plus, le développement de Taylor du front d'onde à chaque ligne de calcul est identique. L'argument de l'exponentielle complexe devient $i\frac{4\pi}{p}z\frac{\partial W}{\partial x}$ et se factorise. Nous proposons de développer le calcul pour un terme :

$$e^{-ik(W(x-s_1, y-s_1)-W(x+s_1, y-s_1))} = e^{-ik(W(x-s_1, y)-W(x+s_1, y))} = e^{i\frac{4\pi}{p}z\frac{\partial W}{\partial x}(x, y)} \quad (C.2)$$

car,

$$\begin{aligned}
 W(x-s_1, y) - W(x+s_1, y) &= W(x, y) - s_1 \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) - (W(x, y) + s_1 \frac{\partial W}{\partial x}(x, y)) \\
 &= -2s_1 \frac{\partial W}{\partial x}(x, y) \\
 &= -\frac{2\lambda}{p}z \frac{\partial W}{\partial x}(x, y)
 \end{aligned} \quad (C.3)$$

D'autre part, nous avons regroupé les lignes de calcul par deux de sorte à faire apparaître les simplifications du premier terme avec son symétrique dans le plan fréquentiel. L'équation devient :

$$V_{2,0}(z, W(x, y)) = e^{i\frac{4\pi}{p}z\frac{\partial W}{\partial x}} \left\{ \begin{array}{l}
 2(C_{1,1}C_{-1,1}^* + C_{1,3}C_{-1,3}^*) \\
 + 2Re \left\{ C_{1,1}C_{3,1}^* e^{-i\frac{8\pi}{p^2}\lambda z} \right\} \\
 + 2Re \left\{ C_{1,3}C_{3,3}^* e^{-i\frac{8\pi}{p^2}\lambda z} \right\}
 \end{array} \right. \quad (C.4)$$

L'exponentielle complexe dépendante de la distance z de propagation dans les deux derniers termes de l'équation apparaît après développement des termes $\phi_{q,l} = \frac{\pi}{p^2}\lambda z (q^2 + l^2)$.

Nous proposons de détailler une des différences, les autres se développant de la même façon :

$$\phi_{-1,3} - \phi_{-3,3} = \frac{\pi}{p^2} \lambda z ((-1)^2 + 3^2 - (-3)^2 - 3^2) = -\frac{8\pi}{p^2} \lambda z \quad (\text{C.5})$$

Avant de poursuivre le développement de l'équation C.4, nous rappellerons que l'ensemble des coefficients $C_{q,l}$ ($(q, l) \neq (0, 0)$) est relié au coefficient $C_{1,1}$ par l'équation :

$$C_{q,l} = -\frac{C_{1,1}}{|ql|} (-1)^{\frac{|q|+|l|}{2}} \quad (\text{C.6})$$

Ainsi, l'équation C.4 se simplifie :

$$\begin{aligned} V_{2,0}(z, W(x, y)) &= 2 |C_{1,1}|^2 \left(1 + \frac{1}{9} + \operatorname{Re} \left\{ e^{-i\frac{8\pi}{p^2} \lambda z} \right\} \left(\frac{1}{3} + \frac{1}{27} \right) \right) e^{i\frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}} \\ &= 2E_{1,1} \left(\frac{10}{9} + \frac{10}{27} \cos \left(\frac{8\pi}{p^2} \lambda z \right) \right) e^{i\frac{4\pi}{p} z \frac{\partial W}{\partial x}} \end{aligned} \quad (\text{C.7})$$

Dans le cas d'une onde plane traversant le damier diffractif, nous obtenons l'équation 3.79 de la section 3.4.2 puisque $\frac{\partial W}{\partial x}(x, y) = 0$.

Bibliographie

- ALCOCK, SG et al. (2010). « The Diamond-NOM : A non-contact profiler capable of characterizing optical figure error with sub-nanometre repeatability ». In : *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 616.2, p. 224–228.
- ALS-NIELSEN, Jens et Des MCMORROW (2011). *Elements of modern X-ray physics*. John Wiley & Sons.
- ANDRÉ, Jean-Michel et Philippe JONNARD (2012). « Instrumentation pour l'optique du rayonnement X ». In : *Photoniques* 59, p. 33–37.
- ATTWOOD, David et al. (1993). « Undulator radiation for at-wavelength interferometry of optics for extreme-ultraviolet lithography ». In : *Applied optics* 32.34, p. 7022–7031.
- BACKER, EW et al. (1982). « Production of separation-nozzle systems for uranium enrichment by a combination of X-ray lithography and galvanoplastics ». In : *Naturwissenschaften* 69.11, p. 520–523.
- BAKER, KL et MM MOALLEM (2007). « Iteratively weighted centroiding for Shack-Hartmann wave-front sensors ». In : *Optics express* 15.8, p. 5147–5159.
- BECH, M. (2008). « Ph.D. dissertation ; X-ray imaging with a grating interferometer. » In : BECH, Martin et al. (2013). « In-vivo dark-field and phase-contrast x-ray imaging ». In : *Scientific reports* 3, p. 3209.
- BERUJON, Sebastien et al. (2014). « At-wavelength metrology of hard X-ray mirror using near field speckle ». In : *Optics express* 22.6, p. 6438–6446.
- BILDERBACK, Donald H et al. (2000). « The historical development of cryogenically cooled monochromators for third-generation synchrotron radiation sources ». In : *Journal of synchrotron radiation* 7.2, p. 53–60.
- BÔCHER, Maxime (1906). « Introduction to the Theory of Fourier's Series ». In : *The Annals of Mathematics* 7.3, p. 81–152.
- BON, Pierre, Serge MONNERET et Benoit WATTELLIER (2012). « Noniterative boundary-artifact-free wavefront reconstruction from its derivatives ». In : *Applied optics* 51.23, p. 5698–5704.
- BON, Pierre et al. (2009). « Quadriwave lateral shearing interferometry for quantitative phase microscopy of living cells ». In : *Optics express* 17.15, p. 13080–13094.
- BON, Pierre et al. (2012). « Imaging the Gouy phase shift in photonic jets with a wavefront sensor ». In : *Optics letters* 37.17, p. 3531–3533.
- BONE, Donald J, H-A BACHOR et R John SANDEMAN (1986). « Fringe-pattern analysis using a 2-D Fourier transform ». In : *Applied Optics* 25.10, p. 1653–1660.
- BONSE, U et M HART (1965). « An X-ray interferometer ». In : *Applied Physics Letters* 6.8, p. 155–156.
- BORN, Max et Emil WOLF (2000). *Principles of optics : electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light*. CUP Archive.
- CHANTELOUP, Jean-Christophe et al. (1998). « Single-shot wave-front measurements of high-intensity ultrashort laser pulses with a three-wave interferometer ». In : *Optics letters* 23.8, p. 621–623.
- CLOETENS, P et al. (1999). « Holotomography : Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays ». In : *Applied physics letters* 75.19, p. 2912–2914.

- CLOETENS, Peter et al. (1996). « Phase objects in synchrotron radiation hard x-ray imaging ». In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 29.1, p. 133.
- CLOETENS, Peter et al. (1997). « Fractional Talbot imaging of phase gratings with hard x rays ». In : *Optics letters* 22.14, p. 1059–1061.
- CLOETENS, Peter et al. (2006). « Quantitative phase tomography of Arabidopsis seeds reveals intercellular void network ». In : *Proceedings of the National Academy of Sciences* 103.39, p. 14626–14630.
- COSTANTINI, Mario (1998). « A novel phase unwrapping method based on network programming ». In : *IEEE Transactions on geoscience and remote sensing* 36.3, p. 813–821.
- DAVID, C et al. (2002). « Differential x-ray phase contrast imaging using a shearing interferometer ». In : *Applied physics letters* 81.17, p. 3287–3289.
- DAVIS, TJ et al. (1995). « Phase-contrast imaging of weakly absorbing materials using hard X-rays ». In : *Nature* 373.6515, p. 595–598.
- DIAZ, Ana et al. (2010). « Coherence and wavefront characterization of Si-111 monochromators using double-grating interferometry ». In : *Journal of synchrotron radiation* 17.3, p. 299–307.
- DURNIN, JE (1985). « Continuously self-imaging fields of infinite aperture (A) ». In : *J. Opt. Soc. Am. A, vol. 2, page P110 2*, p. 110.
- ENGELHARDT, M et al. (2008). « The fractional Talbot effect in differential x-ray phase-contrast imaging for extended and polychromatic x-ray sources ». In : *Journal of microscopy* 232.1, p. 145–157.
- ESTRIBEAU, M. (2004). « Ph.D. dissertation ; Analyse et modélisation de la fonction de transfert de modulation des capteurs d'images à pixels actifs CMOS. » In :
- ETTL, Svenja et al. (2008). « Shape reconstruction from gradient data ». In : *Applied Optics* 47.12, p. 2091–2097.
- EVANS-LUTTERODT, Kenneth et al. (2003). « Single-element elliptical hard x-ray micro-optics ». In : *Optics Express* 11.8, p. 919–926.
- FÖRSTER, E, K GOETZ et P ZAUMSEIL (1980). « Double crystal diffractometry for the characterization of targets for laser fusion experiments ». In : *Kristall und Technik* 15.8, p. 937–945.
- FREISCHLAD, Klaus R et Chris L KOLIOPOULOS (1986). « Modal estimation of a wave front from difference measurements using the discrete Fourier transform ». In : *JOSA A* 3.11, p. 1852–1861.
- FRESNEL, Augustin (1868). *Oeuvres complètes d'Augustin Fresnel*. Imprimerie Impériale.
- FRIED, David L (1977). « Least-square fitting a wave-front distortion estimate to an array of phase-difference measurements ». In : *JOSA* 67.3, p. 370–375.
- GERCHBERG, RW (1974). « Super-resolution through error energy reduction ». In : *Journal of Modern Optics* 21.9, p. 709–720.
- GHIGLIA, Dennis C et Mark D PRITT (1998). *Two-dimensional phase unwrapping : theory, algorithms, and software*. T. 4. Wiley New York.
- GIBBS, J Willard (1898). « Fourier's series ». In : *Nature* 59, p. 200.
- GOLDBERG, K. A. (1997). « Ph.D. dissertation ». In :
- GOLDBERG, KA et al. (1995). « Progress towards $\lambda/20$ extreme ultraviolet interferometry ». In : *Journal of Vacuum Science & Technology B* 13.6, p. 2923–2927.
- GOLDBERG, Kenneth A et al. (2003). « At-wavelength interferometry of high-NA diffraction-limited EUV optics ». In : *Lawrence Berkeley National Laboratory*.
- GOLDSTEIN, Richard M, Howard A ZEBKER et Charles L WERNER (1988). « Satellite radar interferometry : Two-dimensional phase unwrapping ». In : *Radio science* 23.4, p. 713–720.
- GOODMAN, Joseph W (2005). *Introduction to Fourier optics*. Roberts et Company Publishers.
- GUERIAU, Pierre, Cristian MOCUTA et Loïc BERTRAND (2015). « Cerium anomaly at microscale in fossils ». In : *Analytical chemistry* 87.17, p. 8827–8836.

- GUÉRINEAU, Nicolas, Bouchra HARCHAOUI et Jérôme PRIMOT (2000). « Talbot experiment re-examined : demonstration of an achromatic and continuous self-imaging regime ». In : *Optics communications* 180.4, p. 199–203.
- GUIGAY, Jean-Pierre (1971). « On Fresnel diffraction by one-dimensional periodic objects, with application to structure determination of phase objects ». In : *Journal of Modern Optics* 18.9, p. 677–682.
- HIGNETTE, Olivier, Andreas K FREUND et Elia CHINCHIO (1997). « Incoherent X-ray mirror surface metrology ». In : *Optical Science, Engineering and Instrumentation'97*. International Society for Optics et Photonics, p. 188–199.
- HUANG, Lei et al. (2015). « Comparison of two-dimensional integration methods for shape reconstruction from gradient data ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 64, p. 1–11.
- INGAL, VN et EA BELIAEVSKAYA (1995). « X-ray plane-wave topography observation of the phase contrast from a non-crystalline object ». In : *Journal of Physics D : Applied Physics* 28.11, p. 2314.
- JAHNS, J et AW LOHMANN (1979). « The Lau effect (a diffraction experiment with incoherent illumination) ». In : *Optics Communications* 28.3, p. 263–267.
- KATTNIG, Alain Philippe, Ouamar FERHANI et Jérôme PRIMOT (2001). « Mission-driven evaluation of imaging system quality ». In : *JOSA A* 18.12, p. 3007–3017.
- KAYSER, Yves et al. (2014). « Wavefront metrology measurements at SACLA by means of X-ray grating interferometry ». In : *Optics express* 22.8, p. 9004–9015.
- KIDO, Kazuhiro et al. (2010). « Bone cartilage imaging with x-ray interferometry using a practical x-ray tube ». In : *SPIE Medical Imaging*. International Society for Optics et Photonics, 76224O–76224O.
- KIRKPATRICK, Paul et Albert Vincio BAEZ (1948). « Formation of optical images by x-rays ». In : *JOSA* 38.9, p. 766–774.
- KOTTLER, C et al. (2007). « A two-directional approach for grating based differential phase contrast imaging using hard x-rays ». In : *Optics express* 15.3, p. 1175–1181.
- LAWSON, Charles L et Richard J HANSON (1995). *Solving least squares problems*. T. 15. SIAM.
- LENGELER, Bruno et al. (1999). « Imaging by parabolic refractive lenses in the hard x-ray range ». In : *Journal of Synchrotron Radiation* 6.6, p. 1153–1167.
- LENGELER, Bruno et al. (2002). « Parabolic refractive X-ray lenses ». In : *Journal of synchrotron radiation* 9.3, p. 119–124.
- LEWIS, JP (1995). « Fast normalized cross-correlation ». In : *Vision interface*. T. 10. 1, p. 120–123.
- MALACARA, Daniel (2007). *Optical shop testing*. T. 59. John Wiley & Sons.
- MARÉCHAL, André (1947). « Étude des effets combinés de la diffraction et des aberrations géométriques sur l'image d'un point lumineux ». In : *Rev. Opt* 26, p. 257–277.
- MARTIN, Thierry et Andreas KOCH (2006). « Recent developments in X-ray imaging with micrometer spatial resolution ». In : *Journal of Synchrotron Radiation* 13.2, p. 180–194.
- MATSUYAMA, Satoshi et al. (2016). « Nearly diffraction-limited X-ray focusing with variable-numerical-aperture focusing optical system based on four deformable mirrors ». In : *Scientific reports* 6.
- MEDECKI, H et al. (1996). « Phase-shifting point diffraction interferometer ». In : *Optics letters* 21.19, p. 1526–1528.
- MERCÈRE, Pascal (2014). « Métrologie à SOLEIL : optique en rayons X ». In : *Photoniques* 72, p. 39–41.
- MERCÈRE, Pascal et al. (2003). « Hartmann wave-front measurement at 13.4 nm with λ EUV/120 accuracy ». In : *Optics letters* 28.17, p. 1534–1536.
- MERCÈRE, Pascal et al. (2006). « Automatic alignment of a Kirkpatrick-Baez active optic by use of a soft-x-ray Hartmann wavefront sensor ». In : *Optics letters* 31.2, p. 199–201.

- MERCÈRE, Pascal et al. (2010). « Hartmann wavefront sensor and adaptive x-ray optics developments for synchrotron applications ». In : *SPIE Optical Engineering+ Applications*. International Society for Optics et Photonics, p. 780302–780302.
- MIMURA, Hidekazu et al. (2005). « Hard X-ray diffraction-limited nanofocusing with Kirkpatrick-Baez mirrors ». In : *Japanese journal of applied physics* 44.4L, p. L539.
- MOMOSE, Atsushi (2003). « Phase-sensitive imaging and phase tomography using X-ray interferometers ». In : *Optics Express* 11.19, p. 2303–2314.
- MOMOSE, Atsushi, Tohoru TAKEDA et Yuji ITAI (2000). « Blood Vessels : Depiction at Phase-Contrast X-ray Imaging without Contrast Agents in the Mouse and Rat—Feasibility Study 1 ». In : *Radiology* 217.2, p. 593–596.
- MOMOSE, Atsushi, Wataru YASHIRO et Yoshihiro TAKEDA (2008). « Sensitivity of x-ray phase imaging based on Talbot interferometry ». In : *Japanese Journal of Applied Physics* 47.10R, p. 8077.
- MOMOSE, Atsushi et al. (1996). « Phase-contrast X-ray computed tomography for observing biological soft tissues ». In : *Nature medicine* 2.4, p. 473–475.
- MOMOSE, Atsushi et al. (2014). « X-ray phase imaging : from synchrotron to hospital ». In : *Phil. Trans. R. Soc. A* 372.2010, p. 20130023.
- MONTAUX-LAMBERT, Antoine, Pascal MERCÈRE et Jérôme PRIMOT (2015). « Interferogram conditioning for improved Fourier analysis and application to X-ray phase imaging by grating interferometry ». In : *Optics express* 23.22, p. 28479–28490.
- MONTGOMERY, W Duane (1967). « Self-imaging objects of infinite aperture ». In : *JOSA* 57.6, p. 772–775.
- MORAWE, Christian et al. (2002). « Design and fabrication of depth-graded X-ray multilayers ». In : *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 493.3, p. 189–198.
- MORENO, T. « Software X-ray Vision applied by Caminotec ». In : *Paris, France*.
- MORGAN, Kaye S, David M PAGANIN et Karen KW SIU (2011). « Quantitative single-exposure x-ray phase contrast imaging using a single attenuation grid ». In : *Optics express* 19.20, p. 19781–19789.
- (2012). « X-ray phase imaging with a paper analyzer ». In : *Applied Physics Letters* 100.12, p. 124102.
- NAULLEAU, Patrick P, Kenneth A GOLDBERG et Jeffrey BOKOR (2000). « Extreme ultraviolet carrier-frequency shearing interferometry of a lithographic four-mirror optical system ». In : *Journal of Vacuum Science & Technology B* 18.6, p. 2939–2943.
- NAULLEAU, Patrick P et al. (1999). « Extreme-ultraviolet phase-shifting point-diffraction interferometer : a wave-front metrology tool with subangstrom reference-wave accuracy ». In : *Applied Optics* 38.35, p. 7252–7263.
- NAULLEAU, Patrick P et al. (2002). « An in situ scanning-slit alignment system for Kirkpatrick-Baez optics ». In : *Optics communications* 212.4, p. 225–233.
- NILSSON, Daniel et al. (2012). « Ronchi test for characterization of nanofocusing optics at a hard x-ray free-electron laser ». In : *Optics letters* 37.24, p. 5046–5048.
- NUGENT, KA et al. (1996). « Quantitative phase imaging using hard x rays ». In : *Physical review letters* 77.14, p. 2961.
- OTSU, Nobuyuki (1975). « A threshold selection method from gray-level histograms ». In : *Automatica* 11.285-296, p. 23–27.
- PAGANIN, David (2006). *Coherent X-ray optics*. 6. Oxford University Press on Demand.
- PAGOT, E et al. (2003). « A method to extract quantitative information in analyzer-based x-ray phase contrast imaging ». In : *Applied physics letters* 82.20, p. 3421–3423.
- PAN, Bing et al. (2009). « Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : a review ». In : *Measurement science and technology* 20.6, p. 062001.

- PFEIFFER, F et al. (2005). « Shearing interferometer for quantifying the coherence of hard X-ray beams ». In : *Physical review letters* 94.16, p. 164801.
- PFEIFFER, Franz et al. (2006). « Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance X-ray sources ». In : *Nature physics* 2.4, p. 258–261.
- PFEIFFER, Franz et al. (2008). « Hard-X-ray dark-field imaging using a grating interferometer ». In : *Nature materials* 7.2, p. 134–137.
- POYNEER, Lisa A et al. (2005). « Experimental results for correlation-based wavefront sensing ». In : *Optics & Photonics 2005*. International Society for Optics et Photonics, 58940N–58940N.
- PRATI, C, M GIANI et N LEURATTI (1990). « SAR Interferometry : A 2-D phase unwrapping technique based on phase and absolute values informations ». In : *Geoscience and Remote Sensing Symposium, 1990. IGARSS'90. 'Remote Sensing Science for the Nineties', 10th Annual International*. IEEE, p. 2043–2046.
- PRIMOT, J et L SOGNO (1995). « Achromatic three-wave (or more) lateral shearing interferometer ». In : *JOSA A* 12.12, p. 2679–2685.
- PRIMOT, Jerome (1993). « Three-wave lateral shearing interferometer ». In : *Applied optics* 32.31, p. 6242–6249.
- PRIMOT, Jérôme et Nicolas GUÉRINEAU (2000). « Extended Hartmann test based on the pseudoguiding property of a Hartmann mask completed by a phase chessboard ». In : *Applied optics* 39.31, p. 5715–5720.
- QIAN, Shinan, Werner JARK et Peter Z TAKACS (1995). « The penta-prism LTP : A long-trace-profiler with stationary optical head and moving penta prisma ». In : *Review of Scientific Instruments* 66.3, p. 2562–2569.
- QIAN, Shinan et Peter TAKACS (2007). « Design of multiple-function long trace profiler ». In : *Optical Engineering* 46.4, p. 043602–043602.
- RAYLEIGH, Lord (1881). « XXV. On copying diffraction-gratings, and on some phenomena connected therewith ». In : *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 11.67, p. 196–205.
- RIZZI, J. (2013). « Ph.D. dissertation ; Imagerie de phase par interférométrie à décalage quadri-latéral. Application au domaine des rayons x durs. » In :
- RIZZI, J et al. (2013). « X-ray phase contrast imaging using a broadband X-ray beam and a single phase grating used in its achromatic and propagation-invariant regime ». In : *Journal of Physics : Conference Series*. T. 425. 19. IOP Publishing, p. 192002.
- RIZZI, Julien et al. (2011). « Quadriwave lateral shearing interferometry in an achromatic and continuously self-imaging regime for future x-ray phase imaging ». In : *Optics letters* 36.8, p. 1398–1400.
- RODDIER, Claude et Francois RODDIER (1987). « Interferogram analysis using Fourier transform techniques ». In : *Applied optics* 26.9, p. 1668–1673.
- RODDIER, François et Claude RODDIER (1991). « Wavefront reconstruction using iterative Fourier transforms ». In : *Applied Optics* 30.11, p. 1325–1327.
- RONCHI, V (1923a). « Le frange di combinazioni nello studio delle superficie e dei sistemi ottici ». In : *Riv. Ottica Mecc. Precis* 2.9.
- RONCHI, Vasco (1923b). « Due nuovi metodi per lo studio delle superficie e dei sistemi ottici ». In : *Il Nuovo Cimento (1911-1923)* 26.1, p. 69–71.
- ROUAUD, Mathieu (2012). *Probabilités, statistiques et analyses multicritères*.
- RUTISHAUSER, Simon et al. (2011). « At-wavelength characterization of refractive x-ray lenses using a two-dimensional grating interferometer ». In : *Applied Physics Letters* 99.22, p. 221104.
- RUTISHAUSER, Simon et al. (2012). « Exploring the wavefront of hard X-ray free-electron laser radiation ». In : *Nature communications* 3, p. 947.
- RUTISHAUSER, Simon et al. (2013). « Heat bump on a monochromator crystal measured with X-ray grating interferometry ». In : *Journal of synchrotron radiation* 20.2, p. 300–305.

- SAKDINAWAT, Anne et David ATTWOOD (2010). « Nanoscale X-ray imaging ». In : *Nature photonics* 4.12, p. 840–848.
- SAPORTA, Gilbert (2006). *Probabilités, analyse des données et statistique*. Editions Technip.
- SCHROER, Christian G. (2006). « Focusing hard x rays to nanometer dimensions using Fresnel zone plates ». In : *Phys. Rev. B* 74 (3), p. 033405.
- SCHWINGER, Julian (1949). « On the classical radiation of accelerated electrons ». In : *Physical Review* 75.12, p. 1912.
- SEIDEL, Ludwig (1856). « Zur Dioptrik. Ueber die Entwicklung der Glieder 3ter Ordnung, welche den Weg eines ausserhalb der Ebene der Axe gelegenen Lichtstrahles durch ein System brechender Medien bestimmen, von Herrn Dr. L. Seidel ». In : *Astronomische Nachrichten* 43.19, p. 289–304.
- SHACK, Roland V et BC PLATT (1971). « Production and use of a lenticular Hartmann screen ». In : *Journal of the Optical Society of America*. T. 61. 5. AMER INST PHYSICS CIRCULATION FULFILLMENT DIV, 500 SUNNYSIDE BLVD, WOODBURY, NY 11797-2999, p. 656.
- SIEWERT, Frank et al. (2004). « The nanometer optical component measuring machine : a new sub-nm topography measuring device for x-ray optics at BESSY ». In : *Synchrotron Radiation Instrumentation*. T. 705, p. 847–850.
- SMITH, Warren J (1966). *Modern optical engineering*. Tata McGraw-Hill Education.
- SNIGIREV, A et al. (1995). « On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation ». In : *Review of scientific instruments* 66.12, p. 5486–5492.
- SNIGIREV, A et al. (1998). « Focusing high-energy x rays by compound refractive lenses ». In : *Applied optics* 37.4, p. 653–662.
- SNIGIREV, Anatoly et al. (1996). « A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays ». In : *Nature* 384.6604, p. 49–51.
- SOGNO, L. (1996). « Ph.D. dissertation ; L'interféromètre à décalage tri-latéral : une nouvelle technique d'analyse de surface d'onde ». In :
- SOUTHWELL, William H (1980). « Wave-front estimation from wave-front slope measurements ». In : *JOSA* 70.8, p. 998–1006.
- STAMPANONI, Marco et al. (2002). « High resolution X-ray detector for synchrotron-based microtomography ». In : *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 491.1, p. 291–301.
- STAMPANONI, Marco et al. (2011). « The first analysis and clinical evaluation of native breast tissue using differential phase-contrast mammography ». In : *Investigative radiology* 46.12, p. 801–806.
- SUTTER, John, Simon ALCOCK et Kawal SAWHNEY (2012). « In situ beamline analysis and correction of active optics ». In : *Journal of synchrotron radiation* 19.6, p. 960–968.
- SUZUKI, Yoshio (2002). « Two-beam X-ray interferometer using prism optics ». In : *Japanese journal of applied physics* 41.9A, p. L1019.
- TAKACS, Peter Z, Shi-nan QIAN et Jeffrey COLBERT (1987). « Design of a long trace surface profiler ». In : *OE LASE'87 and EO Imaging Symp (January 1987, Los Angeles)*. International Society for Optics et Photonics, p. 59–64.
- TAKEDA, Mitsuo, Hideki INA et Seiji KOBAYASHI (1982). « Fourier-transform method of fringe-pattern analysis for computer-based topography and interferometry ». In : *JosA* 72.1, p. 156–160.
- TALBOT, Henry Fox (1836). « LXXVI. Facts relating to optical science. No. IV ». In : *The London and Edinburgh Philosophical Magazine and Journal of Science* 9.56, p. 401–407.
- TALMI, Amos et Erez N RIBAK (2004). « Direct demodulation of Hartmann–Shack patterns ». In : *JOSA A* 21.4, p. 632–639.
- (2006). « Wavefront reconstruction from its gradients ». In : *JOSA A* 23.2, p. 288–297.

- TANAKA, Junji et al. (2013). « Cadaveric and in vivo human joint imaging based on differential phase contrast by X-ray Talbot-Lau interferometry ». In : *Zeitschrift für medizinische Physik* 23.3, p. 222–227.
- TAPPER, Arne et al. (2012). « Experimental results from a preclinical X-ray phase-contrast CT scanner ». In : *Proceedings of the National Academy of Sciences* 109.39, p. 15691–15696.
- TEAGUE, Michael Reed (1985). « Image formation in terms of the transport equation ». In : *JOSA A* 2.11, p. 2019–2026.
- TEJNIL, Edita et al. (1997). « At-wavelength interferometry for extreme ultraviolet lithography ». In : *Journal of Vacuum Science & Technology B* 15.6, p. 2455–2461.
- THOMASSET, Muriel (2014). « Métrologie à SOLEIL. Des outils de mesure de la forme des miroirs synchrotron : un microscope interférométrique à balayage de phase et raccordement de champ ». In : *Photoniques* 72, p. 36–38.
- THOMPSON, A et al. « X-Ray Data Booklet, (Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA, 2009) ». In : *There is no corresponding record for this reference.*
- TRUSIAK, Maciej, Krzysztof PATORSKI et Krzysztof POKORSKI (2013). « Hilbert-Huang processing for single-exposure two-dimensional grating interferometry ». In : *Optics express* 21.23, p. 28359–28379.
- UHLÉN, Fredrik et al. (2014). « Ronchi test for characterization of X-ray nanofocusing optics and beamlines ». In : *Journal of synchrotron radiation* 21.5, p. 1105–1109.
- VELGHE, S. (2007). « Ph.D. dissertation ; Les nouvelles dimensions de L'interféromètre à décalage quadri-latéral : l'infrarouge et les surfaces morcelées ». In :
- VELGHE, Sabrina et al. (2005). « Wave-front reconstruction from multidirectional phase derivatives generated by multilateral shearing interferometers ». In : *Optics letters* 30.3, p. 245–247.
- VILLA, Jesús, Juan Antonio QUIROGA et Manuel SERVÍN (2000). « Improved regularized phase-tracking technique for the processing of squared-grating deflectograms ». In : *Applied optics* 39.4, p. 502–508.
- WANG, Hongchang, Yogesh KASHYAP et Kawal SAWHNEY (2016). « From synchrotron radiation to lab source : advanced speckle-based X-ray imaging using abrasive paper ». In : *Scientific reports* 6.
- WANG, Hongchang et al. (2011). « X-ray wavefront characterization using a rotating shearing interferometer technique ». In : *Optics express* 19.17, p. 16550–16559.
- WANG, Hongchang et al. (2014). « Fast optimization of a bimorph mirror using x-ray grating interferometry ». In : *Optics letters* 39.8, p. 2518–2521.
- WANG, Hongchang et al. (2015). « X-ray phase contrast tomography by tracking near field speckle ». In : *Scientific reports* 5.
- WANG, Zhili et al. (2010). « Quantitative coherence analysis with an X-ray Talbot-Lau interferometer ». In : *Analytical and bioanalytical chemistry* 397.6, p. 2091–2094.
- WEITKAMP, Timm et al. (2005). « X-ray phase imaging with a grating interferometer ». In : *Optics express* 13.16, p. 6296–6304.
- WEITKAMP, Timm et al. (2006). « Tomography with grating interferometers at low-brilliance sources ». In : *SPIE Optics+ Photonics*. International Society for Optics et Photonics, 63180S–63180S.
- WEN, Harold H et al. (2010). « Single-shot x-ray differential phase-contrast and diffraction imaging using two-dimensional transmission gratings ». In : *Optics letters* 35.12, p. 1932–1934.
- WINICK, Herman (1998). « Synchrotron radiation sources—present capabilities and future directions ». In : *Journal of synchrotron radiation* 5.3, p. 168–175.
- WYANT, James C et Katherine CREATH (1992). « Basic wavefront aberration theory for optical metrology ». In : *Applied optics and optical engineering* 11.s 29, p. 2.

- YAMAOKA, H et al. (2000). « Performance of bent-crystal monochromators for high-energy synchrotron radiation ». In : *Journal of synchrotron radiation* 7.2, p. 69–77.
- YAMAUCHI, Kazuto et al. (2002). « Figuring with subnanometer-level accuracy by numerically controlled elastic emission machining ». In : *Review of scientific instruments* 73.11, p. 4028–4033.
- YUAN, Sheng et al. (2011). « Development of in situ, at-wavelength metrology for soft x-ray nano-focusing ». In : *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 649.1, p. 160–162.
- ZANETTE, I. (2011). « Ph.D. dissertation ; Interférométrie X à réseaux pour l'imagerie et l'analyse de front d'ondes au synchrotron ». In :
- ZANETTE, Irene et al. (2010). « Two-dimensional x-ray grating interferometer ». In : *Physical review letters* 105.24, p. 248102.
- ZHOU, Tunhe et al. (2015). « Speckle-based x-ray phase-contrast imaging with a laboratory source and the scanning technique ». In : *Optics letters* 40.12, p. 2822–2825.
- ZIEGLER, E et al. (2010). « Evolution of surface roughness in silicon X-ray mirrors exposed to a low-energy ion beam ». In : *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 616.2, p. 188–192.