

Caractérisation spectrale locale à l'aide de la microscopie interférométrique : simulations et mesures

Rémy Claveau

► To cite this version:

Rémy Claveau. Caractérisation spectrale locale à l'aide de la microscopie interférométrique: simulations et mesures. Optique / photonique. Université de Strasbourg, 2017. Français. NNT: 2017STRAD037 . tel-01730792

HAL Id: tel-01730792 https://theses.hal.science/tel-01730792

Submitted on 13 Mar 2018

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. de Strasbourg

UNIVERSITE DE STRASBOURG

ÉCOLE DOCTORALE n°269 : Mathématiques, Sciences de l'Information et de l'Ingénieur (MSII)

Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur, de l'Information et de l'Imagerie (ICUBE UMR 7357)

THÈSE présentée par :

Rémy CLAVEAU

soutenue le : 8 décembre 2017

pour obtenir le grade de : Docteur de l'Université de Strasbourg

Discipline / Spécialité : Electronique, microélectronique, photonique

Caractérisation spectrale locale à l'aide de la microscopie interférométrique : simulations et mesures

THESE dirigée par :	
Dr. MONTGOMERY Paul	Directeur de recherche, CNRS, ICube
Dr. FLURY Manuel	Maître de conférences, HDR, INSA de Strasbourg, ICube
RAPPORTEURS :	
Pr. DUBOIS Arnaud	Professeur des Universités, IOGS-UPSud, Laboratoire Charles Fabry
Dr. BERNAL Maria-Pilar	Directeur de recherche, CNRS, FEMTO-ST

AUTRES MEMBRES DU JURY :

Pr. BENISTY Henri	Professeur des Universités, IOGS-UPSud, Laboratoire Charles Fabry
Dr. MONTANER Denis	Maître de conférences, IUT Louis Pasteur, ICube

Remerciements

Je voudrais exprimer ici toute ma reconnaissance envers les personnes qui m'ont accompagné, conseillé et soutenu de près ou de loin durant ces trois années de recherche et sans lesquelles ce travail n'aurait pu être réalisé.

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à mon directeur de thèse, **Paul Montgomery**, pour m'avoir permis de continuer en thèse à la suite de mon stage de fin d'études, ainsi que pour la confiance qu'il m'a accordée dès le début du stage et ce jusqu'à la fin de la thèse. Je le remercie également pour sa très grande disponibilité, ses nombreux conseils, pour les heures qu'il a consacrées à la relecture et à la correction de mes articles, ainsi que pour sa bonne humeur, son enthousiasme et son optimisme permanents.

Je souhaiterais évidemment exprimer toute ma gratitude à mon co-directeur de thèse, **Manuel Flury**, pour m'avoir si bien encadré durant ces trois ans, que ce soit par rapport à mon travail de recherche ou bien pour mon service de monitorat à l'INSA de Strasbourg. Je lui suis particulièrement reconnaissant pour la disponibilité dont il a fait preuve à chaque fois que j'ai sollicité son aide, ainsi que pour l'intérêt qu'il a manifesté à chacune de mes interrogations.

Mes remerciements vont également à mon encadrant **Denis Montaner** pour son aide sur la création initiale du programme de simulation WILIS.

Je remercie **Maria-Pilar Bernal-Artagona** et **Arnaud Dubois** pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail et pour avoir effectué une lecture approfondie du mémoire. Mes remerciements s'adressent également à **Henri Benisty** pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

De plus, je tiens à exprimer ma reconnaissance envers **Christophe Cordier**, responsable du laboratoire de Physique de l'INSA de Strasbourg, pour son aide précieuse lors de mes enseignements en séances de travaux pratiques, pour sa sympathie et sa bonne humeur continuelles qui ont rendu mes séances d'enseignements particulièrement agréables.

Bien évidemment, je souhaite remercier l'ensemble des membres de **l'équipe IPP** pour leur bonne humeur et la formidable ambiance de travail qu'ils y ont instauré. Je remercie particulièrement **Audrey Leong-Hoï** pour le temps que l'on a passé à travailler ensemble, pour ses conseils, ainsi que **Stéphane Perrin** pour son aide dans le développement du système interférométrique sur table optique. Je suis également reconnaissant envers **Stéphane Roques**, **Thomas Regrettier** et **Nicolas Zimmerman**, membres de l'équipe MaCEPV et de la plate-forme C³FAB, pour le temps qu'ils ont consacré à m'aider dans la fabrication des différents échantillons étudiés.

J'exprime ma gratitude à l'ensemble de **mes amis** qui m'ont soutenu de manière concrète, ou simplement par leur présence lors de nos sorties du week-end pour nos moments de détente et de

relâche. Je suis également reconnaissant envers **mes parents** et **mon frère**, ainsi qu'envers **la famille Noordally** pour leur sympathie tout au long de ces trois années.

Enfin, je remercie vivement **Sophia Noordally** pour sa présence au quotidien, ainsi que pour son soutien moral et affectif.

Résumé

La microscopie interférométrique est une méthode de mesure qui repose sur l'acquisition et le traitement du signal issu de l'interaction de deux ondes, dites ondes « objet » et de « référence ». Ces ondes proviennent des réflexions de la lumière sur un miroir de référence et sur l'échantillon que l'on souhaite étudier. Par un déplacement précis de l'un des deux bras de l'interféromètre, on crée un déphasage entre les deux ondes, qui vont interférer entre elles et être à l'origine d'un interférogramme. Cette technique est maintenant tout aussi bien utilisée pour la mesure de la microtopographie de surface que pour la caractérisation des couches transparentes et des milieux diffusants. Dans le dernier cas, au lieu d'avoir un seul paquet de franges qui correspond à la position de la surface, il peut exister toute une série d'interférogrammes sur l'axe optique qui correspondent aux surfaces et structures enterrées en profondeur.

Généralement, les données interférométriques sont utilisées pour réaliser une analyse topographique ou tomographique d'un échantillon par extraction des pics de l'enveloppe du signal. Cependant, en appliquant une transformée de Fourier à une partie spécifique du signal d'interférences, les données interférométriques peuvent être exploitées à des fins spectroscopiques. En effet, l'analyse de Fourier d'un signal d'interférences permet d'effectuer une caractérisation spectrale de la structure qui est à l'origine de l'interférogramme. Les propriétés des systèmes interférométriques permettent de produire une mesure spectrale qui est résolue dans les trois directions de l'espace et dont les résolutions spatiales sont liées aux propriétés de la source et du système optique. Cela conduit à une analyse qui est faite sur une zone dont la dimension est égale à la surface de la tache de diffraction du système optique.

Cette technique d'analyse peut donc être appliquée à différents types d'échantillons : soit à des matériaux réfléchissants pour des mesures en surface, soit à des couches transparentes et diffusantes pour aller sonder le milieu en profondeur et extraire la réponse spectrale individuelle de structures localisées dans la matrice. Bien que la qualité des résultats obtenus pour la caractérisation d'échantillons en surface soit très satisfaisante, celle-ci diminue lorsque le milieu devient de plus en plus complexe, notamment en raison de la dégradation du signal interférométrique.

Dans ce projet de recherche, nous nous sommes intéressés à la capacité de la microscopie interférométrique pour réaliser des caractérisations spectrales locales, ainsi qu'à ses limitations lorsque le milieu se complexifie. Nous avons débuté les mesures sur des matériaux réfléchissants pour le calcul de spectres de réflectances localisés en surface. La validation des résultats s'est effectuée par comparaison avec les mesures macroscopiques d'un spectromètre optique. Nous avons alors petit à petit compliqué l'analyse en caractérisant des échantillons de plus en plus complexes. Les effets impliquant une dégradation du signal d'interférences et qui interviennent dans ces milieux, tels que la diminution du rapport signal à bruit ou la diffusion de la lumière, ont été étudiés à l'aide de programmes de simulation. La validation des résultats obtenus dans ces milieux, notamment pour la

mesure de spectres résolue en Z, nécessite également l'emploi de programmes de simulation. La confrontation des résultats expérimentaux aux résultats prédits par ces programmes permet donc dans un premier temps de valider la méthode. Elle peut, dans un second temps, permettre de remonter aux propriétés morphologiques et optiques des structures rétrodiffusant la lumière. Au niveau instrumental, les expériences ont été réalisées sur plusieurs systèmes interférométriques, dont le développement et le fonctionnement ont été détaillés.

Abstract

White light interference microscopy is a measurement method based on the acquisition and the processing of the signal coming from the interaction between two wave fronts, known as the "object" and "reference" wave-fronts. These waves come from the reflection of the light on both a reference mirror and the sample studied. After an accurate displacement of one of the two interferometer arms, a phase shift is created between the two waves that will further interfere with each other and then be at the origin of an interferogram. This technique is now used for micro topography measurements as well as for the characterization of transparent and scattering samples. In this case, instead of having only one interferogram which indicates the position of the surface, there may exist multiple interference signals along the optical axis Z identifying the surfaces and structures that are buried within the depth of the sample.

In interference microscopy, the interferometric data is typically used for topographic or tomographic analysis of a sample, which is performed through the extraction of the peaks of the signal envelope. However, by applying a Fourier transform to a specific part of the interference signal, the interferometric data can be exploited for spectroscopic purposes. Indeed, the Fourier analysis of an interferometric signal allows the structure that reflects the light to be spectrally characterized. Due to the properties of the interferometric systems, the spectral measurements are spatially resolved in the three directions of space, with the resolutions depending on both the properties of the source and the optical configuration. This leads to an analysis that is performed on an area whose dimension is equal to the surface of the diffraction spot of the optical system.

This spectroscopic technique can therefore be applied to different kinds of samples: either reflective materials for surface measurements, or transparent and scattering layers for probing the depth of the medium and then extracting the individual spectral response of the buried structures. Although the quality of the results is quite satisfactory for the characterization of a sample's surface, the accuracy of the analysis decreases when the medium becomes more and more complex, in particular because of the degradation of the interferometric signal.

In this research project, the particular interest is in the ability of interference microscopy to be used for local spectral characterization, as well as the associated limitations when the sample becomes more complex. The first experiments are made on highly reflective materials for the measurements of reflectance spectra localized at the surface. The validation of the results is achieved through the comparison with the macroscopic measurements obtained from an optical spectrometer. Then, the analysis is gradually made more complicated by characterizing increasingly complex samples. The effects occurring in these media and involving a degradation of the interference signal, such as the reduction in signal-to-noise ratio or the light scattering, are studied using simulation programs. The validation of the measurements made on these samples, mainly for the depth-resolved spectra measurements, also requires the use of simulation programs. The comparison of the experimental

results to those predicted by simulation makes it possible to first validate the working of the method and can, in a second step, enable the determination of the optical and morphological properties of the structures backscattering the light. At the instrumental level, the experiments are carried out using several different interferometric systems. Their development and functioning are also detailed.

Table des matières

Remerciements	III
Resume	V
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIERES	IX
LISTE DES FIGURES	XIII
LISTE DES TABLES	XXIII
INTRODUCTION	1

1.1 Historic	que de la microscopie interférométrique	5
1.1.1	Généralités et phénomène d'interférence	5
1.1.2	Techniques de mesures topographiques	6
1.1.2.1	Détermination de la phase du front d'onde	
1.1.2.2	Détection de l'enveloppe	
1.1.2.2.1	Technique PFSM	
1.1.2.2.2	Technique FSA	9
1.1.2.2.3	Technique de démodulation d'amplitude	
1.1.2.2.4	Technique par transformée de Fourier rapide (FFT)	
1.1.3	Vers la mesure d'échantillons transparents	
1.1.3.1	Utilisation pour la mesure d'épaisseur	
1.1.3.1.1	Films épais	
1.1.3.1.2	Films fins	14
1.1.3.2	Utilisation pour la tomographie	
1.2 La Tom	ographie par Cohérence Optique	15
1.2.1	Expression théorique, OCT temporelle et fréquentielle	15
1.2.2	OCT plein champ	
1.2.2.1	Principe et configurations	
1.2.2.2	Calcul des images tomographiques	
1.2.2.2.1	Méthode à décalage de phase	

1.2.2.2.2	Démodulation 2D	
1.2.2.3 interférenti	Développement théorique du signal d'interférences pour un el	microscope 23
1.2.2.4	Performances d'un système FF-OCT	
1.2.2.4.1	Résolutions spatiales	
1.2.2.4.2	Profondeur de pénétration / d'imagerie	
1.2.2.4.3	Sensibilité de détection	
1.2.2.4.4	Vitesse d'acquisition des images	
1.2.3	OCT spectroscopique	
1.3Mesures1.4Autres	s spectrales en interférométrie faiblement cohérente techniques optiques de mesures spectrales locales	34
1.4.1	Nano-FTIR	
1.4.1.1	Microscopie en champ proche	
1.4.1.2	Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier	
1.4.1.3	IR-SNOM (ou nano-FTIR)	
1.4.2	Microscopie hyperspectrale	
1.5 Conclus	sion du chapitre	

2.1	Les prog	grammes de simulation	45
2.	1.1	Calcul d'un signal d'interférence d'un échantillon multicouche : WILIS2	45
	2.1.1.1	Programmation théorique du signal interférométrique	45
	2.1.1.2	Paramètres de réglages	48
2.1	1.2	Méthode « S-Matrix »	53
2.	1.3	Signaux d'interférences en milieu diffusant	57
	2.1.3.1	Modélisation du signal due à l'interaction onde/particule sphérique	57
	2.1.3.1.1	Théorie de Mie	58
	2.1.3.1.2	Développement du signal interférométrique	61
	2.1.3.2	Modélisation du signal dans une couche diffusante	64
	2.1.3.2.1	Propriétés de milieu diffusant	64
	2.1.3.2.2	Calcul de la phase aléatoire	67
	2.1.3.2.3	Exemple de signaux interférométriques dans une couche diffusante	72
2.2	Système	s expérimentaux	74
2.2	2.1	Microscope Leitz-Linnik	75
2.2	2.2	Microscope à tubes « Thorlabs »	77

2.2.3	Système sur table optique « breadboard » Thorlabs	79
2.2.3.1	Modélisation mécanique du système	80
2.2.3.2	Simulation optique	
2.2.3.3	Montage du système	87
2.2.4	Le programme d'acquisition et de traitement	
2.2.4.1	Acquisition des données	
2.2.4.2	Traitement des données	
2.2.4.3	Exemple d'acquisition et de traitement d'une série d'images	
2.3 Conclu	ision du chapitre	96

CHAPITRE 3. LA METHODE DE CARACTERISATION SPECTRALE ... 98

3.1	Théorie	sur l'analyse fréquentielle des signaux interférométriques	99
3.2	Implém	entation numérique de la méthode d'analyse spectrale	102
3.2	2.1	Fenêtrage et résolution spectrale	102
3.2	2.2	Echantillonnage et transformée de Fourier du signal	105
3.2	2.3	Affichage des spectres	106
3.2	2.4	Fonctionnement du programme	107
3.3	Mesure	d'échantillons réfléchissants pour l'analyse spectrale en surface	109
3.3	8.1	Les premiers résultats et la résolution latérale de la mesure	109
3.3	3.2	Effet de l'ouverture numérique et correction β	110
3.3	3.3	Amélioration à l'aide d'un moyennage spatial local	113
3.3	8.4	Analyse de différents échantillons	113
	3.3.4.1	Précision et répétabilité sur le champ	113
	3.3.4.2	Cartographie spectrale de quatre matériaux	115
3.4	Le prot	ocole de correction	117
3.4	l.1	Origine des dégradations	118
3.4	1.2	Protocole de correction	118
3.4	1.3	Implémentation logicielle des méthodes de traitement d'images	119
3.4	1.4	Application de la méthode au polymère Mylar	121
	3.4.4.1	Effet du moyennage	121
	3.4.4.2	Corrections des images « dark » et « flat »	124
	3.4.4.3	Perspectives : association à d'autres méthodes de traitements	125
3.5	Mesure	d'échantillons transparents pour l'analyse spectrale résolue	e en
prof	ondeur		127

3.5.1	Identification des sources d'erreurs pour l'analyse spectrale résolue en Z	129
3.5.1.1	Simulations : réflectance spectrale totale et résolue en Z pour différentes ON	129
3.5.1.2	L'ON et son influence sur le signal d'interférences	130
3.5.1.3	Comparaison des simulations aux données expérimentales	133
3.5.2	Mesures expérimentales à « faible » ouverture	134
3.5.3	Indentification de deux matériaux à travers une couche transparente	136
3.5.4	Résolutions spatiales des mesures résolues en Z	137
3.5.4.1	Résolution latérale	137
3.5.4.2	Résolution axiale	139
3.6 Mesu	re d'échantillons diffusants	140
3.7 Mesu	re de microsphères de taille calibrée	142
3.7.1	Billes déposées en surface	143
3.7.1.1	Mesure et comparaison des spectres expérimentaux	145
3.7.1.2	Mesure des diamètres à partir de l'ajustement d'un modèle	149
3.7.2	Billes localisées dans une couche transparente	151
3.7.3	Effets de la diffusion sur la précision de la mesure	163
3.7.3.1	Indice de réfraction et diamètre inconnus	163
3.7.3.2	Indice connu et diamètre inconnu	164
3.7.3.3	Diamètre connu et indice inconnu	166
3.8 Conc	lusion du chapitre	166
Conclusio	N GENERALE	169
ANNEXE	S	173
Annexe A source spat	Calcul du degré de cohérence spatiale entre deux points dans le cas ialement incohérente	s d'une 174
Annexe B Développement du signal interférométrique dans un multicouche		176
Annexe C	Annexe C Génération des variables aléatoires {α _i } à l'aide de la méthode du reje	
Annexe D configuration	Correction du décalage des plans de cohérence et de focalisat on Linnik	ion en 183
REFERENCE	S BIBLIOGRAPHIOUES	

Liste des figures

Figure 1-1 d'image.	Principe de la technique PFSM : identification du plan sonde virtuel par traitement
Figure 1-2	Algorithme FSA de Larkin. (a) Acquisition successive des images I ₁ , I ₂ , I ₃ , I ₄ et I ₅
déphasées de 90°	P. (b) Mesure de la modulation à chaque position z permettant d'extraire l'enveloppe
du signal.	
Figure 1-3	Etapes de la technique de démodulation. (a) Franges d'interférences selon un pixel.
(b) Soustraction	de la moyenne. (c) Redressement des valeurs négatives. (d) Filtrage passe bas et
détection du pic.	
Figure 1-4	Illustration de la méthode de mesure dans le domaine fréquentiel. L'amplitude et la
phase de la TF d	'un signal interférométrique sont représentées en fonction de la fréquence spatiale des
franges (de Groo	t, 2015)
Figure 1-5	Représentation schématique des interférogrammes dans un échantillon transparent.13
Figure 1-6	Signal interférométrique typique d'une couche transparente épaisse où la
différenciation de	es pics de chaque enveloppe est aisée. Δz est égal au produit ne
Figure 1-7	(a) Schéma de principe de la tomographie par cohérence optique. (b) Signal
interférométrique	e classique obtenu avec une source large bande16
Figure 1-8	Principe de la tomographie par cohérence optique dans le domaine temporel (TD-
OCT).	
Figure 1-9	Principe de la tomographie par cohérence optique dans le domaine fréquentiel (FD-
OCT).	
Figure 1-10	Configurations envisageables en OCT plein champ
Figure 1-11	Déphasage entre l'onde réfléchie par l'échantillon et le miroir de référence pour une
incidence oblique	e
Figure 1-12	Comparaison de la profondeur de champ et de la largeur de l'enveloppe pour
différentes source	es d'illumination et différentes ON. (a) Source blanche $\lambda_{cent} = 750$ nm, ON = 0.25. (b)
Source blanche λ	$\lambda_{cent} = 750 \text{ nm}, \text{ON} = 0.95.$ (c) Source monochromatique $\lambda = 248 \text{ nm}, \text{ON} = 0.25.$ (d)
Source monochro	binatique $\lambda = 248$ nm, ON = 0,95 (Montgomery and Montaner, 1999)
Figure 1-13	Illustration de la résolution latérale d'un système optique limité par la diffraction. (a),
(b) et (c) Profils	3D, 2D et 1D de la réponse d'un système optique ($\lambda_0 = 800$ nm, ON = 0,55) à deux
points sources e	spacés d'une distance supérieure à Δx . (d), (e) et (f) Cas de deux points sources
exactement espace	cés de Δx
Figure 1-14	Résolution axiale théorique d'un système FF-OCT. La visibilité des franges (en bleu)
ainsi que les fonc	etions de cohérence spatiale (noir) et temporelle (gris) sont représentées. (a) $ON = 0.5$.
(b) $ON = 0.95$.	

Figure 1-15 Effet de la dispersion chromatique sur l'élargissement spatiale des franges (de Groot and de Lega, 2004). (a) Longueur d'onde centrale 500 nm, FWHM = 100 nm, sans dispersion. (b) Comparaison entre l'imagerie d'intensité « classique » et l'imagerie spectroscopique. Figure 1-16 (a) Image tomographique ex vivo d'un embryon de têtard. (b) Même image avec superposition de l'information spectrale. Le centre de masse est l'indicateur spectroscopique utilisé. Les flèches blanches indiquent la présence de mélanocytes, qui sont davantage visibles dans cette image en raison du décalage spectral de 35 nm (Dubois et al., 2008). (c) Image in vivo du développement d'un embryon de poisson zèbre. (d) Même image avec superposition de l'information spectrale en utilisant le centre de masse comme indicateur spectroscopique. (e) La bande passante de la fonction d'autocorrélation est utilisée comme indicateur : on note une amélioration du contraste visuel (Adler et al., 2004). Figure 1-17 Types d'analyses en fonction du traitement appliqué au signal OCT (image tirée de (a) Cartographie de la diffusion angulaire d'un ensemble de billes de polystyrène de Figure 1-18 12 µm en suspension dans une solution composée de 80% d'eau et de 20% de glycérol. La solution est recouverte d'une lamelle d'environ 140 µm d'épaisseur (Pyhtila et al., 2006). Les zones claires indiquent une augmentation de l'intensité diffusée. (b) Coupe transversale montrant la distribution angulaire de l'intensité à environ OPL = 1 mm. Les données sont comparées aux résultats prédits par Figure 1-19 Comparaison entre la microscopie en champ lointain (limitée par la diffraction) et la microscopie en champ proche. (a) Limite de diffraction en champ lointain représentant la distance minimale entre deux objets ponctuels discernables. (b) Schéma de la microscopie en champ proche avec une fibre optique d'ouverture d. La résolution est définie à partir du diamètre d et non à partir de la longueur d'onde du rayonnement. (c) Champ proche en utilisant une pointe. La résolution est Figure 1-20 Figure 1-21 Spectroscopie nano-FTIR basée sur un montage s-SNOM et une source continuum émettant dans l'infra-rouge moyen. DFG, « Difference Frequency Generator » (Amenabar et al., 2013). Images obtenues sur le site web de Photon etc (www.photonetc.com). (a) Exemple Figure 1-22 de cube hyperspectral. (b) Acquisition d'un cube hyperspectral. (c) Extraction de deux spectres sur Figure 1-23 Schéma typique d'un spectromètre imageur dispersif à fente (Choi et al., 2006). L'image de la fente est reproduite le long de l'axe spatial pour différentes longueurs d'ondes. Le spectre lié à chaque pixel de l'image reproduite sur la fente est obtenu le long de l'autre axe (spectral Figure 1-24 Montage de microscopie hyperspectrale en configuration champ sombre ou en

Figure 2-1 Figure 2-2 Représentation des différences de marche dans une couche transparente pour un Signaux interférométriques obtenus en incidence normale (ON = 0) avec une source Figure 2-3 gaussienne non polarisée de longueur d'onde centrale $\lambda_0 = 600$ nm et de largeur spectrale $\Delta \lambda = 200$ nm et (a) une surface réfléchissante à 100%, (b) un échantillon multicouche avec $e_1 = e_2 = e_3 = 2 \mu m$ et n_1 $= 1,5, n_2 = 1,2, n_3 = 1,8.....51$ Effet de l'étendue spectrale de la source (lorentzienne) sur l'interférogramme. L'ON Figure 2-4 de l'objectif est fixée à 0 et la longueur d'onde centrale est 600 nm. (a) FWHM = $0.1 \mu m$. (b) FWHM $= 0.2 \ \mu m. (c) \ FWHM = 0.3 \ \mu m.$ 51 Effet de l'ON sur l'interférogramme. La colonne de gauche représente l'ensemble Figure 2-5 des signaux pour des angles d'incidences variant entre 0 et arcsin(ON) et la colonne de droite l'interférogramme résultant. La source est lorentzienne avec $\lambda_0 = 0.6 \ \mu m$ et $\Delta \lambda = 0.2 \ \mu m$. (a) ON = 0.1. Structure multicouche de m couches entre deux milieux semi infinis (incident et Figure 2-6 substrat). Chaque couche j (j = 1, 2, m,...) possède une épaisseur d_i . Le champ électrique à chaque point (x,y,z) d'une couche j est représenté par deux composantes : l'une se propageant dans le sens des Notations utilisées pour la diffusion d'une onde plane par une sphère de rayon a.... 58 Figure 2-7 Spectres de rétrodiffusion pour (a) une sphère de polystyrène d'indice 1,58 dans un Figure 2-8 milieu d'indice 1,4 et (b) une sphère de silice d'indice 1,45 dans un milieu d'indice 1,6. 60 Figure 2-9 Représentation schématique de l'interaction lumière/particule pour le calcul du signal d'interférences en OCT plein champ. Pour chaque onde plane incidente, la lumière rétrodiffusée Signaux interférométriques théoriques obtenus sur des sphères de 3 µm de diamètre Figure 2-10 pour une lumière polarisée aléatoirement s/p. (a) Bille de polystyrène dans un milieu d'indice 1,4. (b) Différence de phase entre les amplitudes de diffusions S₁ et S₂ pour (a) $\alpha = 3.1455$ Figure 2-11 Figure 2-12 Efficacité de diffusion en fonction du paramètre de taille représentée en (a) échelle linaire (b) échelle logarithmique. Le calcul a été effectué pour deux rapports d'indice entre la particule et le milieu environnant : m = 1.33 et m = 1.0816. Les zones grisées représentent les régions du Figure 2-13 Représentation des trajets aléatoires de différents rayons lumineux à travers un milieu diffusant. La propagation peut avoir lieu sans diffusion (rayon vert), avec une seule diffusion Figure 2-14 Tirages des variables d et α selon les lois exponentielles et de Henyey-Greenstein. 68 (a) Différence de parcours entre un rayon balistique (noir) et un rayon diffusé (bleu) Figure 2-15 depuis l'émission jusqu'à la collection par la caméra. (b) Déphasage en sortie du milieu entre un rayon diffusé (bleu) et le rayon de référence (noir). Le miroir de référence se situe dans le plan défini par la

Figure 2-16	Signal interférométrique de la couche de PDMS de 50 µm sans diffusion72
Figure 2-17	Evolution du signal d'interférences dans une couche diffusante possédant un facteur
d'anisotropie de	0,75 pour différentes valeurs du coefficient de diffusion. (a) $\mu_{diff} = 60.10^{-4} \ \mu m^{-1}$. (b)
$\mu_{diff} = 160.10^{-4} \mu_{diff}$	μ m ⁻¹ . (c) μ diff = 400.10 ⁻⁴ μ m ⁻¹ . Les signaux sont normalisés par rapport à l'intensité
maximale de l'in	terférogramme le plus contrasté
Figure 2-18	Evolution du signal d'interférences dans une couche diffusante possédant un
coefficient de dit	ffusion de 160.10 ⁻⁴ μ m ⁻¹ pour différentes valeurs du facteur d'anisotropie. (a) g = 0,9.
(b) $g = 0.6.$ (c	g = 0,2. Les signaux sont normalisés par rapport à l'intensité maximale de
l'interférogramm	ne le plus contrasté
Figure 2-19	Salle de caractérisation par interférométrie75
Figure 2-20	Schéma du dispositif de mesure interférométrique complet75
Figure 2-21	Photo du microscope Leitz-Linnik et représentation schématique du montage
optique. MR, Mi	roir de Référence ; PZT, Table PiéZoélectrique ; D.O, Diaphragme d'Ouverture76
Figure 2-22	Spectre réel de la lampe halogène mesuré avec un mini spectromètre76
Figure 2-23	Modélisation mécanique des trois blocs constituant le microscope à tubes
« Thorlabs » ave	c le logiciel de CAO Geomagic Design. (a) Illuminateur. (b) Bloc interférométrie. (c)
Bloc acquisition.	Les fichiers 3D des composants mécaniques et optiques ont été obtenus sur le site de
Thorlabs.	
Figure 2-24	Photo du microscope Thorlabs et représentation schématique du montage optique.
MR, Miroir de R	éférence ; S, Séparatrice ; PZT, Table PiéZoélectrique ; D.C, Diaphragme de Champ.
Figure 2-25	Schéma de la configuration optique du système développé sur une table optique anti-
vibratoire.	
Figure 2-26	Dispositif de translation X-Y-Z. (a) Par association de 3 tables de translation 1D
fixées sur la ta	ble optique verticale. (b) Bloc de translation X-Y-Z compact fixé sur la table
horizontale.	
Figure 2-27	Images des franges d'interférences sur un substrat de silicium acquises à différents
moments. (a) $t =$	0 s. (b) t = 10 s. (c) t = 20 s. (d) t = 40 s. L'objectif de Mirau est utilisé81
Figure 2-28	Modélisation du montage pour une vue de face. Note : le repère ne correspond pas à
la convention uti	lisée dans le texte. Dans notre cas, il faut voir $x = z$ et $z = -x$
Figure 2-29	Modélisation du système optique pour une vue de (a) droite (b) gauche (c) haut 83
Figure 2-30	Montage optique vu de deux angles opposés
Figure 2-31	Agencement final des éléments de l'illuminateur
Figure 2-32	Modélisation de l'illuminateur par tracé de rayons. Les rayons verts sont émis depuis
le centre de la s	urface d'émission, les rayons rouges et bleus sont émis depuis les extrémités de la
surface. (a) Syste	ème entier allant de la source jusqu'à l'échantillon (non représenté ici mais localisé au
niveau du plan fo	ocal de l'objectif). (b)-(c) Agrandissement des parties situées dans les cadres rouge et
bleu.	
Figure 2-33	(a) Répartition de l'irradiance dans le plan où se situe le DC. (b) Irradiance tracée
selon un profil p	assant par le centre du DC. Les droites noires représentent l'ouverture maximale de
DC. Ces simulati	ions ont été réalisées sous Code V de Synopsis

Figure 2-34 Photo du montage de l'interféromètre de Linnik sur la table optique verticale. 88 Figure 2-35 Changement des états de polarisation de la lumière durant sa propagation dans l'interféromètre. C.G et C.D font respectivement référence aux polarisations circulaires gauches et droites. Figure 2-36 Figure 2-37 Figure 2-38 Exemple (a) d'une pile d'images XYZ, (b) d'un signal d'interférences sur un pixel d'une image XY selon l'axe Z, (c) des franges brutes sur une image en coupe XZ à partir de la pile XYZ et (d) d'une image tomographique d'un film de polymère Mylar d'épaisseur 3 µm obtenue après Figure 2-39 Coupes XZ d'un film de polymère de Mylar après avoir appliqué la transformation

Figure 3-1 (a-b-c) Signaux interférométriques simulés avec (a) sans bruit, (b) un bruit blanc gaussien d'écart-type 0.1, (c) un bruit blanc gaussien d'écart-type 0.3. (d-e-f) Comparaison des spectres effectifs obtenus par TF du signal par rapport au spectre de la source. La taille de la fenêtre Représentation graphique des différentes étapes du traitement du signal de mesure Figure 3-2 d'un échantillon réel. Les numéros des étapes sont indiqués sous chaque image. Dans le cas (A), les deux interférogrammes sont traités simultanément : cela conduit à l'obtention d'un spectre avec des oscillations. Dans le cas (B), la fenêtre de Hamming est centrée sur le 2^{ème} interférogramme et le Réflectances des échantillons d'aluminium et de silicium utilisés pour la calibration. Figure 3-3 Le saut observé à $\lambda = 860$ nm est dû au changement dans l'émission lumineuse de la lampe. Celui-ci a Figure 3-4 (a) Fonction de transfert spectrale. (b)-(c) Réflectances du silicium et du dioxyde d'étain. Les courbes noires correspondent aux mesures faites au spectromètre. Les courbes rouges sont Figure 3-5 Spectres effectifs calculés par TF d'un interférogramme d'une surface de réflectance Figure 3-6 unitaire pour différentes ON. (a) Sans correction. (b) Après correction de l'Eq. 3.23...... 111 Figure 3-7 Spectres effectifs mesurés pour différentes ON effectives et différentes caméras. (a) Basler. (b) Photon focus. (c) Prosilica. Les cas (i), (ii) et (iii) correspondent aux trois acquisitions. 112 Figure 3-8 Figure 3-9 Figure 3-10 Valeur moyenne et écart-type des réflectances mesurées sur 50 zones du champ de Figure 3-11 Valeur moyenne et écart-type des réflectances mesurées sur 50 zones du champ de Figure 3-12 (a) Image optique de l'échantillon. (b)-(c) Images interférométriques extraites de la pile (XYZ) pour deux positions Z de l'échantillon. La taille des images est de 1.19 x 1.19 mm²..... 116 Les spectres de l'argent, aluminium, silicium et titane, obtenus à partir des données Figure 3-13 Figure 3-14 Organigramme fonctionnel final du système d'acquisition et de traitement....... 120 Figure 3-15 Détection d'un pore dans une coupe XZ du film de 3,6 µm d'épaisseur. (a) Sans Rapport signal à bruit calculé sur un pixel pour M = 10 et pour N variant entre 1 et Figure 3-16 100. Figure 3-17 Amélioration de l'imagerie et des signaux d'interférences d'un échantillon de Mylar de 3,6 µm d'épaisseur après moyennage. (a) Image XZ sans correction. (b) Image XZ avec un moyennage de 100 images. (c)-(d) Interférogrammes obtenus à partir de (a)-(b)...... 122 Figure 3-18 Amélioration de la capacité de détection axiale du système appliqué à un échantillon de Mylar de 6 µm d'épaisseur. L'effet du moyennage est observé sur deux zones différentes de l'échantillon. (a) Sans moyennage. (b) Après moyennage de 100 images. (c)-(d) Signaux d'interférences le long du profil de (a)-(b). (e) Sans moyennage. (f) Après moyennage de 100 images. Figure 3-19 Histogramme d'une image censée être uniforme à chaque étape de correction..... 124 Figure 3-20 Effets des corrections « dark » et « flat » sur l'imagerie du polymère transparent Mylar. (a) Image « flat ». (b) Image XY moyennée 100 fois. (c) Même image après les corrections « dark/flat ». (d) Coupe XZ après un moyennage de 100 images. (e) Même coupe après les corrections « dark/flat ». Figure 3-21 Evolution des améliorations apportées par les différentes étapes du protocole IMPROVE. La première colonne correspond à une image en coupe XY où différentes microbilles sont affichées. La deuxième colonne montre les franges brutes dans une coupe XZ. Les cercles verts révèlent la position des franges issues de deux microbilles et les flèches rouges la position de certains défauts. La troisième colonne présente l'aspect des signaux interférométriques à un pixel donné à Figure 3-22 Mesure des spectres de réflectance. (a) Surface air-PMMA. (b) Interface PMMAsilicium. (c) Couche entière. Les données expérimentales (courbes bleues) sont comparés aux résultats Figure 3-23 Comparaison entre le spectre d'émission de la source et le spectre utilisé pour la simulation. Effet de l'ON sur le spectre de réflectance total (a), (b), (c), (d) et sur le spectre de Figure 3-24 l'interface PMMA-silicium (e), (f), (g), (h). Comparaison entre les résultats obtenus à partir de la S-Figure 3-25 (a) Dérivée de z par rapport à θ : variation de la position d'une frange blanche (m=3) en fonction de l'angle d'incidence pour différentes longueurs d'ondes. Le résultat est comparé à celui obtenu en supposant aucune réfraction ($\theta = \theta$ '). L'échantillon est supposé non dispersif. (b) Dérivée de z en fonction de λ : variation de position d'une frange blanche (m=1) en fonction de la longueur d'onde pour différents angles d'incidence. Le résultat est comparé à celui obtenu en supposant l'échantillon non dispersif. (c)-(d) Franges simulées avec une ON de 0,5 en prenant en compte la réfraction (c) et en supposant aucune réfraction (d). Dans chaque cas, les signaux sont normalisés par Influence de la cohérence spatiale sur le signal d'interférences. (a) Le plan de Figure 3-26 focalisation est supposé coïncider avec le plan de cohérence. (b) Les deux plans sont espacés de 4,06 (a) Spectre de l'interface PMMA-silicium. (b) Spectre de réflectance totale. Les Figure 3-27 Figure 3-28 (a)-(b) Comparaison entre les spectres expérimentaux (courbes bleues) et issus de simulations (courbes noires) pour une très faible ON effective ($\sim 0,1$). (c) Rapport signal à bruit. Les Figure 3-29 Figure 3-30 Figure 3-31 (a) FTC du microscope Leitz-Linnik pour deux positions extrêmes du diaphragme d'ouverture. (b) Profil d'intensité du réseau de 0,8 µm de période obtenu avec le diaphragme ouvert (a) Résolution axiale théorique en fonction de l'ON effective pour deux largeurs de Figure 3-32 bande de la source. Le spectre est centré à 800 nm. (b)-(c) Résolution axiale expérimentale obtenue pour deux positions extrêmes du diaphragme. (b) Totalement ouvert. (c) Fermé autant que possible. Spectre de réflectance de l'interface PDMS-silicium pour différentes concentrations Figure 3-33 de TiO₂. (a) 1g/L. (b) 2,5 g/L. (c) 5 g/L. La courbe noire représente le résultat théorique, c'est-à-dire sans diffusion. Les courbes rouges sont les résultats issus de simulations (programme de la partie 2.1.3.2). Le facteur d'anisotropie est fixé à 0,9. Les courbes bleues sont les résultats expérimentaux Spectre de réflectance de l'interface PDMS-silicium pour différentes concentrations Figure 3-34 de TiO₂. (d) 1g/L. (e) 2,5 g/L. (f) 5 g/L. La courbe noire représente le résultat théorique, c'est-à-dire sans diffusion. Les courbes rouges sont les résultats issus de simulations (programme de la partie 2.1.3.2). Le facteur d'anisotropie est fixé à 0,55. Les courbes bleues sont les résultats expérimentaux Figure 3-35 Images interférométriques des billes de différents diamètres prises avec le Leitz-Linnik. (a)-(b) 7,75 µm. (c)-(d) 4,08 µm. (e) 1,70 µm. (f) 0,89 µm. Les flèches indiquent la présence de billes. Figure 3-36 Zones d'extraction des signaux interférométriques pour déterminer le diamètre des billes. (a) 7,75 μ m. (b) 4,08 μ m. (c) 1,70 μ m. Les signaux extraits des zones (1), (2), (3) et (4) sont Mesures des billes de 7,75 µm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c)-(e) Comparaison des Figure 3-37 signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d)-(f) Figure 3-38 Mesures des billes de 4,08 µm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Mesures des billes de 1,70 µm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c)-(e) Comparaison des Figure 3-39 signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d)-(f) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c)-(e). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges et Spectre simulés 2) sont obtenus en supposant une interface bille-air et non une Figure 3-40 Mesures des billes de 7,75 µm en configuration Linnik. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges simulées 2 et Spectre simulé 2) sont obtenus en supposant une interface bille-eau et Figure 3-41 Mesures des billes de 4,08 µm en configuration Linnik. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges et Spectre simulés 2) sont obtenus en supposant une interface bille-air et non une interface bille-substrat de verre. 148 Comparaison des spectres expérimentaux aux modèles définis par l'Eq. 3.38. Les Figure 3-42 courbes bleues utilisent un diamètre de la bille égal à sa valeur théorique de 7,75 μ m (a)-(d), 4,08 μ m (b)-(e) et 1,70 µm (c)-(f). Les courbes rouges utilisent le diamètre obtenu à partir de la minimisation Figure 3-43 Réflectance spectrale théorique d'une bille contenue dans un milieu d'indice 1,6. (a) Figure 3-44 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Fenêtrage de la partie d'intérêt : les signaux issus de la bille de PS. (c) Comparaison du spectre expérimental (courbe noire) aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41. Les paramètres de la bille sont ceux déterminés à partir de la (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 3 Figure 3-45 μ m. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41. Les paramètres de la bille sont ceux déterminés à partir de la procédure d'optimisation (Eq. 3.42)...... 155 Figure 3-46 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 Figure 3-47 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 Figure 3-48 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 Figure 3-49 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 Figure 3-50 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO_2 de 4,08 µm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.....158 Figure 3-51 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO_2 de 4,08 µm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.... 159 Figure 3-52 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO_2 de 1,70 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.... 159 Figure 3-53 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO2 de 1,70 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.... 160 Figure 3-54 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO2 de 1,70 µm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.... 160 Figure 3-55 Simulation du signal d'interférences d'une bille de polystyrène contenue dans la couche de gélatine pour un RSB de (a) 2,75 (b) 2. (c) Comparaison des spectres de réflectances obtenus sans bruit (courbe noire), avec un RSB de 2,75 (courbe rouge) et une RSB de 2 (courbe bleue). Figure 3-56 (a) Simulation du signal d'interférences d'une bille localisée dans une couche diffusante. Le signal de la bille est zoomé et représenté dans le cadre supérieur. (b) Spectre de Figure 3-57 Comparaison du spectre expérimental au modèle défini par l'Eq. 3.41. La courbe bleue utilise le diamètre et l'indice optique réels de la bille. La courbe rouge utilise le diamètre et Figure 3-58 (a) Comparaison du spectre expérimental au modèle défini par l'Eq. 3.41. La courbe bleue utilise le diamètre réel de la bille. La courbe rouge utilise le diamètre obtenu à partir de la (a) Comparaison du spectre expérimental normalisé au modèle (normalisé) défini par Figure 3-59 l'Eq. 3.41. Les courbes bleue et rouge, qui utilisent respectivement le diamètre réel de la bille et celui obtenu à partir de la minimisation de la fonction d'erreur χ (b), sont superposées......165 Fonctions d'erreur représentant l'écart entre le spectre expérimental et le modèle Figure 3-60 pour différentes valeurs de l'indice de réfraction de la bille. (a) Les spectres sont non normalisés. (b)

Figure A-1 Notation utilisée pour le calcul du degré de cohérence spatiale entre deux points P₁ et P₂. OM, objectif de microscope ; O.E, ouverture d'entrée. 174 Figure B-1 Calcul des différences de marche dans une couche transparente pour un angle d'incidence θ_1 . 177 Figure C-1 Majoration de la densité d'HG par la densité uniforme et par la densité de Cauchy pour les cas (a) g = 0,2, (b) g = 0,9. Les zones de rejet sont représentées par les zones colorées en rouge (cas de la densité uniforme) et en bleu (cas de la densité de Cauchy). La zone d'acceptance est en blanc. 182

Figure D-1	Décalage des plans de cohérence et de focalisation (en rouge) lors de l'étude d'un
échantillon en pr	rofondeur. Les plans ne coïncident plus : ceci est à l'origine d'une perte de contraste
du signal interfér	ométrique
Figure D-2	Recherche de la position du plan de focalisation
Figure D-3	Allongement du bras de référence pour faire coïncider le plan de cohérence avec le
plan de focalisati	ion
Figure D-4	Modification du bras objet pour faire coïncider le plan de focalisation avec le plan de
cohérence.	
Figure D-5	Position du plan de focalisation en fonction du déplacement de l'objectif objet selon
Z.	

Liste des tables

Table 1-1Résolution axiale et largeur à mi-hauteur des fonctions de cohérence temporelle etspatiale pour différentes ouvertures numériques.30

Table 2-1Sources simulables. (a) Distribution spectrale du rayonnement émis par un corps noirpour différentes températures. (b) Spectres gaussiens centrés à 580 nm pour deux largeurs spectrales.(c) Spectres lorentziens centrés à 580 nm pour deux largeurs spectrales.(c) Spectres lorentziens centrés à 580 nm pour deux largeurs spectrales.(d) Spectres expérimentauxobtenus avec une LED blanche et une source halogène. Les spectres correspondent aux spectreseffectifs, c'est-à-dire le produit entre le spectre d'émission de la source et la réponse spectrale de lacaméra utilisée.49Table 2-2Résumé des équations utilisées pour obtenir les indices optiques et les coefficients deréflexions de chaque interface de l'échantillon multicouche.50Table 2-3Equations et espace des luminosités associés aux transformations.93

Table C-1	Correspondance	entre les	s valeurs	des	paramètres	a et	g	pour	la 1	majoration	de	la
densité d'HG par	la densité de Cau	1chy									18	31

Introduction

Depuis de nombreuses années, la microscopie optique est devenue l'instrument incontournable pour l'observation, l'analyse et la caractérisation d'objets de taille microscopique. Elle est particulièrement utilisée dans le domaine des matériaux pour les analyses morphologiques des surfaces, des couches minces et épaisses, ainsi que dans celui de la médecine et de la biologie pour visualiser et étudier les cellules et les tissus vivants qui évoluent dans le temps. En effet, les interactions spécifiques de la lumière avec la matière (réflexion, diffusion, absorption, émission...) et sa faible dangerosité, en ont fait un outil de choix pour l'étude des milieux biologiques. C'est ainsi que de nombreuses techniques de microscopies ont vu le jour :

- Microscopie confocale, interférométrique
- Microscopie de fluorescence : FLIM (Fluorescence Lifetime Imaging), FRET (Fluorescence Resonance Energy Transfert), FRAP (Fluorescence Recovery After Photobleaching), TIRF (Total Internal Reflection Fluorescence)...
- Microscopie à très haute résolution (aussi appelée technique de nanoscopie optique) :
 - Champ lointain : SIM (Structured Illumination Microscopy), STED (STimulated Emission Depletion), PALM (Photo-Activated Localization Microscopy), STORM (STochastic Optical Reconstruction Microscopy)
 - Champ proche : SNOM (Scanning Near field Optical Microscopy)

Un classement intéressant de ces différentes techniques, dites de nanoscopie, est fourni dans les références (Montgomery and Leong-Hoi, 2015; Montgomery et al., 2013b).

Dans l'univers de l'imagerie optique, le phénomène des interférences est essentiel puisque de nombreuses techniques de mesure et d'imagerie sont basées sur ce principe de l'interférence lumineuse. On y retrouve notamment la microscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR pour « Fourier Transform InfraRed spectroscopy »), les technologies de tomographie par cohérence optique (OCT pour « Optical Coherence Tomography ») ou bien les méthodes holographiques. De manière générale, l'ensemble de ces techniques repose sur l'analyse et le traitement d'un motif d'interférences, qui est issu de l'interaction de deux fronts d'ondes, dits fronts d'ondes « objet » et « de référence ». Ces ondes proviennent des réflexions de la lumière sur un miroir de référence et sur l'échantillon que l'on souhaite étudier.

La microscopie interférométrique est une méthode de mesure qui utilise une série d'images où le motif d'interférences se retrouve superposé à l'image de l'objet. Cette série d'images est enregistrée pour différentes positions (altitude z) de l'objet. Les techniques d'interférométries microscopiques présentent l'avantage d'être rapides et non destructives, notamment depuis, le progrès de l'imagerie numérique, le développement de systèmes de traitement et d'instrumentation de plus en plus puissants, les avancées technologiques sur les sources d'éclairage et sur les dispositifs de balayage. Usuellement, ces techniques interférométriques sont décomposées en deux familles : la microscopie à saut de phase (PSM pour « Phase Shifting Microscopy »), méthode plus ancienne et généralement basée sur l'utilisation d'une source très cohérente ; et la microscopie à balayage de faible cohérence (CSI pour « Coherence Scanning Interferometry ») qui fut développée au début des années 1990 afin de pallier aux limitations des techniques de PSM.

Initialement utilisées dans le domaine des matériaux pour la mesure de la microtopographie de surface (Montgomery et al., 2004) (caractérisation d'état de surface, épaisseur de matériaux), les méthodes de microscopies interférométriques à faible cohérence sont maintenant largement employées dans d'autres domaines notamment à travers les systèmes de tomographie par cohérence optique (OCT). En effet, en développement constant depuis leur création au début des années 1990, les technologies OCT n'ont cessé de s'améliorer et de se diversifier offrant en permanence un large panel d'applications, allant du domaine de l'art pour la caractérisation de peintures et d'œuvres d'art (Liang et al., 2005), jusqu'au domaine de l'ophtalmologie (Hee et al., 1995; Wessel et al., 2013) et de la biologie (Feldchtein et al., 1998; Fujimoto et al., 1999) pour l'imagerie tomographique de tissus vivants. Cette imagerie est basée sur un traitement spécifique des signaux d'interférences à chaque pixel de la pile d'images acquises.

L'essor des technologies OCT a conduit plus récemment au développement de l'OCT spectroscopique. C'est cette technique qui nous a intéressé et que nous avons étudié dans ce travail de thèse. Le couplage de l'OCT traditionnelle à la spectroscopie est en effet très intéressant puisqu'il permet de réaliser une mesure spectrale résolue spatialement à partir de l'analyse du signal d'interférences en lumière blanche. Les résolutions atteintes en interférométrie étant microniques, cette technique est parfaitement adaptée à l'étude des structures rencontrées dans les peintures ou les tissus biologiques et dont les tailles sont du même ordre de grandeur. Théoriquement, cette méthode d'analyse spectrale peut permettre de résoudre et de différencier de manière évidente deux structures de tailles et/ou de natures différentes. Cependant, la qualité des signaux d'interférences dans les milieux complexes (diffusants, absorbants) est souvent dégradée à cause de facteurs divers tels que les multiples diffusions de la lumière, les artéfacts venant du système de mesure, la diminution du rapport signal à bruit ou la dissymétrie de dispersion. La précision de l'analyse spectrale peut alors nettement diminuer et conduire à des mesures aberrantes et erronées.

Présentation du rapport

Ce mémoire décrit les travaux réalisés dans le cadre de ma thèse, qui s'est déroulée au Laboratoire ICube (Laboratoire des sciences de l'Ingénieur, de l'Informatique et de l'Imagerie) de Strasbourg, au sein de l'équipe IPP (Instrumentation et Procédés Photoniques) d'octobre 2014 à décembre 2017. Bien que la microscopie interférométrique soit l'un des thèmes de recherche principaux de l'équipe, les travaux étaient surtout orientés vers le domaine de la métrologie optique à très haute résolution, c'est à dire l'analyse morphologique de matériaux complexes et la caractérisation d'états de surfaces. C'est pourquoi nous avons décidé d'étudier et de développer l'utilisation de la microscopie interférométrique dans le sens de la spectroscopie. Comme présenté dans l'introduction, cette méthode d'analyse est très intéressante, mais peut devenir très compliquée dès lors que la qualité des signaux

d'interférences décroit. L'objectif général de ces travaux était donc d'étudier à la fois de façon expérimentale et au niveau simulation, l'application et les limitations de l'interférométrie en lumière blanche pour l'analyse spectrale locale d'échantillons plus ou moins complexes. Le rapport s'articule autour de trois chapitres.

Dans le premier chapitre, nous reviendrons tout d'abord sur l'historique de la microscopie interférométrique en présentant les généralités du phénomène d'interférence, ainsi que les techniques développées pour réaliser des reconstructions d'objets en trois dimensions et des mesures d'états de surfaces (mesures topographiques et de rugosité). Après avoir rappelé l'intérêt de l'interférométrie pour l'analyse morphologique de couches minces et épaisses (mesure des propriétés optiques et d'épaisseurs), nous présenterons un état de l'art des techniques de tomographie par cohérence optique. Nous nous attarderons notamment sur la configuration OCT plein champ (FF-OCT) qui est celle utilisée au sein de l'équipe IPP. Nous en profiterons pour détailler l'ensemble de ses caractéristiques, ainsi que pour formuler théoriquement l'expression mathématique du signal d'interférences. La partie suivante est consacrée plus en détail aux techniques qui permettent de réaliser des mesures spectroscopiques à partir de données interférométriques. Enfin, dans le but d'accroître la quantité et la qualité des informations accessibles, d'autres techniques d'imageries optiques ont commencé à allier l'imagerie à l'aspect caractérisation spectrale. Nous présenterons alors deux méthodes très utilisées dans le monde scientifique, ce qui nous permettra de situer la technique interférométrique vis à vis d'autres méthodes optiques.

Dans le deuxième chapitre, nous exposerons l'ensemble des outils numériques et expérimentaux qui ont été développés et/ou utilisés durant les trois années de thèse. Au niveau des outils numériques, nous retrouvons quatre programmes de simulation qui ont été développés sous LabView et Matlab. La comparaison des résultats fournis par les deux premiers programmes permettra notamment de déceler les erreurs apparaissant dans l'analyse spectrale résolue en profondeur et qui sont engendrées par l'utilisation d'une grande ouverture numérique. Le troisième programme sera destiné spécifiquement à la simulation du signal interférométrique obtenu dans une situation particulière et sera principalement utilisé pour remonter aux propriétés de particules diffusantes de très petites dimensions. Le dernier programme sera développé pour évaluer la limitation de la méthode dans le cas de l'analyse d'un échantillon diffusant. En ce qui concerne les outils expérimentaux, nous présenterons à la fois l'un des microscopes commerciaux de l'équipe, ainsi que deux nouveaux systèmes interférométriques qui ont été mis en place. Le premier est un petit système compact élaboré à partir de tubes de lentilles et utilisé avec un objectif interférométrique de Mirau. Le deuxième est un montage sur table optique, concu pour fonctionner en configuration Linnik. Les étapes du développement de ce système, incluant la modélisation mécanique, la simulation optique et le montage expérimental, seront nettement détaillées. Ce chapitre ne fournit pas en soi des résultats, mais permet de présenter et de décrire très précisément l'environnement de travail.

Enfin, le troisième chapitre sera consacré à la technique de caractérisation spectrale locale et aux résultats obtenus sur différents types d'échantillons. Nous commencerons par démontrer théoriquement la méthode d'analyse, puis nous introduirons son implémentation numérique dans le programme de traitement. Après avoir discuté de la performance de la méthode en termes de

résolution spectrale, il est observé que la qualité du résultat est fortement liée à la qualité du signal et que la présence de bruit de mesure est alors préjudiciable. Ainsi, un protocole de correction sera proposé, basé sur la combinaison de trois techniques classiques de traitement d'images, qui permettra de diminuer de manière conséquente le bruit présent sur les images. Un exemple d'application sera donné pour l'étude d'un polymère de Mylar, où une amélioration significative pourra être observée dans la qualité de l'imagerie tomographique, ainsi que dans la sensibilité de détection axiale du système. La méthode sera alors appliquée à différents échantillons. Nous commencerons par présenter les résultats obtenus en surface, c'est à dire sur des matériaux réfléchissants. Ensuite, nous enchaînerons par l'analyse d'échantillons transparents, où des spectres résolus en profondeur et des spectres correspondant à la réflectance totale de la couche transparente seront mesurés. La condition à respecter pour éviter d'obtenir des résultats aberrants sera explicitée et démontrée à l'aide des programmes de simulations. Lorsque les mesures effectuées dans de simples couches transparentes seront satisfaisantes, la méthode sera appliquée à des échantillons plus complexes. Dans un premier temps, des couches diffusantes seront étudiées. L'objectif sera de vérifier s'il est possible de retrouver la réflectance spectrale de la face arrière de la couche, malgré la diffusion de la lumière lors de sa propagation. Finalement, nous essayerons à partir de l'analyse spectrale de discriminer des microsphères se différenciant soit par la taille, soit par la nature du matériau.

Chapitre 1. État de l'art

1.1 Historique de la microscopie interférométrique

1.1.1 Généralités et phénomène d'interférence

La première théorie ondulatoire de la lumière fut formulée au XVII^{ème} siècle par le physicien Christian Huygens, mais fut néanmoins rapidement remplacée par la théorie corpusculaire établie à la même époque par Isaac Newton. Ce n'est qu'à partir du début du XIX^{ème} siècle et les expériences de Thomas Young et d'Augustin Fresnel permettant d'observer le phénomène des interférences lumineuses, que la nature ondulatoire de la lumière fut acceptée au sein de la communauté scientifique. Cette théorie repose sur l'hypothèse fondamentale suivant laquelle chaque rayonnement monochromatique est associé à une vibration sinusoïdale y de période T et définie par $y = a \cos\left(\frac{2\pi}{T}t + \varphi\right)$. L'intensité en un point de la vibration est alors proportionnelle au carré de l'amplitude, soit $I \propto a^2$. Le phénomène d'interférence correspond à la superposition en un point de l'espace de deux ondes dites cohérentes, c'est-à-dire émises par des sources synchrones et spatialement cohérentes. En pratique, ces ondes sont uniquement obtenues par division d'une onde incidente unique qui est issue d'une seule source. La séparation de l'onde incidente peut s'effectuer de deux manières différentes, soit par division du front d'onde, ou par division d'amplitude (Henry, 1982). La figure d'interférence obtenue en tout point de l'espace par superposition de ces ondes cohérentes constitue la source d'information qui est à la base du développement des différentes techniques de mesures interférométriques précédemment citées. Bien que dépendant du type de montage optique, l'expression de la figure d'interférences s'exprime généralement sous la forme :

$$I = I_0 (1 + \gamma \cos \Phi) \tag{1.1}$$

où I_0 est un facteur dépendant de l'intensité de la source et des paramètres géométriques du montage (par exemple l'angle d'inclinaison pour une configuration en coin d'air), γ le facteur de visibilité des

franges (caractérisant le contraste des franges) et Φ le déphasage entre les deux ondes. L'expression de l'intensité et des différents paramètres introduits se retrouve très facilement dans les interféromètres de Michelson en configuration lame d'air et coin d'air (Françon, 1970; Vabre, 1995). L'expression littérale de la figure d'interférences pour un objectif interférentiel est calculée en détail dans la partie 1.2.

1.1.2 Techniques de mesures topographiques

La combinaison de l'interférométrie optique et de l'imagerie numérique, ainsi que le développement de systèmes de traitements de plus en plus puissants, ont permis d'automatiser la mesure et la quantification des franges d'interférences. Ceci a entraîné une nette avancée au niveau de la vitesse d'analyse et de la résolution des mesures. Initialement, la microscopie interférométrique était un outil destiné à la reconstruction 3D d'objets et à la caractérisation d'états de surfaces (mesure de rugosité par exemple). Les différentes techniques développées sont principalement regroupées dans deux familles qui sont toutes deux basées sur l'exploitation des franges d'interférences, mais qui se différencient par la méthode d'analyse. Dans la première famille, l'information topographique est obtenue à partir de la phase de la lumière réfléchie, tandis que dans la deuxième, c'est l'enveloppe du signal interférométrique qui est utilisée pour déterminer la topographie de l'échantillon.

1.1.2.1 Détermination de la phase du front d'onde

Ces méthodes de mesure sont basées sur le fait que l'information de relief de l'échantillon (topographie) est contenue dans la phase du front d'onde réfléchie par la surface. La microscopie à saut de phase (PSM : « Phase Shifting Microscopy ») est donc une technique qui permet, par le calcul de la phase, d'effectuer une analyse de surface et de défauts peu profonds à très haute résolution axiale, de l'ordre du nanomètre (Montgomery et al., 1991, 1993; Ponpon et al., 2000). La détermination de la phase s'effectue à l'aide d'une méthode mathématique d'interpolation de franges qui fut introduite dans les années 1980. Cette méthode d'interpolation est basée sur l'introduction de décalages de phases connus entre les bras de référence et objet de l'interféromètre. Généralement, ces sauts de phases sont introduits en déplaçant soit l'objet, soit le miroir de référence, à l'aide d'un dispositif piézoélectrique selon l'axe vertical Z. La valeur du déplacement vertical est calculée afin de correspondre à la différence de marche et au saut de phase recherché, qui est un paramètre propre à chaque algorithme. A chaque déplacement vertical (chaque décalage de phase), l'interférogramme est enregistré sous forme d'image et sera traité par ordinateur pour retrouver la phase. Dans l'image interférométrique acquise, l'intensité en un pixel s'exprime par :

$$I(x,y) = I_0(x,y) [1 + \gamma \cos(\phi(x,y) + \phi_i)]$$
(1.2)

où φ_i est le décalage de phase connu et $\phi(x, y)$ la phase que l'on cherche à calculer. Afin de la déterminer, divers algorithmes ont été développés au cours des années. Ces méthodes d'extraction de phase se distinguent par le nombre de sauts introduits et par le mode de variation de la phase (discret ou continu). Parmi l'ensemble de ces algorithmes, on peut par exemple citer les méthodes à 3 sauts, 4 sauts et 5 sauts. Le déphasage introduit, ainsi que l'algorithme pour extraire la phase, dépendent alors

de la méthode utilisée. Nous avons par exemple pour la méthode à 4 sauts (le déphasage introduit à chaque saut est de $\pi/2$) :

$$\phi(x,y) = \arctan\left[\frac{I_4(x,y) - I_2(x,y)}{I_1(x,y) - I_3(x,y)}\right]$$

$$\gamma(x,y) = \frac{\sqrt{(I_4(x,y) - I_2(x,y))^2 + (I_1(x,y) - I_3(x,y))^2}}{2I_0(x,y)}$$
(1.3)

où $\gamma(x, y)$ est la fonction de visibilité associée à la technique à 4 sauts.

Une fois la phase obtenue, la topographie de l'échantillon peut être déterminée à chaque point de coordonnées (x, y) du champ suivant l'équation :

$$h(x,y) = \frac{\phi(x,y) \cdot \lambda}{2\pi(\cos\theta + \cos\theta')} \tag{1.4}$$

où θ et θ' sont respectivement l'angle incident et l'angle réfléchi par rapport à l'axe optique (Creath, 1988). En général, une lumière monochromatique est utilisée comme source d'illumination. Cependant, dans le cas d'un microscope interférométrique en lumière blanche, la longueur d'onde λ de la lumière est remplacée par la longueur d'onde effective (longueur d'onde centrale du spectre de la source) dans le calcul de h(x, y). Enfin, on note certaines erreurs dans le calcul de h dues aux angles incidents et réfléchis qui dépendent de l'ouverture numérique de l'objectif utilisé. Malgré la résolution axiale nanométrique des mesures effectuées par détermination de la phase, les méthodes PSM possèdent une importante restriction liée à la faible dynamique des mesures qui sont limitées aux différences de hauteur inférieures à la moitié de la longueur d'onde d'illumination. En effet, une marche de cette hauteur impliquerait une différence de marche de λ et donc un déphasage de 2π . Due à la périodicité des franges d'interférences, il serait impossible de distinguer les sauts de phase de 2π et de reconstruire correctement la topographie de l'échantillon. D'autres méthodes ont alors été développées afin de pouvoir mesurer des structures d'une profondeur bien supérieure à $\lambda/2$ sans ambiguïté. Pour la plupart, celles-ci sont basées sur la détection et l'extraction du pic de l'enveloppe des franges d'interférences.

1.1.2.2 Détection de l'enveloppe

Contrairement aux méthodes PSM qui utilisent généralement une lumière monochromatique, les techniques de mesure qui se basent sur la détection de l'enveloppe des franges utilisent une source polychromatique (lumière blanche) afin de limiter la cohérence temporelle de la source. Cela permet d'obtenir un signal de franges confiné au niveau de la surface de l'échantillon. L'information sur la topographie de l'échantillon est alors liée à la position en z du pic de l'enveloppe. De même que pour les méthodes de décalages de phases (PSM), plusieurs algorithmes ont été mis au point afin de déterminer et d'extraire le plus rapidement et précisément possible l'enveloppe du signal interférométrique. Bien qu'étant différent dans le traitement appliqué au signal, le mode d'acquisition est identique pour l'ensemble des techniques développées. L'objectif est de récupérer un profil

d'intensité (signal d'interférence) en fonction de la profondeur qui permettra de traduire la position verticale de chaque élément de surface de l'échantillon. Celui-ci s'obtient à travers l'acquisition d'une pile d'images interférométriques, c'est à dire une série d'images où les franges d'interférences sont superposées à l'image de l'objet. Ces franges d'interférences sont balayées sur l'ensemble de la profondeur de l'échantillon, par exemple à l'aide d'une platine piézoélectrique qui permet de modifier la distance entre l'objectif et la surface de l'échantillon. A chaque pas de déplacement du piézoélectrique, une image XY est acquise par la caméra, permettant la construction d'une pile d'images XYZ. Le pas d'incrémentation détermine ainsi le niveau d'échantillonnage du signal interférométrique. Finalement, pour chaque pixel de coordonnées (x, y) de la pile d'images, on obtient un profil d'intensité I(z) au niveau du détecteur qui est fonction de la position z de l'échantillon le long de l'axe optique. Dans le cas d'une illumination par une source polychromatique, seuls les rayons de même longueur d'onde peuvent interférer ensemble, de telle sorte que l'intensité totale est donnée par la somme des interférences à chaque longueur d'onde :

$$I(x, y, z) = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} I_0(\lambda) [1 + \gamma(x, y, z) \cos \phi(x, y, z; \lambda)] d\lambda$$
(1.5)

avec $[\lambda_1, \lambda_2]$ la largeur de bande spectrale de la source, I_0 une fonction qui prend en compte la distribution spectrale et l'intensité de la source ainsi que les réponses spectrales des différents composants du système optique. γ représente le terme de visibilité ou contraste des franges et dépend de différents paramètres du système telle que l'ouverture numérique de l'objectif. ϕ est le terme de phase relié à la différence de chemin optique entre les deux ondes qui interfèrent et qui prend également en compte le déphasage introduit à la réflexion sur le miroir de référence et sur l'échantillon. Les différentes méthodes de détection du pic de l'enveloppe se distinguent alors par le traitement appliqué au signal interférométrique. En fonction de la méthode employée, les algorithmes seront plus ou moins rapides, précis et faciles à mettre en œuvre. Dans cette partie, nous présenterons les méthodes PFSM (« Peak Fringe Scanning Microscopy »), FSA (« Five Sample Adaptive non linear algorithm ») et de démodulation d'amplitude, qui sont les trois algorithmes utilisés par l'équipe IPP, mais aussi la méthode par transformée de Fourier rapide (FFT pour « Fast Fourier Transform »). Cette liste n'est pas exhaustive : il existe d'autres algorithmes d'extraction d'enveloppe (Gianto et al., 2016a), comme par exemple la technique des ondelettes (Sandoz, 1997) ou des opérateurs d'énergies de Teager-Kaiser (Gianto et al., 2016b; Montgomery et al., 2013a).

1.1.2.2.1 Technique PFSM

La technique « Peak Fringe Scanning Microscopy » est assez simple à comprendre et à mettre en œuvre. Celle-ci consiste à utiliser la frange centrale d'ordre zéro, qui est caractérisée par le contraste le plus élevé, comme une sonde plane virtuelle (figure 1-1) (Montgomery and Fillard, 1993). La position verticale de cette frange centrale est obtenue en recherchant dans la série d'images interférométriques le maximum d'intensité à un pixel donné lorsque l'échantillon est balayé pas à pas à travers les franges d'interférences. L'opération est effectuée simultanément sur l'ensemble des pixels de l'image afin d'obtenir la structure tridimensionnelle de l'échantillon. La méthode étant basée sur la mesure de la position de la frange centrale d'ordre zéro et non sur la mesure de la phase de l'onde lumineuse, la

résolution axiale est nettement inférieure aux méthodes de « phase shifting ». Celle-ci peut néanmoins être améliorée en diminuant le pas d'échantillonnage du piézoélectrique, mais implique en contrepartie une plus grande quantité d'images à traiter et donc un temps de traitement plus important.



Figure 1-1 Principe de la technique PFSM : identification du plan sonde virtuel par traitement d'image.

L'algorithme de la PFSM est ainsi basé sur la comparaison des valeurs d'intensité d'un même pixel entre deux images acquises à deux positions différentes selon l'axe Z. Cette méthode est bien adaptée pour la mesure en temps réel de structures de quelques microns à plusieurs dizaines de microns de hauteur.

1.1.2.2.2 Technique FSA

La technique FSA (« Five Sample Adaptative non linear algorithm ») est une technique développée par Larkin en 1996 (Larkin, 1996) qui permet de détecter l'enveloppe des franges en se basant sur l'approximation de Hilbert. Contrairement aux autres méthodes décrites, cette technique s'inspire des algorithmes de mesure de phase mais est dédiée à la détection de l'enveloppe du signal. L'algorithme proposé par Larkin est une extension de la technique de mesure de phase à cinq sauts (Hariharan et al., 1987). Elle permet d'obtenir, à partir de cinq images successives déphasées de 90°, la visibilité (ou modulation) des franges d'interférences. La formule permettant de récupérer la valeur de modulation M du signal à une position z est :

$$M = C\sqrt{(I_2 - I_4)^2 - (I_1 - I_3)(I_3 - I_5)}$$
(1.6)

avec C une constante de normalisation. La modulation est donc déterminée à partir d'une fenêtre glissante de 5 images consécutives, l'opération étant réitérée jusqu'à obtenir l'enveloppe complète du signal interférométrique à chaque pixel (figure 1-2). La dernière étape consiste à déterminer la position du pic de cette fonction de modulation, dont la méthode et la formule sont également présentées dans la référence (Larkin, 1996). Comparée à la méthode PFSM où la fréquence d'échantillonnage du signal interférométrique est un paramètre libre, celle-ci est un paramètre fixe dans le cas de la technique FSA. Cela est dû à la nécessité d'obtenir un déphasage constant de 90° entre deux images successives. Ainsi, le pas de balayage du piézoélectrique est égal à $\lambda/8$. D'autres moyens ont été imaginés afin d'accroître la résolution axiale, comme l'utilisation d'une interpolation des points de l'enveloppe par la méthode des moindres carrés. Ces techniques d'interpolation ont notamment été

étudiées et développées par l'équipe IPP, puis implémentées dans le programme de traitement (Montgomery et al., 2013c).



Figure 1-2 Algorithme FSA de Larkin. (a) Acquisition successive des images I₁, I₂, I₃, I₄ et I₅ déphasées de 90°. (b) Mesure de la modulation à chaque position z permettant d'extraire l'enveloppe du signal.

1.1.2.2.3 Technique de démodulation d'amplitude

Tout comme la méthode FSA, la technique de démodulation d'amplitude permet d'obtenir l'enveloppe du signal interférométrique (Lee and Strand, 1990). Dans cet algorithme de détection, les données interférométriques sont traitées comme celles d'un signal radio modulé en amplitude. L'extraction de l'enveloppe est alors réalisée à l'aide de méthodes de filtrages. Ce procédé fut proposé pour la première fois par Caber en 1993 (Caber, 1993). Afin d'arriver à la position du pic de l'enveloppe, quatre étapes sont nécessaires :

- Il faut centrer l'enveloppe de modulation du signal sur zéro. Cela consiste à soustraire au signal un « offset » qui correspond à sa valeur moyenne (figure 1-3(b)).
- Il faut élever au carré le signal afin de doubler sa fréquence et d'avoir uniquement des valeurs positives (figure 1-3(c)).
- Il faut appliquer un filtre passe bas afin d'extraire l'enveloppe des franges d'interférences (figure 1-3(d)).
- Il faut détecter le pic de l'enveloppe (figure 1-3(d)).

Ces opérations sont répétées sur chaque point de l'image acquise par la caméra afin de générer une image tridimensionnelle de la surface à mesurer. Nous verrons dans la partie 1.1.3 que ces algorithmes sont également utilisés dans le cas d'étude d'échantillons transparents et permettent alors de faire de l'imagerie tomographique.



Figure 1-3 Etapes de la technique de démodulation. (a) Franges d'interférences selon un pixel. (b) Soustraction de la moyenne. (c) Redressement des valeurs négatives. (d) Filtrage passe bas et détection du pic.

1.1.2.2.4 Technique par transformée de Fourier rapide (FFT)

Une autre technique couramment utilisée dans le domaine de la microscopie interférométrique en lumière blanche pour la mesure de rugosité et de topographie de surface est la technique basée sur la transformée de Fourier rapide des données interférométriques (Groot and Deck, 1993, 1995). Cette méthode est notamment employée dans les microscopes de marque Zygo. Contrairement aux autres algorithmes décrits, celui-ci permet d'obtenir les informations topographiques de l'échantillon en travaillant entièrement dans le domaine fréquentiel. Le principe de l'algorithme est lié au fait que l'interférogramme en lumière blanche résulte de la superposition d'une multitude d'interférogrammes de différentes fréquences spatiales :

$$I_{\upsilon} = 1 + \cos(\phi_{\upsilon}) \tag{1.7}$$

Après avoir acquis les interférogrammes sur l'ensemble du champ, une transformée de Fourier rapide est appliquée permettant d'extraire une série de coefficients de Fourier des phases ϕ_v associés aux fréquences spatiales K_v des différents interférogrammes monochromatique :

$$\phi_{\nu} = hK_{\nu} \tag{1.8}$$

avec *h* la hauteur de la surface. On remarque facilement qu'une estimation de cette hauteur est donnée par la pente de la phase :

$$h_c = \frac{d\phi}{dK} \tag{1.9}$$

11
où l'évolution de la phase est obtenue par un ajustement linéaire au sens des moindres carrés des valeurs discrètes (ϕ_v , K_v), pour lesquelles l'amplitude de Fourier est maximale comme illustrée sur la figure 1-4. Ce même ajustement linéaire fourni une valeur moyenne de la phase à la fréquence centrale K_0 , noté θ .

$$\theta = hK_0 \tag{1.10}$$

La valeur de la hauteur finale est finalement calculée à l'aide de la formule suivante (de Groot handbook of optical metrology) :

$$h = \frac{\theta}{K_0} + \frac{2\pi}{K_0} round\left(\frac{A - \langle A \rangle}{2\pi}\right) \quad \text{et} \quad A = \theta - K_0 h_c \tag{1.11}$$

où round(a) est la fonction qui donne en sortie la valeur entière la plus proche de a et () l'opérateur qui calcule la moyenne.



Figure 1-4 Illustration de la méthode de mesure dans le domaine fréquentiel. L'amplitude et la phase de la TF d'un signal interférométrique sont représentées en fonction de la fréquence spatiale des franges (de Groot, 2015).

1.1.3 Vers la mesure d'échantillons transparents

Dans la partie précédente, nous avons vu l'intérêt de la microscopie interférométrique pour reconstruire la surface d'un objet en 3D. Dans le cas d'échantillons transparents, on note la présence de plusieurs paquets de franges le long de l'axe optique qui sont produits par les interfaces et les structures internes de l'échantillon (figure 1-5). Ces franges apparaissent dès lors qu'il existe une variation de l'indice de réfraction. L'analyse de ces signaux de franges peut conduire à des mesures d'épaisseurs à haute résolution ou bien à une analyse tomographique de l'échantillon.



Figure 1-5 Représentation schématique des interférogrammes dans un échantillon transparent.

1.1.3.1 Utilisation pour la mesure d'épaisseur

L'usage de l'interférométrie en lumière blanche pour effectuer des caractérisations de couches transparentes s'est très fortement accru ces dernières années. En effet, dû à son caractère non invasif et à la possibilité de mesurer des couches à la fois épaisses (plusieurs microns) et fines (centaines de nanomètres), cette technique s'est avérée très utile dans toutes sortes de domaines et notamment dans celui des matériaux et de la microélectronique. Les méthodes présentées permettent ainsi d'établir une cartographie plein champ de l'épaisseur de la couche.

1.1.3.1.1 Films épais

Pour la mesure de couches épaisses, le principe du calcul repose sur la distance optique qui sépare les interférogrammes provenant des réflexions de la lumière sur la face avant et arrière de la couche (Halter et al., 2010; Pecheva et al., 2007). La séparation des pics des signaux fournit le produit ne, où n représente l'indice de réfraction de la couche et e l'épaisseur. Pour extraire la valeur de l'épaisseur, il est donc nécessaire de connaître l'indice de la couche. Cette méthode est néanmoins limitée aux cas où les signaux interférométriques ne se recouvrent pas. En effet, à partir d'une certaine épaisseur minimale où la différenciation des pics de chaque enveloppe est impossible, la méthode devient inutilisable. L'épaisseur minimale mesurable est reliée à la résolution axiale du système interférométrique, qui est un critère permettant de définir la distance minimale entre deux objets pouvant être distingués indépendamment le long de l'axe Z (~ séparation des signaux d'interférences). La précision des mesures est quant à elle fixée par l'algorithme de détection utilisé pour extraire les enveloppes des franges.



Figure 1-6 Signal interférométrique typique d'une couche transparente épaisse où la différenciation des pics de chaque enveloppe est aisée. Δz est égal au produit ne.

1.1.3.1.2 Films fins

Lorsque l'épaisseur des couches diminue, généralement inférieure à 1 micron jusqu'à environ 100 nanomètres, d'autres méthodes sont utilisées. La plupart de celles-ci travaillent dans le domaine fréquentiel et utilisent les informations fournies par la transformée de Fourier des interférogrammes. Soit R le coefficient de réflexion total de la couche qui est défini par :

$$R = \frac{r_{01} + r_{12} \exp(-j2kdn\cos\theta)}{1 + r_{01}r_{12} \exp(j2kdn\cos\theta)}$$
(1.12)

avec r_{01} et r_{02} les coefficients de réflexion de Fresnel des faces avant et arrière de la couche, k le nombre d'onde, n l'indice de réfraction de la couche, d l'épaisseur du film et θ l'angle de propagation de l'onde incidente (Born and Wolf, 2013).

En écrivant le terme d'interférences résultant de l'interaction entre la lumière réfléchie par le film fin et par le miroir de référence, puis en lui appliquant une transformée de Fourier (TF), on peut calculer le module et la phase de la TF qui contiennent tous les deux l'information sur l'épaisseur du film. Ainsi, on note dans la littérature, différents travaux destinés à mesurer l'épaisseur d'un film fin et qui utilisent soit l'amplitude de Fourier (module) (Li et al., 2012a; Wan, 2009), soit la phase (Kim and Kim, 2003). Dans les deux cas, la procédure utilisée pour obtenir l'épaisseur repose sur la minimisation d'une fonction d'erreur χ . Les méthodes étant similaires, nous détaillons sommairement celle liée à la phase spectrale. Après avoir appliqué une TF au signal interférométrique, on obtient la distribution de phase suivante (Kim and Kim, 1999) :

$$\Phi^t(k,h,d) = 2hk + \psi(k,d) \tag{1.13}$$

où le terme 2hk représente la phase liée à la différence de chemin optique entre le miroir de référence et la surface de l'échantillon et ψ le terme de phase non linéaire dû aux multiples réflexions de la lumière à l'intérieur du film.

$$\psi(k,d) = \angle R = \arctan\left(\frac{b}{a}\right) \quad \text{avec} \quad R = a + jb \quad (1.14)$$

L'épaisseur *d* est ensuite déterminée en trouvant la valeur qui minimise la fonction d'erreur χ (Eq. 1.15). L'ajustement de la valeur est réalisé à l'aide d'un algorithme des moindres carrés non linéaire.

$$\chi(d) = \int_{k} \left[\psi^{m}(k) - \psi^{t}(k,d) \right]^{2} dk \qquad (1.15)$$

Que la fonction d'erreur concerne la phase non linéaire ou bien l'amplitude de réflexion spectrale, il n'existe pas une seule solution car plusieurs minimas locaux existent généralement (Kim and Kim, 1999; Li et al., 2012a). Afin de converger rapidement vers le minimum global, il est donc nécessaire de faire une estimation assez précise sur la valeur initiale de l'épaisseur. Dans ce sens, différentes recherches ont été réalisées afin d'obtenir avec la plus grande rapidité une estimation initiale précise de l'épaisseur. On trouve des méthodes basées sur la fréquence de variation de la phase non linéaire (Guo et al., 2016), sur la visibilité globale du signal spectral (Guo et al., 2016) ou sur une approche de type réflectométrie (Jo et al., 2014).

Il est donc possible, à partir de la phase spectrale non linéaire ou de l'amplitude spectrale, de remonter à une mesure précise de l'épaisseur d'une couche variant entre la centaine de nanomètres à plusieurs microns. Chacune des techniques possède une sensibilité de mesure qui dépend de l'épaisseur du film, de l'indice de réfraction, de l'ouverture numérique de l'objectif et de l'étendue spectrale de la lumière incidente. La variation de sensibilité de chaque méthode par rapport à chacun de ces paramètres a été étudiée et a montré qu'en combinant ces deux approches il serait possible d'améliorer la sensibilité de mesure (Dong and Lu, 2012). Indépendamment l'une de l'autre, l'étude de la phase ou du module de la TF permet d'obtenir une précision de mesure de l'ordre du nanomètre par comparaison aux données du fabricant ou aux résultats ellipsométriques (Li et al., 2012a).

1.1.3.2 Utilisation pour la tomographie

L'utilisation des signaux interférométriques pour faire de l'imagerie tomographique sera nettement détaillée dans la partie suivante. Nous verrons que les images tomographiques sont obtenues, de manière semblable que la topographie d'un objet, par extraction des enveloppes des signaux interférométriques.

1.2 La Tomographie par Cohérence Optique

1.2.1 Expression théorique, OCT temporelle et fréquentielle

La tomographie par cohérence optique est une technique d'imagerie non invasive, inventée par des chercheurs du Massachusetts Institute of Technology (USA) au début des années 1990. Elle repose sur le principe de l'interférométrie en lumière faiblement cohérente. L'OCT permet de produire de manière non invasive des images en coupes à haute résolution, appelées images tomographiques, d'échantillons transparents (Fujimoto, 2001). Un schéma de principe est donné en figure 1-7. Une source spectralement étendue (en général une source de lumière blanche) émet un faisceau lumineux qui est divisé par une lame séparatrice et dont les résultantes sont transmises dans chaque bras de l'interféromètre. Après réflexion sur le miroir de référence et sur l'échantillon étudié, les fronts d'ondes se recombinent et interfèrent ensemble avant d'être envoyés vers le détecteur (capteur CCD). En déplaçant le miroir ou bien l'échantillon d'une distance z, un déphasage est introduit entre les deux fronts d'ondes (la distance z = 0 correspondant à un déphasage nul). Dans le cas d'une source purement monochromatique, il en résulte un interférogramme qui varie sinusoïdalement, avec un contraste constant dû à la longueur de cohérence temporelle de la source qui est quasiment infinie. La longueur de cohérence temporelle est liée à la fois à la longueur d'onde centrale d'illumination et à la largeur spectrale de la source (Dubois et al., 2004) :

$$l_C = \frac{4\ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \tag{1.16}$$

Dans le cas d'une illumination par une source de lumière blanche, l'interférogramme final est obtenu par sommation des interférences à chaque longueur d'onde. Les interférogrammes donnés par chaque longueur d'onde interfèrent tous constructivement en z = 0, mais se brouillent rapidement lorsque la distance z augmente. Lorsque la différence de marche introduite devient supérieure à la longueur de cohérence temporelle de la source, les ondes n'interfèrent plus et le contraste des franges diminue jusqu'à devenir nul. Comme nous le verrons, la résolution axiale d'un tel système est déterminée par la largeur à mi-hauteur de l'interférogramme et est donc liée à l'étendue spectrale de la source.



Figure 1-7 (a) Schéma de principe de la tomographie par cohérence optique. (b) Signal interférométrique classique obtenu avec une source large bande.

Nous allons maintenant développer mathématiquement l'expression théorique du signal d'interférences, en nous plaçant dans le cadre du modèle scalaire de la lumière et en supposant que les différents faisceaux mis en jeu puissent être décrits en tant qu'ondes planes.

Soit $E(\omega, t)$ l'onde plane émise par la source de lumière. Cette onde plane se propage le long de l'axe optique à la fréquence $v = 2\pi/\omega$.

$$E(\omega,t,z) = s(\omega)\exp[j(\omega t - kz)] = s(\omega)\exp(j\omega t)\exp(-j\varphi_0)$$
(1.17)

où $k = \omega/c = 2\pi/\lambda$ est le vecteur d'onde, $s(\omega)$ l'amplitude de la source à la pulsation ω et $\varphi_0 = \vec{k} \cdot \vec{r}$ la phase de l'onde plane. Après la séparation de l'onde, la propagation dans les deux bras de l'interféromètre puis la réflexion sur le miroir de référence et sur la surface de l'échantillon, on obtient deux nouvelles ondes $E_1(\omega, t)$ et $E_2(\omega, t)$.

$$E_{1}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{ref}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{1}(\omega,z)]$$

$$E_{2}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{e}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{2}(\omega,z)]$$
(1.18)

avec r_{ref} et r_e les coefficients de réflexion en amplitude du miroir de référence et de l'échantillon. Suite à l'approximation scalaire, les états de polarisations des différents champs électriques ne sont pas pris en compte : nous supposons que les vibrations sont parallèles.

Le champ électrique résultant de la superposition de ces deux ondes est égal à la somme des champs E_1 et E_2 . Les détecteurs utilisés sont des récepteurs quadratiques et sont donc sensibles à la valeur moyenne $\langle (E_1 + E_2)^2 \rangle_t$ du champ résultant. On obtiendra alors au niveau de la caméra (plan d'observation) l'intensité résultante de l'interférence entre ces deux champs.

$$I(\omega, z) = |E_{1}(\omega, t, z) + E_{2}(\omega, t, z)|^{2}$$

$$I(\omega, z) = |\exp(j\omega t)|^{2} |E_{1}(\omega, z) + E_{2}(\omega, z)|^{2}$$

$$I(\omega, z) = E_{1}(\omega, z) E_{1}^{*}(\omega, z) + E_{2}(\omega, z) E_{2}^{*}(\omega, z) + 2\operatorname{Re}\left[E_{1}(\omega, z) E_{2}^{*}(\omega, z)\right]$$

$$I(\omega, z) = \frac{|s(\omega)|^{2}}{4} \left\{ |r_{ref}(\omega)|^{2} + |r_{e}(\omega)|^{2} + 2\operatorname{Re}\left[r_{ref}(\omega)r_{e}^{*}(\omega)\exp[j\Delta\varphi(\omega, z)]\right] \right\}$$

$$(1.19)$$

En notant $R_{ref} = |r_{ref}|^2 = ||r_{ref}| \exp(j\phi_{ref})|^2$ et $R_e = |r_e|^2 = ||r_e| \exp(j\phi_e)|^2$ les coefficients de réflexion en intensité, $S(\omega) = |s(\omega)|^2$ la densité spectrale de puissance de la source, $\Delta \varphi(\omega, z) = \varphi_1(\omega, z) - \varphi_2(\omega, z)$ le déphasage entre les ondes de référence et objet et $\phi = \phi_{ref} - \phi_e$ le déphasage à la réflexion, on obtient alors :

$$I(\omega, z) = \frac{1}{4} \left[R_{ref}(\omega) + R_e(\omega) \right] S(\omega) + \frac{1}{2} S(\omega) \sqrt{R_{ref}(\omega)} \sqrt{R_e(\omega)} \cos\left[\Delta\varphi(\omega, z) + \phi\right]$$
(1.20)

Le fait que les deux ondes qui interfèrent soient issues de la même source implique que le déphasage $\Delta \varphi$ n'est pas aléatoire. Ainsi, en tout point de l'espace d'interférences, la différence de phase est indépendante du temps et est uniquement reliée à la différence de chemin optique des deux ondes. Pour le cas monochromatique, on retrouve bien une oscillation de l'intensité purement sinusoïdale. Toutefois, dans le cas d'une illumination par une source de lumière blanche, il faut prendre en compte la contribution de toutes les radiations présentes dans le spectre. Le signal d'interférences s'obtient donc en sommant l'intensité obtenue à chaque longueur d'onde :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \frac{S(\omega)}{2} \left[\frac{1}{2} \left(R_{ref}(\omega) + R_{e}(\omega) \right) + \sqrt{R_{ref}(\omega)} \sqrt{R_{e}(\omega)} \cos[\Delta\varphi(\omega, z) + \phi] \right] d\omega \quad (1.21)$$

Implémentation des systèmes OCT

L'imagerie par OCT repose sur la détection et l'extraction des enveloppes des signaux d'interférences. Ces signaux interférométriques existent dès lors qu'il existe une variation d'indice optique dans le milieu étudié. La détection d'un signal révèle ainsi la présence d'une structure à une profondeur donnée. L'extraction des enveloppes de ces interférogrammes permet donc d'obtenir une image d'intensité de l'échantillon en fonction de la profondeur z. Au cours des années, divers algorithmes destinés à la détection et à l'extraction d'enveloppe ont été développés et sont présentés pour la plupart dans la partie 1.1.2.2. Selon le mode d'acquisition du signal interférométrique et le post traitement appliqué, on distingue l'OCT relevant du domaine temporel (TD-OCT pour « Time Domain Optical Coherence Tomography ») de l'OCT relevant du domaine fréquentiel (FD-OCT pour « Frequency/Fourier Domain Optical Coherence Tomography »).

OCT dans le domaine temporel (TD-OCT « Time Domain OCT »)

L'OCT dans le domaine temporel a été le premier mode d'acquisition proposé (Huang et al., 1991) : il s'agit de la technique OCT traditionnelle. Le schéma standard du montage TD-OCT est montré en figure 1-8. Celui-ci est basé sur une sonde ponctuelle avec un système fibré. Dans un tel dispositif,

comme son nom l'indique, le signal interférométrique est acquis dans le domaine temporel par balayage du miroir de référence. Une fois la profondeur de l'échantillon entièrement sondée, la détection des enveloppes est réalisée numériquement, permettant de révéler la composition structurelle de l'échantillon. Afin de caractériser l'échantillon dans l'ensemble du plan, il est nécessaire de balayer le faisceau selon les directions X et Y. Ce balayage est couramment effectué à l'aide d'un miroir orientable. L'image tomographique acquise correspond donc à une coupe XZ ou YZ de l'échantillon (aussi appelée « B-scan » ou image transverse). Ce mode d'acquisition présente néanmoins deux inconvénients lorsque l'on cherche à sonder le volume entier de l'échantillon. D'une part, il est nécessaire d'effectuer un balayage axial du miroir de référence pour récupérer l'information de profondeur. D'autre part, puisqu'il s'agit d'une mesure ponctuelle, il est nécessaire de balayer le faisceau d'illumination en x et y pour couvrir l'ensemble du champ.



Figure 1-8 Principe de la tomographie par cohérence optique dans le domaine temporel (TD-OCT).

↓ OCT dans le domaine fréquentiel (FD-OCT « Frequency Domain OCT »)

Tandis qu'en TD-OCT le signal est acquis dans le domaine temporel, en FD-OCT l'enregistrement s'effectue dans le domaine fréquentiel. Il a été montré que l'information de profondeur est également codée dans les fréquences de modulation du spectre du signal rétrodiffusé (Fercher et al., 1995; Leitgeb et al., 2004). La distribution axiale des structures dans l'échantillon est simplement obtenue par une transformée de Fourier du spectre mesuré.



Figure 1-9 Principe de la tomographie par cohérence optique dans le domaine fréquentiel (FD-OCT).

Ainsi, le profil axial de l'échantillon est déterminé à partir de la transformée de Fourier du spectre du signal d'interférences (figure 1-9). L'acquisition ne s'effectue donc plus en fonction du temps mais en fonction de la fréquence (ou longueur d'onde). Cela permet de s'affranchir du balayage axial du miroir de référence et conduit ainsi à un gain de temps considérable. Il est cependant toujours nécessaire de déplacer transversalement le faisceau (selon x et y) afin d'imager l'échantillon dans son ensemble. Le spectre d'amplitude du signal rétrodiffusé est obtenu soit à l'aide d'un spectromètre (SD-OCT), soit par l'utilisation d'une source de faible largeur spectrale accordable en longueur d'onde (SS-OCT).

Dans la configuration appelée SD-OCT, pour « Spectral Domain Optical Coherence Tomography », une source avec une large bande spectrale est utilisée et le spectre du signal interférométrique est acquis à l'aide d'un spectromètre. La distribution axiale des structures de l'échantillon est ensuite obtenue par transformée de Fourier du spectre modulé. Tandis qu'en SD-OCT le spectre est acquis simultanément pour toutes les longueurs d'ondes, avec les montages munis d'une source accordable en longueur d'onde (SS-OCT pour « Swept Source Optical Coherence Tomography »), l'enregistrement s'effectue séquentiellement. En effet, pendant le balayage de la longueur d'onde d'illumination, un simple détecteur est utilisé en sortie de l'interféromètre pour l'acquisition du spectre (Chinn et al., 1997).

En s'affranchissant du déplacement mécanique du miroir de référence, la technique FD-OCT est notablement plus rapide que la TD-OCT et permet ainsi de réaliser beaucoup plus de mesures à temps d'acquisition équivalent. Cette caractéristique en a fait une technique d'imagerie particulièrement adaptée à l'analyse *in vivo*. On note par exemple son utilisation pour l'imagerie de l'œsophage *in vivo* (Ughi et al., 2016). De plus, la sensibilité de détection est généralement supérieure sur les systèmes FD-OCT car, contrairement aux montages TD-OCT, le rapport signal à bruit (SNR) ne dépend pas de la longueur de cohérence de la source : cela permet d'atteindre de grandes sensibilités de détection tout en conservant une bonne résolution axiale (de Boer et al., 2003; Choma et al., 2003; Leitgeb et al., 2003).

Extension des systèmes

Depuis leur création, les technologies OCT ont connu un fort succès, ayant pour conséquence le développement et la diversification des montages. Dans le cadre des applications médicales notamment, la nécessité de réaliser des caractérisations fonctionnelles des entités biologiques a conduit à optimiser les performances des systèmes OCT. C'est pourquoi de nouvelles techniques OCT ont été élaborées ces dernières années, couplant le dispositif d'imagerie OCT classique à d'autres techniques d'imagerie. Parmi ces nouveaux systèmes OCT, dits OCT fonctionnelles, on peut citer l'OCT en lumière polarisée (Polarization-sensitive OCT) (Fercher et al., 2003; Tomlins and Wang, 2005), l'OCT Doppler, l'OCT quantique (Quantum OCT) ou l'OCT spectroscopique (S-OCT) (Morgner et al., 2000) qui sera largement développée dans la partie 1.2.2.

1.2.2 OCT plein champ

1.2.2.1 Principe et configurations

Les systèmes OCT décrits précédemment (temporel et fréquentiel) permettent d'acquérir les images tomographiques dans le plan XZ en balayant le faisceau d'illumination dans une direction transverse donnée. Des optiques à petites ouvertures numériques sont couramment utilisées pour avoir une grande profondeur de champ, souvent égale à la longueur axiale de l'image. En effet, dans ces systèmes, la profondeur de champ doit être du même ordre de grandeur que la profondeur de pénétration souhaitée car seule la référence est translatée. Les signaux venant de profondeurs plus grandes que la profondeur de champ sont totalement atténués. De ce fait, la résolution transverse est limitée (les systèmes OCT obéissent au critère de Rayleigh).

La tomographie par cohérence optique plein champ (FF-OCT « Full-Field OCT ») a été conçue pour réaliser des images tomographiques dans le plan transverse XY, dites *images en face*, sans nécessité de balayage latéral (Beaurepaire et al., 1998; Dubois et al., 2002). On s'affranchit ainsi des scans X et Y mais il est nécessaire de balayer soit l'objectif, soit l'échantillon suivant l'axe Z afin d'en analyser la profondeur. Ainsi, la focalisation sur l'échantillon s'effectue de façon dynamique durant l'acquisition et permet donc l'utilisation de grandes ouvertures numériques ayant une faible profondeur de champ. L'ensemble du champ est éclairé par une source de faible cohérence spatiale et temporelle (en général une source de lumière blanche). Le signal interférométrique est alors détecté dans tout un plan de l'échantillon à une profondeur donnée et donne lieu à une image interférométrique XY. Les images tomographiques sont obtenues à partir d'un traitement 2D de ces images interférométriques. Deux méthodes de traitement différentes sont présentées dans la partie suivante, dont celle employée par l'équipe IPP. Des objectifs à grandes ouvertures numériques peuvent être utilisés : c'est pourquoi un dispositif OCT plein champ présente souvent une résolution transverse de 10 à 20 fois meilleure que les dispositifs classiques d'OCT temporelle et fréquentielle. En déplaçant l'échantillon pas à pas dans la direction axiale, on peut acquérir une pile d'images tomographiques. Une fois l'ensemble des données 3D enregistré, des coupes de différentes géométries peuvent être extraites. Une image en volume (3D) peut également être calculée et permet d'observer l'échantillon sous différents angles.

Trois configurations sont envisageables en OCT plein champ, chacune d'entre elles possédant des avantages et des inconvénients.



Figure 1-10 Configurations envisageables en OCT plein champ.

Dans la configuration Michelson, un seul objectif est utilisé. Un cube séparateur, placé en aval, permet de séparer la lumière dans les deux bras (échantillon et référence), puis de la recombiner après réflexion pour obtenir des interférences. Ce dispositif a l'avantage d'être très compact et donc très stable mécaniquement. Cependant, la distance de travail devant être suffisamment grande pour garantir une focalisation du faisceau en dehors du cube séparateur, il est nécessaire d'utiliser une ouverture numérique relativement faible. La résolution transverse est donc limitée. Dans cette configuration, c'est en général le point de focalisation qui est balayé par déplacement du dispositif interférométrique.

Dans la configuration Mirau, une lame séparatrice est utilisée à la place d'un cube séparateur. Le miroir de référence est placé à une position symétrique du point de focalisation par rapport à la lame séparatrice. Du fait de la grande finesse de la lame comparée à celle du cube, les aberrations sphériques introduites sont négligeables. Des objectifs à plus grandes ouvertures numériques peuvent aussi être utilisés, d'où une amélioration de la résolution transverse. Cependant, il existe deux inconvénients majeurs dans cette configuration. La position du miroir de référence, qui obstrue la zone centrale de l'ouverture de l'objectif, diminue considérablement la quantité de lumière parvenant à l'échantillon, ainsi que le flux réfléchi collecté par l'objectif. Il est également difficile d'adapter l'objectif à l'utilisation en immersion. Cela est particulièrement gênant pour l'étude de milieux dispersifs.

Dans la configuration Linnik, deux objectifs identiques, placés dans chaque bras de l'interféromètre à la suite du cube séparateur, sont utilisés pour former respectivement l'image de l'échantillon et du miroir de référence sur le détecteur. Du fait de leur position, les objectifs peuvent être amenés au plus proche de l'échantillon et du miroir de référence, ce qui autorise l'utilisation de grandes ouvertures numériques. Des objectifs à immersion peuvent être utilisés, permettant de compenser les éventuelles disparités de dispersion entre les deux bras. Contrairement aux systèmes Mirau et Michelson où l'ensemble du dispositif interférométrique est assemblé dans le même bloc (les deux bras se situent à l'intérieur même de l'objectif), dans la configuration Linnik, les deux bras de l'interféromètre sont indépendants. Ils permettent ainsi de régler totalement indépendamment la focalisation du faisceau et

la différence de marche introduite. Cette disposition est donc davantage disposée à des expériences de recherche, car elle possède plus de paramètres de réglages et permet un accès plus facile aux éléments constituant le dispositif interférométrique. Cependant, elle est de ce fait moins résistante aux vibrations mécaniques. C'est la configuration la plus difficile à mettre en œuvre au niveau instrumental. Nous détaillerons dans le chapitre 2 le développement d'un tel système sur une table optique.

1.2.2.2 Calcul des images tomographiques

1.2.2.2.1 Méthode à décalage de phase

En OCT plein champ à décalage de phase, l'image tomographique XY à une position Z donnée est obtenue en traitant plusieurs images interférométriques déphasées, situées à cette même position Z, à l'aide d'un algorithme à décalage de phase. Le nombre d'images interférométriques utilisé varie généralement de deux à sept et dépend de l'algorithme choisi. Soit I(x, y) l'intensité lumineuse de l'image interférométrique à une position Z donnée :

$$I(x,y) \propto \sum_{\lambda} S(\lambda) \left[R_{ref}(\lambda) + R_{coh}(x,y;\lambda) + 2\sqrt{R_{ref}(\lambda)R_{coh}(x,y;\lambda)} \cos[\Delta\varphi(x,y;\lambda)] \right]$$
(1.22)

Les pertes dues aux réflexions parasites sur les différentes optiques du système sont négligées. La proportion de lumière incohérente (la lumière réfléchie captée par la caméra qui n'interfère pas) n'est pas prise en compte.

L'information nécessaire pour extraire l'image tomographique est contenue dans le terme de visibilité. Elle est donc reliée à la proportion de lumière cohérente captée par la caméra qui est réfléchie par l'échantillon : $R_{coh}(x, y)$. L'extraction de ce terme de l'image interférométrique est réalisée par une méthode à décalage de phase. Dans l'une des configurations possibles, le décalage de phase est réalisé grâce à un transducteur piézoélectrique qui génère une oscillation sinusoïdale du miroir de référence, permettant de ce fait d'introduire une modulation sinusoïdale de la phase. L'expression de la phase se réécrit alors :

$$\Phi = \Delta \varphi(x, y; \lambda) + \psi \sin(2\pi ft)$$
(1.23)

avec ψ l'amplitude de modulation et f la fréquence d'oscillation du piézoélectrique. La caméra est synchronisée avec le déplacement du piézoélectrique de telle sorte que le nombre d'images interférométriques requis par l'algorithme soit acquis sur une période d'oscillation du miroir. En associant les différentes images interférométriques ainsi déphasées, de manière similaire à l'Eq. 1.3, il est possible d'obtenir le terme de visibilité γ à chaque pixel (x, y), correspondant à l'image tomographique recherchée. Cependant, on note dans certains cas, notamment pour les algorithmes utilisant uniquement deux images interférométriques, des franges d'interférences résiduelles sur les images tomographiques. Celles-ci sont dues au fait que la modulation de l'enveloppe par les franges n'est pas entièrement éliminée (Dubois et al., 2004).

1.2.2.2.2 Démodulation 2D

La technique de démodulation 2D est un algorithme original développé au sein de l'équipe IPP (Montgomery et al., 2012) qui est basé sur la technique de Caber présentée précédemment. Celui-ci est étendu au cas bidimensionnel afin de générer des coupes tomographiques d'un échantillon transparent. Pour rappel, la méthode de Caber permet de traiter un signal 1D correspondant à un point du détecteur. L'algorithme développé repose sur le traitement d'un ensemble d'images extraites de la pile d'images interférométriques (XYZ). Contrairement à la technique d'OCT plein champ à décalage de phase, où les images tomographiques XY sont obtenues à partir d'un traitement des images interférométriques dans le plan XY, l'algorithme de démodulation 2D est appliqué sur les images de la matrice (XZY) obtenu après rotation de 90° de la matrice initiale. Le principe de la démodulation 2D est réparti en quatre étapes :

- une rotation de la pile (XYZ) de 90° pour obtenir des images interférométriques dans le plan XZ pour différentes positions Y.
- une soustraction d'un « offset » à chaque image XZ correspondant à l'intensité en niveau de gris de l'arrière-plan de l'image. Ces « offsets » sont obtenus en appliquant à chaque image XZ un filtre passe-bas très large en Z.
- une fonction « carré » est appliquée à chaque image pour ne conserver que des valeurs positives et pour doubler la fréquence spatiale des franges.
- un filtre passe-bas est utilisé pour extraire l'enveloppe des franges d'interférences. Les images tomographiques XZ résultantes dévoilent l'enveloppe du signal.

Afin d'obtenir les images tomographiques XY, une simple rotation de la pile (XZY) est nécessaire. Un exemple de ces différentes étapes de traitement est présenté dans le chapitre suivant, ainsi que les images résultantes pour l'étude d'un film de polymère de Mylar.

1.2.2.3 Développement théorique du signal d'interférences pour un microscope interférentiel

Dans un système d'OCT plein champ, l'échantillon n'est pas uniquement éclairé par un faisceau lumineux parallèle, mais par une somme d'ondes planes dont les directions d'incidence correspondent aux angles définis par l'ouverture numérique de l'objectif. Certains rayons sont donc convergents et arrivent sur la surface en incidence oblique (figure 1-11). Il est alors nécessaire de reprendre l'expression théorique du signal interférométrique développé précédemment afin de prendre en compte l'ouverture angulaire de l'objectif interférentiel. Nous allons voir que cette ouverture a notamment un impact sur le déphasage introduit, sur l'interfrange (~période du signal) et sur la cohérence spatiale du système.



Figure 1-11 Déphasage entre l'onde réfléchie par l'échantillon et le miroir de référence pour une incidence oblique.

Le déphasage pour une onde plane incidente avec un angle θ et réfléchie par le miroir de référence et la surface de l'échantillon est égal à :

$$\Delta \varphi(z) = \frac{2\pi}{\lambda} 2z \cos \theta = 2kz \cos \theta \tag{1.24}$$

Ainsi, dans le cas où l'éclairage possède un angle d'incidence θ avec l'objet et le miroir de référence, le signal d'interférences s'écrit de la manière suivante (Sheppard and Larkin, 1995) :

$$I(z,\theta) = A_0^2 + A_1^2 + 2A_0A_1\cos(2kz\cos\theta + \phi)$$
(1.25)

avec A_0 et A_1 les amplitudes respectives des ondes après les réflexions sur le miroir de référence et l'échantillon étudié, $\phi = \phi_0 - \phi_1$ le déphasage introduit à la réflexion, $k = 2\pi/\lambda$ le vecteur d'onde et θ l'angle d'incidence. Du fait de cet éclairage en incidence oblique, l'interfrange est modifiée et est donnée par (Biegen, 1989) :

$$i = \frac{\lambda}{2\cos\theta} \tag{1.26}$$

Dans les systèmes interférentiels tels que Michelson, Mirau ou Linnik, l'objet et le miroir de référence sont éclairés par un ensemble de faisceaux convergents contenus dans un cône de lumière. Ainsi, pour le calcul de l'interférogramme, il est nécessaire de prendre en compte la contribution de toutes les ondes présentes dans l'angle solide défini par $\theta = [0, \theta_{max}], \varphi = [0, 2\pi]$ où θ_{max} est relié à l'ON de l'objectif par $ON = \sin(\theta_{max})$. Pour une configuration de Mirau, θ varie entre θ_{min} et θ_{max} où θ_{min} représente l'angle d'obstruction des rayons par le miroir de référence interne. Finalement, le signal d'interférences pour un microscope Linnik est obtenu en sommant sur l'ensemble de l'ouverture angulaire de l'objectif (on ne considère que le terme oscillant) :

$$I(z) = 2 \int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\theta_{\text{max}}} A_0 A_1 \cos[2kz\cos\theta + \phi]\cos(\theta)\sin(\theta)d\theta d\phi$$

$$I(z) = 4\pi \int_{0}^{\theta_{\text{max}}} A_0 A_1 \cos[2kz\cos\theta + \phi]\cos(\theta)\sin(\theta)d\theta$$
(1.27)

En utilisant la convention d'écriture du paragraphe 1.2.1 et en prenant en compte la distribution spectrale de la source, nous avons :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \int_{0}^{+\infty} \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)R_e(\lambda)} \cos[2kz\cos\theta + \phi]\cos(\theta)\sin(\theta)d\theta d\lambda \qquad (1.28)$$

Si l'on suppose que les coefficients de réflexion ne varient que très peu avec l'angle d'incidence, l'intégrale précédente se calcule analytiquement et l'on obtient (Dubois et al., 2000) :

$$I(z) = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)R_e(\lambda)} \left[\frac{\cos(2kz+\phi) - \cos(2kz\cos\theta_{\max}+\phi)}{4k^2 z^2} + \frac{\sin(2kz+\phi) - \cos(\theta_{\max})\sin(2kz\cos\theta_{\max}+\phi)}{2kz} \right]$$
(1.29)

En se plaçant dans le cadre de l'approximation paraxiale, c'est-à-dire pour des petites ON ($\cos(\theta) \sim 1$), l'équation précédente peut se simplifier de la manière suivante :

$$I(z) = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)R_e(\lambda)} \frac{\sin[kz(1-\cos\theta_{\max})]}{kz(1-\cos\theta_{\max})} \cos[kz(1+\cos\theta_{\max})+\phi]$$
(1.30)

Le signal interférométrique est modulé par une fonction sinus cardinal qui dépend des paramètres géométriques de l'objectif. Cette enveloppe en sinus cardinal permet de définir la cohérence spatiale du système pour de petites ON. Le terme en cosinus montre une fois encore que l'espacement des franges augmente avec l'ON et l'interfrange est alors donné par :

$$i = \frac{\lambda}{2} \frac{2}{\left(1 + \cos\theta_{\max}\right)} \tag{1.31}$$

Pour une incidence normale, c'est-à-dire $\theta_{max} = 0$, l'équation se simplifie et l'on retrouve :

$$I(z) = \frac{1}{2}S(\lambda)\sqrt{R_{ref}(\lambda)R_e(\lambda)}\cos(2kz+\phi)$$
(1.32)

L'espacement entre les franges est donc égal à la valeur d'interfrange classique : $i = \frac{\lambda}{2}$.

Dans le paragraphe 1.2.1, nous avons vu que la largeur à mi-hauteur (FWHM « Full Width at Half Maximum ») de l'interférogramme était déterminée par la cohérence temporelle de la source, soit la longueur d'onde centrale d'illumination et la largeur de bande. Lorsque l'on travaille avec des objectifs interférentiels possédant une certaine ON, l'enveloppe de l'interférogramme est également contrôlée par les paramètres géométriques de l'objectif, qui définissent alors le degré de cohérence spatiale du système. En d'autres termes, il s'agit du volume focal à l'intérieur duquel le phénomène d'interférence est possible. Cette enveloppe de cohérence spatiale permet de définir la profondeur de champ du système. En effet, la profondeur de champ D_f^1 dépend de l'ON de l'objectif et est donnée par (Montgomery and Montaner, 1999) :

$$D_f \propto \frac{n\lambda}{ON^2}$$
 (1.33)

¹ Depth of field



Figure 1-12 Comparaison de la profondeur de champ et de la largeur de l'enveloppe pour différentes sources d'illumination et différentes ON. (a) Source blanche $\lambda_{cent} = 750$ nm, ON = 0.25. (b) Source blanche $\lambda_{cent} = 750$ nm, ON = 0.95. (c) Source monochromatique $\lambda = 248$ nm, ON = 0.25. (d) Source monochromatique $\lambda = 248$ nm, ON = 0.95 (Montgomery and Montaner, 1999).

Comme illustré sur les figures 1-12(c) et 1-12(d), la profondeur de champ peut permettre de limiter la largeur de l'enveloppe et donc d'améliorer la résolution axiale, malgré l'utilisation d'une source quasimonochromatique.

1.2.2.4 Performances d'un système FF-OCT

Les performances d'un système OCT sont en général décrites par un jeu de quatre paramètres caractéristiques :

- les résolutions spatiales,
- la sensibilité de détection,
- la profondeur de pénétration,
- la vitesse d'acquisition.

Ces paramètres sont dépendants les uns des autres et il est impossible de les maximiser simultanément.

1.2.2.4.1 Résolutions spatiales

- Résolution latérale

Comme dans tous dispositifs d'imagerie, la résolution latérale est déterminée à partir de la FWHM de la réponse impulsionnelle du système (PSF²). Etant donné que les dispositifs FF-OCT acquièrent les images de la même manière qu'un microscope conventionnel, la résolution latérale est limitée par le phénomène de diffraction. La PSF correspond alors à la tache d'Airy (Eq. 1.34) (Dubois et al., 2002).

$$h(u) = \left[\frac{2J_1(u)}{u}\right]^2, \quad u = \frac{2\pi}{\lambda}rON$$
(1.34)

avec J_1 la fonction de Bessel du premier ordre et de la première espèce. Pour une source spatialement incohérente et selon le critère de Rayleigh, la résolution latérale est environ égale au rayon de la tache d'Airy :

$$\Delta x = \frac{0.61\lambda}{n\sin\alpha} = \frac{0.61\lambda}{ON}$$
(1.35)

L'utilisation d'objectifs à immersion (augmentation de l'indice optique du milieu entre l'objectif et l'échantillon étudié) permet donc, en plus de corriger l'éventuelle dissymétrie de dispersion entre les deux bras de l'interféromètre, d'améliorer la résolution transverse du système. Nous verrons que le degré de cohérence spatiale de l'éclairage (passage d'une illumination incohérente à partiellement cohérente) influe également sur la résolution latérale (Born and Wolf, 1999). La figure 1-13 représente la réponse d'un système optique limité par la diffraction à deux sources ponctuelles, dont le cas limite correspondant à un espacement des deux sources de Δx .



Figure 1-13 Illustration de la résolution latérale d'un système optique limité par la diffraction. (a), (b) et (c) Profils 3D, 2D et 1D de la réponse d'un système optique ($\lambda_0 = 800$ nm, ON = 0,55) à deux points sources espacés d'une distance supérieure à Δx . (d), (e) et (f) Cas de deux points sources exactement espacés de Δx .

² Point Spread Function : Fonction d'étalement du point

Résolution axiale

La résolution axiale, de manière similaire à la résolution latérale, détermine la capacité du système à séparer deux pics du signal (donc deux structures) suivant l'axe Z. Classiquement cette résolution est définie comme la largeur à mi-hauteur de l'enveloppe de l'interférogramme. Dans le cas général la visibilité des franges d'interférences est réglée à la fois par le degré de cohérence temporelle et spatiale du système, de telle sorte que le terme de visibilité V est égal à (Zeylikovich, 2008):

$$V = V_0 |\gamma_{12}(z)| = V_0 |\mu_{12}(z)| |\gamma(z)|$$
(1.36)

Avec $|\mu_{12}|$ le degré de cohérence spatiale entre deux points P_1 et P_2 espacés de z, $|\gamma|$ le degré de cohérence temporelle de la source et $V_0 = \left[2\sqrt{I_1I_2}/(I_1+I_2)\right]$ avec I_1 et I_2 les intensités dans chaque bras de l'interféromètre.

En supposant une source dont le spectre a une forme gaussienne (centrée sur λ_0 et de largeur spectrale $\Delta\lambda$, la fonction $|\gamma|$ peut être calculée analytiquement (Dubois et al., 2002; Oh et al., 2006):

$$|\gamma(z)| = \exp\left(-\frac{n\pi^2}{\ln 2}\frac{\Delta\lambda^2}{\lambda_0^4}z^2\right)$$
(1.37)

Dans la partie précédente, le signal interférométrique a été développé analytiquement dans le cadre de l'approximation paraxiale : cela a permis d'extraire le terme de cohérence spatiale pour des petites ON. Celle-ci n'étant plus valable pour de grandes ouvertures numériques, il est nécessaire de recalculer cette fonction de cohérence. Pour cela, le théorème de Van Cittert-Zernike est utilisé. Il permet, dans le cas d'une source spatialement incohérente, de décrire le degré de cohérence spatiale entre deux points P_1 et P_2 séparés de z et distants de R_1 et R_2 par rapport à un point source (Biegen, 1994; Born and Wolf, 1999).

$$\mu_{12}(z) = \frac{\int_{\Sigma} I(S) \exp[ik(R_1 - R_2)] dS}{\int_{\Sigma} I(S) dS}$$
(1.38)

avec Σ la surface d'émission de la source, S un point source, $R_1 = [SP_1]$ et $R_2 = [SP_2]$. Si nous notons les coordonnées des points considérés comme suit et f la distance focale de l'objectif, alors la fonction se réduit à (annexe A) :

$$\begin{vmatrix} S(x_{S}, y_{S}, 0) \\ P_{1}(0, 0, z_{1}) \\ P_{2}(0, 0, z_{2}) \end{vmatrix} \mu_{12}(z) = \frac{\iint_{\Sigma} I(x_{S}, y_{S}) \exp\left[i\frac{\pi z}{\lambda_{0}f^{2}}\left(x_{S}^{2} + y_{S}^{2}\right)\right] dx_{S} dy_{S}}{\iint_{\Sigma} I(x_{S}, y_{S}) dx_{S} dy_{S}}$$
(1.39)

Finalement, en supposant une source spatialement uniforme qui émet une intensité constante I_0 et qui est limitée par une ouverture circulaire de rayon r_0 , le degré de cohérence spatiale se calcule analytiquement (Zeylikovich, 2008):

$$|\mu_{12}(z)| = \left|\operatorname{sinc}\left(\frac{\pi z O N_{eff}^2 n}{2\lambda_0}\right)\right|$$
(1.40)

avec $ON_{eff}^2 = ON_{obj}^2$ si la source n'est pas limitée spatialement autrement que par l'objectif. Les fonctions $|\gamma_{12}|$, $|\mu_{12}|$ et $|\gamma|$ sont tracées sur la figure 1-14 pour une longueur d'onde centrale d'illumination à 800 nm, une largeur de bande de 70 nm et pour deux ON.



Figure 1-14 Résolution axiale théorique d'un système FF-OCT. La visibilité des franges (en bleu) ainsi que les fonctions de cohérence spatiale (noir) et temporelle (gris) sont représentées. (a) ON = 0,5. (b) ON = 0,95.

Par conséquent, en fonction des propriétés du système, la résolution axiale sera principalement fixée soit par la longueur de cohérence temporelle de la source, soit par l'ON de l'objectif. Lorsque c'est la cohérence temporelle de la source qui impose la largeur de l'enveloppe, la résolution axiale du système est environ égale à la largeur à mi-hauteur de $|\gamma|$ qui est donnée par la relation suivante (Dubois et al., 2004; Fercher et al., 2003) :

$$\Delta z_1 = \frac{2\ln 2}{n\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \tag{1.41}$$

avec *n* l'indice de réfraction du milieu étudié, λ_0 la longueur d'onde centrale et $\Delta\lambda$ la largeur à mihauteur de la source.

Lorsque des objectifs à grande ON (en général > 0,7) sont utilisés, c'est la cohérence spatiale qui prédomine. La résolution axiale est alors environ égale à la FWHM de $|\mu_{12}|$ (Zeylikovich, 2008):

$$\Delta z_2 = \frac{7.6\lambda_0}{\pi O N_{eff}^2} \tag{1.42}$$

La valeur de la résolution axiale, ainsi que celles définies par Δz_1 et Δz_2 , sont résumées dans la table 1-1 pour différentes ON. La longueur d'onde centrale est toujours fixée à 800 nm et la largeur spectrale à 70 nm.

 Table 1-1
 Résolution axiale et largeur à mi-hauteur des fonctions de cohérence temporelle et spatiale pour différentes ouvertures numériques.

ON	0,1	0,3	0,5	0,7	0,9
$\Delta z_1 (\mu m)$	4,03	4,03	4,03	4,03	4,03
$\Delta z_2 (\mu m)$	193,5	21,5	7,74	3,95	2,39
$\Delta z \ (\mu m)$	4,03	3,97	3,62	2,87	2,08

En pratique, la résolution axiale se dégrade lors de l'analyse en profondeur de milieux dispersifs. Cette dispersion de l'indice optique provoque un élargissement de l'enveloppe de l'interférogramme (figure 1-15) et tend ainsi à diminuer la résolution axiale.



Figure 1-15 Effet de la dispersion chromatique sur l'élargissement spatiale des franges (de Groot and de Lega, 2004). (a) Longueur d'onde centrale 500 nm, FWHM = 100 nm, sans dispersion. (b) Même caractéristiques spectrales de la source, avec une dispersion quadratique.

Ainsi, lorsqu'une dissymétrie de dispersion se produit entre les deux bras de l'interféromètre, la résolution axiale est dégradée. Une résolution axiale effective qui dépend de la profondeur de pénétration est alors introduite (Dubois et al., 2004) :

$$\Delta z_{eff} = \sqrt{\Delta z^2 + \left(2z\Delta\lambda\frac{dn}{d\lambda}\right)^2}$$
(1.43)

avec z la profondeur d'imagerie, $\Delta\lambda$ la largeur à mi-hauteur du spectre effectif (le spectre effectif est environ le produit du spectre de la source par la réponse spectrale de la caméra) et $dn/d\lambda$ un paramètre qui dépend du milieu. Habituellement, la dispersion est compensée ou du moins minimisée par l'utilisation d'objectifs à immersion (dans l'eau pour l'étude de milieux biologiques). La dispersion résiduelle qui peut être causée par les objectifs ou bien le cube séparateur est en général compensée en introduisant un élément dispersif d'épaisseur définie dans le bras de référence. Récemment, un système de microscopie FF-OCT permettant d'imager les tissus de la peau à des profondeurs proches de 100 µm avec des résolutions spatiales de 0,5 µm a été démontré (Federici and Dubois, 2015). Malgré l'emploi d'une source centrée à 700 nm, permettant néanmoins de limiter les phénomènes d'absorption et de diffusion comme expliqué ci-après, les résolutions spatiales de 0,5 μ m ont pu être atteintes grâce à l'utilisation d'objectifs de microscope à immersion avec une ouverture numérique de 1.2 dans l'eau.

1.2.2.4.2 Profondeur de pénétration / d'imagerie

En tomographie par cohérence optique, il faut distinguer la profondeur de pénétration de la profondeur d'imagerie maximale accessible. Les milieux transparents, particulièrement les milieux biologiques, affectent la propagation de la lumière par l'intermédiaire de différents phénomènes et notamment via la diffusion et l'absorption. De ce fait, au-delà d'une centaine de microns de profondeur, il devient impossible de sonder le milieu. Cette limite désigne la profondeur de pénétration. La profondeur d'imagerie est bien plus faible que la profondeur de pénétration. En effet, à partir d'une certaine profondeur, la lumière a subi de multiples diffusions et ne contribue plus au signal «utile» (il s'agit de la proportion de lumière incohérente qui revient au détecteur) (Izatt et al., 1994).

Le choix de la bande d'émission de la source est primordial car celle-ci influe directement sur la profondeur d'imagerie accessible. En effet, l'impact des phénomènes de diffusion et d'absorption est relié à la longueur d'onde. Il faut également prendre en compte la réponse spectrale de la caméra utilisée en détecteur. Finalement, il existe trois contraintes pour le choix de la longueur d'onde : la diffusion, l'absorption et la réponse spectrale du détecteur.

Prenons en exemple la peau et les tissus biologiques. L'analyse du spectre d'absorption des principaux constituants de la peau (mélanine, hémoglobine, eau...) révèle une fenêtre de transmission dans le proche infrarouge, entre 670 et 900 nm (Hode). La diffusion dans les tissus biologiques est due à la diffusion de la lumière par les particules constituant le milieu. L'intensité de la lumière diffusée varie en $1/\lambda k$ où k est un paramètre positif qui dépend de la taille de la particule diffusante. Ainsi, l'absorption privilégie une meilleure pénétration du proche infrarouge, tandis que l'utilisation de grandes longueurs d'ondes est préférable dans les milieux fortement diffusants.

La profondeur d'imagerie est également plus faible dans les milieux dispersifs. Lorsqu'il existe une inadéquation entre les indices de réfraction de l'échantillon et du milieu d'immersion, les plans de cohérence et de focalisation se déplacent dans un sens opposé l'un par rapport à l'autre durant l'acquisition de la pile d'images (Labiau et al., 2009). Il en résulte une diminution du contraste des franges, qui entraîne au final l'atténuation totale des signaux lorsque les zones de cohérence et de focalisation (définie par la profondeur de champ du système) ne se recouvrent plus. Malgré l'ensemble de ces aspects, la capacité du dispositif FF-OCT pour l'imagerie en champ large hautement résolue (FOV³ : 17,5 mm x 17,5 mm et résolution axiale égale à 1,5 μ m) d'échantillons multicouches semi-transparents et d'échantillons biologiques à des profondeurs supérieures à 400 μ m a été démontrée (Federici et al., 2015).

³ Field Of View

1.2.2.4.3 Sensibilité de détection

Les performances des dispositifs OCT dépendent fortement de leur sensibilité de détection. La sensibilité de détection correspond au plus petit signal de rétrodiffusion que le dispositif peut détecter à la limite du bruit. Elle détermine ainsi le plus petit écart en indice de réfraction perceptible au sein de l'échantillon. Couramment, le signal interférométrique est combiné à la lumière incohérente rétrodiffusée par les structures situées à différentes profondeurs de l'échantillon. La sensibilité caractérise donc la capacité du dispositif à détecter un signal cohérent dissimulé dans un bruit de fond incohérent (Dubois et al., 2002). Sachant que le contraste de l'image résulte des petites différences dans les propriétés rétrodiffusantes de l'échantillon, le contraste des images tomographiques est imposé par la sensibilité de détection du système.

La sensibilité de détection peut être optimisée de différentes manières : en appliquant une couche antireflet sur les composants optiques, en minimisant la réflexion spéculaire au niveau de la surface à l'aide d'une adaptation des indices (objectifs à immersion), en adaptant la réflectivité du miroir de référence ou encore en augmentant le nombre d'images interférométriques moyennées pour obtenir l'image tomographique.

1.2.2.4.4 Vitesse d'acquisition des images

Dans les dispositifs OCT plein champ, les images sont enregistrées en parallèle pour tous les pixels. Le temps d'acquisition par pixel est donc égal au temps d'acquisition par image. Cependant, même si les images sont réalisées sans balayage transverse, le temps d'acquisition peut être relativement long car beaucoup d'images interférométriques sont accumulées pour avoir un rapport Signal / Bruit élevé. Les performances des dispositifs FF-OCT pour l'imagerie à haute résolution ont été démontrées dans le cas d'échantillons *ex vivo*. Des problèmes interviennent dans le cas d'échantillons *in vivo*, dus aux mouvements (transverses et axiaux) de l'échantillon. En effet, même de très faibles déplacements ($\approx \lambda$) peuvent causer des changements importants dans la phase durant l'acquisition. Il en résultera un signal d'interférences brouillé, le contraste de l'image tomographique perdu et une dégradation de la qualité de l'imagerie. Pour l'imagerie *in vivo*, il est donc nécessaire d'avoir un système d'acquisition d'images très rapide qui permet de s'affranchir des artefacts de mouvements (Dalimier et al., 2014; Grieve et al., 2005; Grulkowski et al., 2009; Tearney et al., 1996). Des méthodes ont déjà été proposées, comme l'utilisation d'une caméra rapide en combinaison avec un traitement par logique câblée (Montgomery et al., 2008) ou l'utilisation d'une source d'illumination stroboscopique (Moneron et al., 2005).

1.2.3 OCT spectroscopique

L'OCT spectroscopique est l'une des nombreuses extensions de l'OCT classique. Elle permet d'extraire en plus de l'image tomographique une information spectrale (Morgner et al., 2000). L'objectif de l'analyse spectroscopique est de fournir une information supplémentaire sur l'échantillon étudié. En effet, en imagerie classique (« intensity-based imaging »), l'analyse tomographique se limite à étudier l'intensité de la lumière rétrodiffusée et/ou réfléchie par les structures de l'échantillon. Ainsi, les structures se différencient uniquement par la quantité de lumière qu'elles réfléchissent. En OCT spectroscopique, nous avons accès aux composantes spectrales de la lumière réfléchie par

l'échantillon : cela permet de différencier les structures d'une manière différente. Cette approche est d'autant plus utile lorsque deux structures d'un échantillon rétrodiffusent la même quantité de lumière avec des distributions spectrales différentes dans la gamme de longueur d'onde considérée (Adler et al., 2004). En général, les différences observées dans les réponses spectrales sont principalement reliées aux propriétés d'absorption et de diffusion de l'échantillon. Bien que ces deux phénomènes soient différents, la contribution de ces deux mécanismes reste difficile à distinguer (Hermann et al., 2004; Xu et al., 2004, 2005). En effet, l'absorption est un phénomène global survenant tout au long de la propagation, alors que la diffusion est un phénomène local se manifestant aux zones d'inhomogénéités d'indices optiques. Parce qu'elle permet d'obtenir des informations spectroscopiques spatialement résolues (latéralement et en profondeur) sur les constituants d'un échantillon, la S-OCT est amplement utilisée pour l'analyse et la caractérisation de tissus biologiques (Fleming et al., 2013; Leitgeb et al., 2000; Li et al., 2012b; Liu et al., 2011; Matthews et al., 2014). Le couplage de l'information spectrale à l'imagerie classique (d'intensité) a permis d'améliorer le contraste des images tomographiques (Adler et al., 2004; Dubois et al., 2008).

L'information spectroscopique est obtenue à partir des densités spectrales de puissances locales. Celles-ci sont calculées à l'aide de l'algorithme de transformée de Fourier à court terme (STFT pour « Short Time Fourier Transform ») appliqué à chaque pixel de l'image. On obtient ensuite un spectre local associé à chaque point (x, y, z) de la pile d'images tomographiques. Afin d'évaluer et d'afficher l'information spectrale, il est nécessaire de quantifier chaque spectre à l'aide d'une donnée servant d'indicateur. Dans la littérature, la mesure du décalage spectral du centre de masse (Dubois et al., 2008) et l'analyse de la modulation spectrale de la fonction d'autocorrélation du spectre local (obtenue par la mesure de la bande passante de la fonction d'autocorrélation) (Adler et al., 2004), sont les indicateurs les plus couramment utilisés pour quantifier les différences des spectres locaux calculés. Afin d'afficher simultanément les informations spectrales et d'intensité, une palette TSL (Teinte, Saturation, Luminance) est usuellement utilisée, où la donnée « indicatrice » est codée par la teinte du pixel. Généralement le compromis entre la résolution spatiale et la résolution spectrale limite les performances de cette méthode, car augmenter la résolution dans un domaine entraînerait nécessairement une diminution de celle-ci dans le domaine opposé. Afin de pallier à ce problème, il a été montré qu'en combinant deux fenêtres d'apodisation correctement choisies dans l'algorithme de transformée de Fourier à court terme, il était possible de conserver à la fois de bonnes résolutions dans les deux domaines (Robles et al., 2009; Wax et al., 2013). L'idée est de calculer pour chaque pixel la distribution temps-fréquence (profondeur-longueur d'onde) à partir du produit de deux distributions obtenues pour des fenêtres de grande et faible largeur. Chaque fenêtre permet alors de fixer indépendamment les résolutions spectrale et spatiale.



Figure 1-16 Comparaison entre l'imagerie d'intensité « classique » et l'imagerie spectroscopique. (a) Image tomographique ex vivo d'un embryon de têtard. (b) Même image avec superposition de l'information spectrale. Le centre de masse est l'indicateur spectroscopique utilisé. Les flèches blanches indiquent la présence de mélanocytes, qui sont davantage visibles dans cette image en raison du décalage spectral de 35 nm (Dubois et al., 2008). (c) Image in vivo du développement d'un embryon de poisson zèbre. (d) Même image avec superposition de l'information spectrale en utilisant le centre de masse comme indicateur spectroscopique. (e) La bande passante de la fonction d'autocorrélation est utilisée comme indicateur : on note une amélioration du contraste visuel (Adler et al., 2004).

1.3 Mesures spectrales en interférométrie faiblement cohérente

Nous avons vu dans les paragraphes précédents les principales applications de la microscopie interférométrique en lumière blanche, que ce soit pour réaliser des mesures de topographie de surfaces, d'épaisseur ou bien pour l'imagerie tomographique. A travers la technique de S-OCT, nous avons vu que l'analyse fréquentielle des signaux interférométriques pouvait permettre d'extraire des informations spectroscopiques locales sur les structures d'un échantillon. Bien que cette méthode délivre une donnée spectrale, l'information obtenue reste générale et ne permet pas la reconstruction complète du spectre de l'échantillon.

Il est néanmoins possible de mesurer le spectre complet d'un échantillon à partir d'une mesure interférométrique (mesure FF-OCT). Dans ce cas-là, au lieu de s'intéresser à l'enveloppe des signaux d'interférences dont l'extraction conduit à faire de l'imagerie, le procédé consiste à appliquer une transformée de Fourier au signal interférométrique. Ceci permet de retrouver le spectre de la source modulé par les propriétés spectrales du système optique et de l'échantillon étudié (figure 1-17). En

configuration OCT plein champ, cette méthode fut utilisée pour mesurer localement les spectres de transmissions de monocouches absorbantes (Latour et al., 2010) et les spectres de réflexions de matériaux fortement réfléchissant (Morin and Frigerio, 2012). Nous verrons dans le chapitre 3, la théorie sous-jacente permettant d'extraire de tels spectres, ainsi que la nécessité d'effectuer une étape précise de calibration du système optique avant toute mesure spectrale.



Figure 1-17 Types d'analyses en fonction du traitement appliqué au signal OCT (image tirée de (Morin, 2012)).

L'utilisation des technologies OCT pour faire de la caractérisation spectrale s'est très fortement accrue ces dernières années, notamment en raison des propriétés de haute résolution spatiale de ces systèmes. On note principalement dans la littérature une utilisation abondante des configurations FD-OCT (« Fourier-Domain Low Coherence Interferometry »), basées sur l'acquisition du signal par un spectromètre imageur.

Ce système fut notamment associé à la technique de spectroscopie basée sur la diffusion de la lumière (LSS « Light Scattering Spectroscopy »), dans le but de mesurer des particules dont la taille varie typiquement entre $\lambda/10$ et 10λ . La technique LSS permet d'exploiter les propriétés de diffusion élastique de la lumière par des microparticules afin d'en déduire leurs tailles. Dans cette optique, Liu et al. avaient développé un système de microscopie utilisant un spectromètre imageur permettant d'effectuer simultanément l'acquisition d'images microscopiques et de spectres de diffusion (Liu et al., 2005). La mesure des spectres est alors utilisée pour remonter aux propriétés des structures diffusantes. Cependant, ces spectres sont uniquement résolus latéralement, avec une résolution limitée par la diffraction du système optique. Un moyen de produire une mesure spectrale, qui est à la fois résolue latéralement et axialement, est de combiner la méthode à l'interférométrie faiblement cohérente comme démontré par Ji et al. (Ji et al., 2009). Les mesures spectrales sont obtenues à l'aide d'un système FD-OCT et d'une méthode de traitement originale. Cette méthode consiste à appliquer une transformée de Fourier inverse au spectre de rétrodiffusion, suivie d'une transformée de Fourier à fenêtre glissante qui permet de sélectionner la position Z où est effectuée la mesure.

Le couplage de la LSS à l'interférométrie faiblement incohérente s'explique également par la capacité des méthodes interférométriques à « isoler » la lumière diffusée une unique fois à l'intérieur d'un milieu diffusant (comme les tissus vivants). Cette propriété est cruciale dans le domaine médical, où la mesure de la morphologie cellulaire nécessite de pouvoir distinguer la lumière diffusée une seule fois (diffusion simple) de la lumière diffusée une multitude de fois (lumière diffuse). En effet, la lumière

diffuse transporte une information sur les diffuseurs qui est très difficilement accessible. Basée sur la combinaison des deux méthodes, on note dans la littérature différentes recherches dédiées à la détermination de la taille de diffuseurs, que ce soit par la mesure de l'intensité diffusée en fonction de l'angle de diffusion (Wax et al., 2001), ou en fonction de la longueur d'onde (Wax et al., 2003). Les systèmes employés travaillent dans le domaine fréquentiel, c'est-à-dire que le signal est recueilli en fonction de la longueur d'onde à l'aide d'un analyseur de spectre. Pour la méthode basée sur la mesure de l'intensité diffusée en fonction de l'angle de diffusion, les algorithmes utilisés pour remonter aux dimensions des particules diffusantes supposent que celles-ci puissent être décrites comme des diffuseurs de « Mie » et comparent alors les données expérimentales aux résultats prédits par la théorie de Mie (Pyhtila et al., 2003). Cette théorie modélise l'interférence entre les champs cohérents réfléchis par les faces avant et arrière de la sphère diffusante. Afin de rester dans les mêmes conditions que cette dernière, il est nécessaire que la différence de chemin optique due à la traversée de la bille soit inférieure à la longueur de cohérence de la source. Autrement, les champs ne peuvent pas interférer. Cela explique l'utilisation de sources lumineuses de faible largeur spectrale (donc de grande longueur de cohérence) dans les systèmes aLCI (« angle-resolved Low Coherence Interferometry ») (Pyhtila and Wax, 2004; Pyhtila et al., 2003, 2006). L'agencement du dispositif expérimental permet de récupérer des images dont les dimensions sont l'angle de diffusion et la longueur d'onde. Ainsi, après un traitement approprié des données (interpolation du spectre dans le domaine des nombres d'ondes à chaque angle, puis transformée de Fourier 1D du spectre à chaque angle), il est possible d'obtenir une cartographie de la diffusion angulaire en fonction de la différence de chemin optique. Ensuite, les intensités de diffusion à un angle donné peuvent être extraites. Ces distributions d'intensités de diffusions angulaires sont donc résolues en profondeur (figure 1-18).



Figure 1-18 (a) Cartographie de la diffusion angulaire d'un ensemble de billes de polystyrène de 12 μm en suspension dans une solution composée de 80% d'eau et de 20% de glycérol. La solution est recouverte d'une lamelle d'environ 140 μm d'épaisseur (Pyhtila et al., 2006). Les zones claires indiquent une augmentation de l'intensité diffusée. (b) Coupe transversale montrant la distribution angulaire de l'intensité à environ OPL = 1 mm. Les données sont comparées aux résultats prédits par la théorie de Mie.

Cependant, en raison de la disposition du système optique et au traitement appliqué au signal acquis, l'information de résolution latérale est perdue. Il n'est alors plus possible de distinguer les réponses spectrales des différentes particules dans le cas où diverses classes de microsphères se retrouvent dans

le même volume imagé. De plus, Xu et al. ont montré que, lorsque différents diffuseurs se situent dans la zone de mesure, des effets dramatiques sur la modulation du spectre étaient observés, résultant en une analyse spectrale beaucoup plus compliquée (Xu et al., 2005). Les systèmes présentés ne sont donc pas résolus latéralement. En effet, dans les travaux cités précédemment, la caractérisation des microsphères s'effectue par l'analyse d'échantillons homogènes, c'est à dire contenant un ensemble de diffuseurs possédant les mêmes propriétés (en ce qui concerne la taille et le type de matériau).

Ces techniques de caractérisations spectrales sont utilisées dans de nombreux secteurs et présentent beaucoup d'intérêt que ce soit en sciences des matériaux, en biologie, en imagerie médicale ou dans le domaine de l'art pour la classification des pigments de couches picturales.

1.4 Autres techniques optiques de mesures spectrales locales

Au-delà de la microscopie interférométrique en lumière blanche, il existe bien entendu de nombreuses méthodes de microscopies optiques qui permettent de réaliser des caractérisations spectrales locales. Dans la suite, deux techniques sont présentées, ainsi que leurs résultats les plus marquants.

1.4.1 Nano-FTIR

La technique « Nano-FTIR » est une technique d'imagerie optique basée sur l'association de la microscopie optique en champ proche (s-NSOM acronyme de « scattering Near-field Scanning Optical Microscopy ») et de la spectroscopie par transformée de Fourier (FTIR « Fourier Transform Infrared spectroscopy).

1.4.1.1 Microscopie en champ proche

La technique de microscopie optique en champ proche fut développée dans le but de surpasser la limite de résolution de la microscopie en champ lointain, imposée par la diffraction de la lumière (Betzig and Trautman, 1992). En effet, un objet ponctuel « diffuse » la lumière sous forme d'une tache dont la dimension est proportionnelle à la longueur d'onde d'illumination (critère de Rayleigh). Pour contourner ce problème, le principe consiste à placer le détecteur très proche de la surface, afin de détecter et d'étudier l'onde évanescente confinée au voisinage de la surface et non l'onde diffusée. La microscopie optique en champ proche repose ainsi sur la détection du signal issu de l'interaction entre une sonde locale et la surface de l'échantillon. La sonde locale peut être soit une fibre optique (« aperture-based mode »), soit une pointe (« apertureless mode ») (Novotny and Stranick, 2006). Dans ces deux cas, la résolution n'est plus reliée à la longueur d'onde, mais à une longueur caractéristique de la sonde, le diamètre de l'ouverture pour une fibre ou le diamètre de la pointe. Les technologies actuelles permettant la construction de pointes métalliques plus fines (~taille atomique) que les fibres optiques (~50 nm), la résolution atteignable est en général meilleure avec l'utilisation d'une pointe.

De manière similaire qu'en microscopie à force atomique (AFM pour « Atomic Force Microscopy »), des mécanismes de rétroaction sont utilisés afin de contrôler la distance sonde-surface. Cela permet de récupérer la topographie de l'échantillon étudié en plus d'acquérir l'image optique (Stefanon et al., 2005; Vobornik et al., 2005). Usuellement, la pointe oscille à une certaine fréquence et l'amplitude des oscillations, qui est étroitement liée à la distance pointe-surface, est utilisée comme mécanisme de rétroaction.



Figure 1-19 Comparaison entre la microscopie en champ lointain (limitée par la diffraction) et la microscopie en champ proche. (a) Limite de diffraction en champ lointain représentant la distance minimale entre deux objets ponctuels discernables. (b) Schéma de la microscopie en champ proche avec une fibre optique d'ouverture d. La résolution est définie à partir du diamètre d et non à partir de la longueur d'onde du rayonnement. (c) Champ proche en utilisant une pointe. La résolution est déterminée par le diamètre de l'extrémité de la pointe.

1.4.1.2 Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier

La spectroscopie FTIR, comme toute méthode de spectroscopie, consiste à mesurer les propriétés spectrales d'un échantillon. Cet outil est principalement utilisé pour l'analyse chimique d'échantillons, puisqu'il permet d'identifier les vibrations moléculaires d'une substance chimique à partir de son spectre d'absorption dans la région infrarouge (3-30 µm usuellement). Contrairement à la spectroscopie « classique » (spectroscopie dispersive), qui caractérise séquentiellement l'échantillon en répétant l'opération de mesure pour différentes longueurs d'onde d'illumination, la spectroscopie FTIR permet d'obtenir la mesure pour chaque longueur d'onde du spectre incident simultanément. Le principe repose sur l'utilisation d'une source large bande et d'un interféromètre de Michelson, qui va permettre de modifier la combinaison fréquentielle du faisceau à chaque déplacement du miroir mobile, comme illustré en figure 1-20. Le faisceau interagit ensuite avec l'échantillon, qui va modifier la composition fréquentielle du spectre incident en fonction de ses propriétés spectrales. Par un traitement numérique des données brutes recueillies par le capteur, il est possible de remonter aux caractéristiques spectrales de l'échantillon. La capacité de la FTIR pour faire de l'imagerie infrarouge et de la spectroscopie d'absorption de cellules biologiques avec une résolution spatiale micrométrique a déjà été démontrée (Hughes et al., 2015; Wolkers and Oldenhof, 2015).





1.4.1.3 IR-SNOM (ou nano-FTIR)

En raison des excellentes résolutions spatiales obtenues en microscopie champ proche (allant de 100 nm avec une fibre optique jusqu'à l'ordre de 10-20 nm avec l'utilisation d'une pointe (Zhou et al., 1999)), de nouvelles techniques nommées IR-SNOM (ou nano-FTIR), combinant la microscopie champ proche à la spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier, ont été développées (Akhremitchev et al., 2002; Amarie et al., 2012; Vobornik et al., 2005). La détermination des propriétés spectrales de l'échantillon à l'échelle nanométrique passe alors par la mesure de l'amplitude et de la phase du signal champ proche (Huth et al., 2012). Généralement, les montages s-SNOM (scattering-SNOM) (Novotny and Stranick, 2006; Stefanon et al., 2005; Vobornik et al., 2005), qui utilisent un éclairage en champ lointain et qui sont basées sur l'utilisation d'une pointe qui oscille à une fréquence donnée, sont les systèmes utilisés pour mesurer l'amplitude et la phase du signal en champ proche (onde évanescente). Cependant, l'analyse du signal et l'interprétation des données issues d'une mesure s-SNOM restent relativement difficiles et requièrent beaucoup de prudence. En effet, le signal obtenu au niveau du détecteur est une somme entre le signal champ proche utile et le signal de bruit de fond (« background signal »). Le signal de bruit de fond est principalement dû à la réflexion spéculaire de la lumière sur l'échantillon, tandis que le signal champ proche correspond à la portion de lumière qui est diffusée après avoir interagit avec la pointe (Moreno et al., 2017). Du fait que la composante spéculaire soit souvent prépondérante dans le signal final, il est nécessaire de supprimer sa contribution. Généralement l'extraction du signal d'intérêt s'effectue par détection interférométrique de la lumière diffusée au niveau de la pointe. Ainsi, diverses modifications du système de base s-SNOM ont été réalisées afin de pouvoir détecter le signal champ proche et d'en extraire les informations d'amplitude et de phase. On y retrouve la technique interférométrique de décalage de phase (Deutsch et al., 2008), les configurations de détection homodyne (Krenz et al., 2010), pseudo-hétérodyne (Ocelic et al., 2006) et hétérodyne (Stefanon et al., 2005). Dans ces modes d'opérations, les informations d'amplitude et de phase s'obtiennent après démodulation du signal reçu par le détecteur à une fréquence correspondante à un harmonique supérieur de la fréquence

d'oscillation de la pointe. Une fois ces paramètres acquis, le montage interférométrique est utilisé en mode « FTIR » afin d'appliquer une transformée de Fourier à l'interférogramme du signal démodulé. Le potentiel de la technique IR-SNOM a été démontré par sa capacité à obtenir des spectres infrarouges extraits d'une zone de 20 nm (Amarie et al., 2009), à identifier les empreintes moléculaires d'un échantillon organique à une échelle de résolution spatiale de 20 nm (Huth et al., 2012) ainsi qu'à réaliser de la cartographie spectroscopique de protéines complexes (Amenabar et al., 2013), de nanoparticules isolées et de virus (Brehm et al., 2006).



Figure 1-21 Spectroscopie nano-FTIR basée sur un montage s-SNOM et une source continuum émettant dans l'infra-rouge moyen. DFG, « Difference Frequency Generator » (Amenabar et al., 2013).

Malgré les excellentes résolutions spatiales, la microscopie en champ proche possède certaines limitations conséquentes. En raison des très faibles distances de travail de la microscopie en champ proche (distance sonde-surface de l'ordre d'une centaine de nanomètres), les mesures se limitent aux surfaces des échantillons : aucune étude en profondeur ne peut être réalisée. De plus, en raison du caractère local de la mesure, la caractérisation d'un échantillon sur une grande zone nécessite un très long temps de balayage. La durée est d'autant plus importante que l'on désire conserver la propriété d'imagerie à très haute résolution.

1.4.2 Microscopie hyperspectrale

La microscopie hyperspectrale est une technique de caractérisation spectrale, résolue spatialement, basée sur la technologie de l'imagerie hyperspectrale et appliquée à la microscopie (Leavesley et al., 2012). Cette technique est similaire au système proposé par Liu et al (Liu et al., 2005) pour la mesure des spectres de rétrodiffusion de microstructures. L'imagerie hyperspectrale est une technique combinant l'imagerie et la spectroscopie, qui permet d'obtenir un ensemble d'images représentant une même « scène », où chaque image est prise pour une bande étroite du spectre de la lumière incidente. L'ensemble de ces images est généralement présenté sous la forme d'un cube de données, dit cube hyperspectral (figure 1-22(a)). Les trois dimensions du cube représentent celles de l'espace spatial (axes X et Y) et celle de l'espace fréquentiel (axe λ). Cet axe permet de représenter l'intensité lumineuse d'un pixel de coordonnées (*x*, *y*) pour les différentes longueurs d'ondes d'illumination (figure 1-22(c)).

L'acquisition de ces images hyperspectrales peut s'effectuer de différentes manières :

- par balayage de l'échantillon suivant X et Y (méthode point par point),

- par balayage de l'échantillon suivant X ou Y (méthode ligne par ligne),
- par balayage de la longueur d'onde : l'image de l'objet est formée directement sur le détecteur pour une longueur d'onde précise.



Figure 1-22 Images obtenues sur le site web de Photon etc (www.photonetc.com). (a) Exemple de cube hyperspectral. (b) Acquisition d'un cube hyperspectral. (c) Extraction de deux spectres sur deux zones différentes. (d) Observation de l'image acquise à deux longueurs différentes.

Pour les deux premières méthodes d'acquisition, le spectre de chaque pixel est mesuré à l'aide d'un spectromètre imageur (spectrographe). L'image de l'échantillon est formée et balayée sur le champ d'entrée du spectromètre (point ou fente). Un schéma de principe expliquant le fonctionnement d'un spectromètre imageur en mode « pushbroom » (méthode ligne par ligne) est donné en figure 1-23. Pour la troisième méthode d'acquisition, un filtre optique accordable est utilisé en sortie d'une source supercontinuum afin de sélectionner la bande spectrale d'illumination. Quelle que soit la méthode d'acquisition, au moins une étape de balayage (spatial ou spectral) est nécessaire pour récupérer l'information spectroscopique sur l'ensemble du champ de vision. Cependant, bien que l'information spectrale soit obtenue pour chaque pixel (x, y) de la caméra, celle-ci n'est pas résolue selon la profondeur (axe Z).



Figure 1-23 Schéma typique d'un spectromètre imageur dispersif à fente (Choi et al., 2006). L'image de la fente est reproduite le long de l'axe spatial pour différentes longueurs d'ondes. Le spectre lié à chaque pixel de l'image reproduite sur la fente est obtenu le long de l'autre axe (spectral axis) de détecteur 2D.

Le développement des techniques de microscopie hyperspectrale a pour objectif spécifique de réaliser des caractérisations spectrales locales, ainsi que de la cartographie spectroscopique, à des échelles de résolutions nanométriques. L'imagerie hyperspectrale fut notamment associée à la méthode de microscopie en champ sombre (« Dark Field Microscopy ») pour la mesure de spectres de réflectances de nanoparticules inférieures à 50 nm et contenues dans de l'eau (Badireddy et al., 2012). Toujours en microscopie champ sombre, la technique de microscopie hyperspectrale a été utilisée pour observer et mesurer des nanoparticules faites d'un alliage Or/Argent, utilisées en tant que biomarqueurs de cellules cancéreuses (Patskovsky et al., 2014). Les spectres de diffusion de ces nanoparticules, pour des tailles de 60 et 100 nm, ont pu être obtenus. Suite à la configuration du système optique (imagerie par transmission) et au signal de diffusion des cellules qui est fortement dirigé vers l'avant, le contraste des nanoparticules apparaissait très faible, empêchant alors une détection/mesure simple et rapide de ces nanoparticules. Contrairement aux cellules, les nanoparticules, qui au regard de leurs dimensions obéissent à la diffusion de Rayleigh, diffusent de manière équivalente vers l'avant et vers l'arrière. Ainsi, de nouvelles configurations ont été mises au point afin de travailler en mode « réflexion » (Patskovsky et al., 2015). L'objectif était de récupérer le signal de rétrodiffusion, qui est beaucoup plus important pour les nanoparticules que pour les cellules. Cela a entraîné une amélioration très nette de l'imagerie, permettant une détection et une caractérisation spectrale simplifiée. La possibilité de récupérer ce signal de rétrodiffusion a également été démontrée en configuration champ sombre, en utilisant une approche d'illumination légèrement différente (Patskovsky et al., 2013).



Figure 1-24 Montage de microscopie hyperspectrale en configuration champ sombre ou en réflexion (Patskovsky et al., 2014).

Bien que cette technique ait démontré son potentiel pour les caractérisations spectroscopiques locales à des échelles de résolutions très petites, elle nécessite néanmoins un montage optique à la fois complexe et coûteux, ainsi que des systèmes de balayages X-Y très performants. De plus, l'acquisition des données (images et spectres) s'effectuant de manière séquentielle avec soit la longueur d'onde, soit la position, implique un fort accroissement du temps d'acquisition dès lors que de grandes résolutions spatiales et spectrales sont recherchées.

1.5 Conclusion du chapitre

Ce chapitre présente un état de l'art de la microscopie interférométrique, ainsi que de ses nombreuses applications. Nous en avons profité pour introduire la technologie de tomographie par cohérence optique plein champ, qui est la configuration interférométrique avec laquelle ce projet a été effectué. Après avoir présenté en détail le principe et les propriétés de cette technique d'imagerie, nous avons développé son utilisation croissante et plus largement celle des méthodes d'interférométrie à faible cohérence, pour effectuer des caractérisations spectrales. Bien que n'étant pas l'application historique de la microscopie interférométrique, son essor s'explique par les besoins qu'ont certains domaines, tels que le biomédical, les matériaux ou l'art, d'obtenir des informations spectrales résolues spatialement. En effet, la capacité de la microscopie interférométrique faiblement cohérente pour réaliser des mesures résolues dans les trois directions de l'espace en a fait un outil de choix pour les trois domaines cités. De plus, pour ces domaines précis, les structures à mesurer sont généralement du même ordre de grandeur que les résolutions spatiales atteignables. Nous avons vu que l'analyse spectrale des signaux interférométriques peut par exemple être utilisée pour établir une cartographie plein champ de l'épaisseur de films fins, pour la détermination de la taille de structures sphériques (billes, cellules, noyaux) ou bien pour la mesure du spectre de réflectance et/ou transmittance d'un échantillon.

Des recherches ont été effectuées sur d'autres méthodes optiques permettant également de réaliser des caractérisations spectrales à l'échelle microscopique, voire nanoscopique. Sans prétendre être exhaustif à propos des différentes méthodes de caractérisations spectrales locales, nous avons détaillé les techniques basées sur la microscopie optique champ proche et sur l'imagerie hyperspectrale qui nous semblent être les plus utilisées au sein de la communauté scientifique. Alors que la microscopie champ proche permet d'atteindre des valeurs de résolutions latérales bien en dessous de la limite imposée par la diffraction et que la microscopie hyperspectrale permet, par le biais d'un spectromètre imageur, d'obtenir une excellente résolution spectrale (1 nm), aucune des deux méthodes n'offre la possibilité d'effectuer une mesure spectrale résolue dans les trois directions de l'espace. De plus, la méthode basée sur la configuration FF-OCT, que nous détaillerons dans le chapitre 3, permet d'enregistrer l'information spectrale simultanément sur l'ensemble du champ illuminé et ce, indépendamment des résolutions spatiales et spectrales de la mesure.

Dans le prochain chapitre, nous discuterons des systèmes interférométriques employés pour réaliser l'acquisition des données menant à une analyse spectrale locale, ainsi que des différents moyens permettant de valider le fonctionnement expérimental de la méthode.

Chapitre 2. Environnement de travail

L'avantage des analyses spectrales à partir des données FF-OCT est lié à la possibilité d'effectuer une mesure qui est résolue à la fois dans les trois directions de l'espace (dans le plan X-Y et selon la profondeur Z). En effet, dans le cas d'échantillons transparents, les multiples interférogrammes qui se retrouvent localisés à différentes profondeurs Z peuvent être traités et analysés indépendamment les uns des autres. Ainsi, une structure localisée en profondeur peut théoriquement être analysée sans prendre en compte l'influence spectrale des autres constituants de l'échantillon. Bien que la méthode permette théoriquement de remonter à la mesure précise de spectres résolus en X-Y-Z, nous avons voulu confirmer son bon fonctionnement en étant capable de valider l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus. Tandis que les mesures réalisées en surface peuvent facilement être vérifiées expérimentalement à l'aide d'un spectromètre ou d'un ellipsomètre, il est impossible d'utiliser ces méthodes pour valider les mesures de spectres résolues en profondeur. L'utilisation de programmes de simulation devient alors indispensable. Ainsi, que ce soit pour la validation des résultats expérimentaux ou bien pour remonter aux propriétés de certains échantillons (de manière identique à la méthode a-LCI pour la détermination de la taille de particules diffusantes), il est nécessaire de confronter les expériences aux résultats prédits par des programmes de simulation.

Ce deuxième chapitre retranscrit donc l'environnement de travail dans lequel s'est effectué l'ensemble des expériences et des analyses. Dans la première partie, nous reporterons les outils numériques développés, c'est-à-dire les programmes de simulation qui ont été utilisés tout au long des trois ans pour vérifier l'exactitude des résultats expérimentaux. La seconde partie sera consacrée à la description des systèmes optiques qui furent employés pour effectuer les mesures. Nous présenterons tout d'abord l'un des microscopes interférométriques de l'équipe qui fut grandement utilisé, puis nous exposerons le développement complet d'un nouveau microscope interférométrique sur une table

optique. Le programme pour commander le système expérimental ainsi que celui pour traiter les données seront également présentés.

2.1 Les programmes de simulation

L'ensemble des mesures effectuées en OCT est directement lié à la nature et à la forme des franges d'interférences. Qu'il s'agisse d'une analyse topographique, tomographique ou bien spectrale, cellesci s'effectuent constamment par un traitement des signaux d'interférences à chaque pixel de la pile d'images acquises. En raison du principe de mesure interférométrique, il est possible d'obtenir des informations quant aux propriétés locales des échantillons en traitant spécifiquement le signal d'interférences à un pixel donné. De ce fait, il nous a semblé judicieux de développer un programme permettant de simuler le profil d'intensité obtenu à un pixel d'un échantillon lorsque l'on effectue un balayage des franges sur toute sa profondeur.

2.1.1 Calcul d'un signal d'interférence d'un échantillon multicouche : WILIS2

Initialement, Denis Montaner, enseignant chercheur de l'équipe IPP, avait commencé à développer sous LabView un programme permettant de modéliser le signal d'interférences résultant de l'interaction entre la lumière réfléchie par un miroir de référence supposé parfait et une simple surface de réflectivité constante R_e (WILIS). Ce programme permettait d'observer en temps réel le signal de franges, ainsi que les influences de la température de la source (simulée par une émission type « corps noir ») et de la nature de la surface (choix du déphasage à la réflexion) (Montaner D et al., 2008). Tout au long du projet actuel, j'ai été amené à retravailler entièrement ce programme afin de complexifier le type d'échantillon (passage d'une simple surface à un multicouche) ainsi que pour y ajouter de nouvelles fonctionnalités. L'objectif était de pouvoir utiliser ce programme pour simuler et tester la méthode de spectroscopie locale (chapitre 3) appliquée à des signaux « idéaux » (non bruités, pas de diffusion) et pour identifier les éventuelles sources d'erreurs de l'analyse spectroscopique à partir de signaux interférométriques. Nous présenterons uniquement dans cette partie le développement du programme ainsi que certains résultats classiques permettant de valider son fonctionnement.

2.1.1.1 Programmation théorique du signal interférométrique

L'objectif était d'évoluer vers la simulation d'un échantillon multicouche où chaque milieu est caractérisé par son indice complexe. L'absorption éventuelle des couches est alors prise en compte.

Le programme permet de simuler l'interférométrie entre un échantillon de trois couches et un miroir de référence. Nous développerons uniquement ici le signal d'interférences pour une couche transparente (deux interfaces), le calcul pour trois couches donc quatre interfaces, étant beaucoup plus long mais similaire au cas présenté.



Figure 2-1 Evolution du programme de simulation WILIS. (a) Etat initial. (b) Etat final.

Nous supposons toujours être en présence d'ondes planes et nous reprenons les mêmes notations que dans la partie 1.2.1. On considère cette fois-ci une troisième onde provenant de la réflexion sur la seconde interface. La couche traversée pouvant être absorbante, le milieu est caractérisé à partir de son indice complexe $n = \eta + j\kappa$. Le terme de phase s'écrit alors en incidence normale :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2en) = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2e(\eta + j\kappa)) = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2e\eta) + j\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa$$

$$\varphi = \varphi_2 + j\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa$$
(2.1)

avec δ_1 la distance optique parcourue par l'onde réfléchie à la surface. Les trois ondes, respectivement réfléchies par le miroir de référence, la première interface et la seconde interface, s'écrivent alors :

$$E_{ref}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{ref}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{ref}(\omega,z)]$$

$$E_{1}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{e_{1}}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{1}(\omega,z)]$$

$$E_{2}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}t^{2}r_{e_{2}}(\omega)E(\omega,t,z)\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\exp[j\varphi_{2}(\omega,z)]$$
(2.2)

avec r_{e_1} et r_{e_2} les coefficients de réflexion en amplitude sur chaque interface et t le coefficient de transmission en amplitude de la première interface. Le terme $\exp(-4\pi/\lambda e\kappa)$ caractérise l'atténuation du champ électrique due à l'absorption de la couche durant la propagation de l'onde.



Figure 2-2 Représentation des différences de marche dans une couche transparente pour un angle d'incidence θ .

Pour le calcul exact du signal d'interférences, détaillé en annexe B, il faut sommer à la fois sur l'ensemble des longueurs d'ondes présentes dans le spectre ainsi que sur l'ensemble de l'ouverture angulaire de l'objectif. La première interface est éclairée par un cône de faisceaux dont l'incidence maximale est $\theta_{max} = \arcsin(ON)$. A cause du phénomène de réfraction, la deuxième interface est éclairée avec une incidence maximale $\theta'_{max} = \arcsin(1/n\sin(\theta_{max}))$. On note $R_{ref}(\omega) = \left| \left| r_{ref} \right| \exp(j\phi_{ref}) \right|^2$, $R_{e_1}(\omega) = \left| \left| r_{e_1} \right| \exp(j\phi_{e_1}) \right|^2$ et $R_{e_2}(\omega) = \left| \left| r_{e_2} \right| \exp(j\phi_{e_2}) \right|^2$ les coefficients de réflexion en intensité, $S(\omega) = |s(\omega)|^2$ la densité spectrale de puissance de la source et $\Delta \varphi(\omega, z) = \varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_1(\omega, z)$ le déphasage entre l'onde de référence et l'onde objet réfléchie par la surface. On introduit également $T(\omega) = \left| \left| t \right| \exp(j\phi_t) \right|^2$, le coefficient de transmission en intensité de la première interface, $\phi_1 = \phi_{ref} - \phi_{e_1}$, $\phi_2 = \phi_{ref} - \phi_{e_2}$ et $\phi_3 = \phi_{e_1} - \phi_{e_2}$, les déphasages introduits aux réflexions.

Le développement du calcul en annexe B donne finalement une intensité résultante égale à :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \left[\int_{0}^{\theta_{\text{max}}} I_1(z,\lambda,\theta) \cos(\theta) \sin(\theta) d\theta + \int_{0}^{\theta'_{\text{max}}} I_2(z,\lambda,\theta') \frac{n\cos^2(\theta')\sin(\theta')}{\sqrt{1-n^2\sin^2(\theta')}} d\theta' \right] d\lambda \quad (2.3)$$

où :

$$\theta' = \arcsin(1/n\sin(\theta))$$

$$I_{1}(z,\lambda,\theta) = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)} \sqrt{R_{e_{1}}(\lambda)} \cos(2kz\cos(\theta) + \phi_{1})$$

$$I_{2}(z,\lambda,\theta') = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)} (1 - R_{e_{1}}(\lambda)) \sqrt{R_{e_{2}}(\lambda)} \exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda} \frac{e\kappa}{\cos(\theta')}\right)$$

$$\cos(2kz\cos(\theta) - 2ke\eta\cos(\theta') + \phi_{2})$$
(2.4)

L'écriture du signal interférométrique sous cette forme sous-entend que les champs E_1 et E_2 n'interfèrent pas ensemble. Néanmoins, lorsque l'épaisseur optique d'une couche fine est inférieure à la longueur de cohérence de la source, des interférences entre la lumière réfléchie par les faces avant et arrière de la couche se produisent. Dans ce cas, l'onde réfléchie par le film fin s'écrira :

$$E_{tot}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{tot}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_1(\omega,z) + \phi_{tot}]$$
(2.5)

où r_{tot} et ϕ_{tot} représentent le module et la phase du coefficient de réflexion total d'une couche fine qui sont donnés par l'Eq. 1.12. Le calcul du signal interférométrique pour ce cas de figure a également été implémenté dans le programme.

Pour le développement du signal interférométrique, nous nous sommes placés dans le cadre d'un modèle scalaire de la lumière, c'est-à-dire que nous n'avons pas pris en compte les états de polarisation de la lumière. Expérimentalement, nous travaillons généralement en lumière non polarisée. Dans ce cas-là, pour une base (x, y, z) donnée, où $\overrightarrow{u_z}$ définit la direction de propagation, l'expression vectorielle du champ électrique pour une onde plane s'écrit :
$$\vec{E} = \begin{vmatrix} E_x \exp[j(\omega t - kz + \varphi_x(t))]\vec{u_x} \\ E_y \exp[j(\omega t - kz + \varphi_y(t))]\vec{u_y} \\ 0 & \vec{u_z} \end{vmatrix} \begin{vmatrix} E_x \exp[j(\omega t - kz)] & \vec{u_x} \\ E_y \exp[j(\omega t - kz - \varphi(t))]\vec{u_y} \\ 0 & \vec{u_z} \end{vmatrix}$$
(2.6)

avec $\varphi = \varphi_x - \varphi_y$ le déphasage entre les polarisations suivant les axes x et y qui varie aléatoirement en fonction du temps. En pratique, l'émission lumineuse d'une source « naturelle » (non polarisée) correspond à une succession d'ondes planes progressives où chaque train d'ondes est dans un état de polarisation particulier. Cependant, d'un train d'ondes à l'autre, l'état de polarisation varie aléatoirement en un temps très court par rapport au temps d'intégration des détecteurs. Ainsi, aucune polarisation particulière n'est prépondérante et le champ n'aura aucune direction préférentielle. On choisit le repère (x, y, z) de telle sorte que les polarisations suivant x et y coïncident avec les polarisations s (TE) et p (TM). L'intensité détectée au niveau du détecteur sera finalement égale à :

$$I(z,\omega) = \left| E_{ref}^{\parallel}(z,\omega)\overline{u_x} + E_{ref}^{\perp}(z,\omega)\overline{u_y} + E_e^{\parallel}(z,\omega)\overline{u_x} + E_e^{\perp}(z,\omega)\overline{u_y} \right|^2$$
(2.7)

Les champs de polarisations orthogonales ne peuvent pas interférer étant donné le produit scalaire entre les vecteurs unitaires $\overrightarrow{u_x}$ et $\overrightarrow{u_y}$ ($\overrightarrow{u_x} . \overrightarrow{u_y} = 0$). Nous obtenons finalement un signal interférométrique qui correspond à la somme des signaux d'interférences en polarisation *s* et *p*.

$$I(z,w) = \left| E_{ref}^{\parallel}(z,\omega) \right|^{2} + \left| E_{ref}^{\perp}(z,\omega) \right|^{2} + \left| E_{e}^{\parallel}(z,\omega) \right|^{2} + \left| E_{e}^{\perp}(z,\omega) \right|^{2} + \left| E_{e}^{\perp}(z,\omega) \right|^{2} + 2\operatorname{Re}\left[E_{ref}^{\parallel}(z,\omega) E_{e}^{\parallel*}(z,\omega) \right] + 2\operatorname{Re}\left[E_{ref}^{\perp}(z,\omega) E_{e}^{\perp*}(z,\omega) \right]$$

$$I(z,w) = I^{\parallel}(z,\omega) + I^{\perp}(z,\omega)$$

$$(2.8)$$

2.1.1.2 Paramètres de réglages

Afin de rendre compte avec la plus grande fidélité les différents effets qui interviennent lors d'une mesure interférométrique, nous avons ajouté de nouveaux paramètres de réglage. L'ouverture numérique des objectifs est maintenant prise en compte et permet d'introduire l'enveloppe de cohérence spatiale du système dans le calcul des franges d'interférences. Il est également possible de sélectionner la forme du spectre de la source : émission type *corps noir*, distribution gaussienne ou lorentzienne de l'intensité, ou chargement du spectre à partir de données expérimentales. Ces différents spectres sont affichés dans la table 2-1.

Table 2-1Sources simulables. (a) Distribution spectrale du rayonnement émis par un corps noir pourdifférentes températures. (b) Spectres gaussiens centrés à 580 nm pour deux largeurs spectrales. (c) Spectreslorentziens centrés à 580 nm pour deux largeurs spectrales. (d) Spectres expérimentaux obtenus avec une LEDblanche et une source halogène. Les spectres correspondent aux spectres effectifs, c'est-à-dire le produit entre lespectre d'émission de la source et la réponse spectrale de la caméra utilisée.

<i>Type de spectres</i>	Formule	Représentation
Corps noir	$L^{0}(\lambda,T) = \frac{2hc^{2}}{\lambda^{5} \left[\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1 \right]}$ $L^{0}(\lambda,T) = \frac{C_{1}}{\lambda^{5} \left[\exp\left(\frac{C_{2}}{\lambda T}\right) - 1 \right]}$ $Unit\acute{e} \left[W.\mu m^{-1}.m^{-2}.sr^{-1} \right]$ $C_{1} = 1.1910^{8} W.\mu m^{4}.m^{-2}.sr :$ première constante de Planck $C_{2} = 14388 \mu m.K :$ deuxième constante de Planck	T = 3000 K T = 4000 K T = 5000 K
Gaussienne	$S(\nu) = \frac{2}{\Delta \nu} \sqrt{\frac{\ln(2)}{\pi}}$ $\exp\left(-\frac{4\ln(2)(\nu - \nu_0)^2}{\Delta \nu^2}\right)$ avec $\nu = \frac{c}{\lambda}$ et $\Delta \nu = c\frac{\Delta\lambda}{\lambda_0^2}$ $(c : célérité de la lumière)$	(b) (b) (c) (c) (c) (c) (c) (c) (c) (c
Lorentzienne	$S(\sigma) = \frac{I_0}{1 + 4\frac{(\sigma - \sigma_0)^2}{\Delta \sigma^2}}$ avec $\sigma = \frac{1}{\lambda}$ et $\Delta \sigma = \frac{\Delta \lambda}{\lambda_0^2}$	1



Au niveau des propriétés des matériaux, les épaisseurs et les indices de réfraction de chaque couche sont également des paramètres ajustables. L'indice optique peut être chargé à partir de données expérimentales ou bien fixé à une valeur constante quelle que soit la longueur d'onde ou encore être déterminé en utilisant la loi de Cauchy ou de Sellmeier. La réflectivité de l'échantillon n'est plus inévitablement fixée à une valeur constante, mais elle est calculée à partir des coefficients de Fresnel pour les polarisations TE et TM.

Table 2-2Résumé des équations utilisées pour obtenir les indices optiques et les coefficients de
réflexions de chaque interface de l'échantillon multicouche.

Loi de Cauchy	$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} + \dots \qquad (2.9)$
Loi de Sellmeier	$n^{2}(\lambda) = 1 + \sum_{j} \frac{B_{j}\lambda^{2}}{\lambda^{2} - C_{j}}$ (2.10)
Coefficients de Fresnel en	Polarisation s : $r_{TE} = \frac{n\cos(\theta) - n'\cos(\theta')}{n\cos(\theta) + n'\cos(\theta')}$ (2.11)
réflexion	Polarisation p : $r_{TM} = \frac{n\cos(\theta') - n'\cos(\theta)}{n\cos(\theta') + n'\cos(\theta)}$

Les coefficients A, B, C, B_j, C_j sont caractéristiques du milieu étudié. Les termes n et n' sont respectivement les indices des milieux avant et après l'interface. θ, θ' sont les angles d'incidence et de réfraction.

La figure 2-3 représente deux simulations du signal interférométrique pour différents paramètres du multicouche.



Figure 2-3 Signaux interférométriques obtenus en incidence normale (ON = 0) avec une source gaussienne non polarisée de longueur d'onde centrale $\lambda_0 = 600$ nm et de largeur spectrale $\Delta \lambda = 200$ nm et (a) une surface réfléchissante à 100%, (b) un échantillon multicouche avec $e_1 = e_2 = e_3 = 2 \ \mu m$ et $n_1 = 1,5, n_2 = 1,2, n_3 = 1,8$.

Le programme permet ainsi d'observer l'influence de différents paramètres sur la forme du signal d'interférences. Sur la figure 2-4, nous montrons sommairement des résultats déjà connus, comme l'effet de l'ON et de l'étendue spectrale de la source afin de valider le fonctionnement du programme. L'impact de ces paramètres sur l'analyse spectrale sera discuté dans le chapitre suivant.



Figure 2-4 Effet de l'étendue spectrale de la source (lorentzienne) sur l'interférogramme. L'ON de l'objectif est fixée à 0 et la longueur d'onde centrale est 600 nm. (a) FWHM = $0,1 \mu m$. (b) FWHM = $0,2 \mu m$. (c) FWHM = $0,3 \mu m$.

Comme attendu, plus le spectre de la source est large et plus la longueur de cohérence est petite, améliorant de ce fait la résolution axiale du système.



Figure 2-5 Effet de l'ON sur l'interférogramme. La colonne de gauche représente l'ensemble des signaux pour des angles d'incidences variant entre 0 et $\arcsin(ON)$ et la colonne de droite l'interférogramme résultant. La source est lorentzienne avec $\lambda_0 = 0,6 \ \mu m$ et $\Delta \lambda = 0,2 \ \mu m$. (a) ON = 0,1. (b) ON = 0,6. (c) ON = 0,9.

On remarque que la forme de l'interférogramme est principalement contrôlée par la cohérence temporelle de la source pour les cas de faible ON (< 0,7). Pour une ON de 0,9, on observe bien que la largeur de l'enveloppe du signal, donc la résolution axiale, est fixée par la cohérence spatiale du système.

Ce programme permet la construction d'un signal interférométrique dans le cas d'étude d'un échantillon multicouche. Il permettra ainsi d'appliquer la méthode de spectroscopie locale à des signaux « idéaux » et de ce fait, de vérifier la cohérence des résultats expérimentaux obtenus par la même méthode de traitement. Cependant, l'analyse spectrale à partir de données interférométriques peut s'avérer fastidieuse. En effet, comme démontré par Morin et al. (Morin and Frigerio, 2012), les effets d'ouverture des systèmes FF-OCT peuvent par exemple entraîner des altérations dans la reconstruction du spectre et donc conduire à une analyse spectroscopique erronée. Par conséquent, les erreurs qui peuvent être engendrées par l'analyse des signaux d'interférences seront systématiques,

que ce soit à travers les expériences ou les simulations du programme WILIS2. Partant de ce fait, un deuxième programme de simulation, basé sur une méthode de calcul différente mais permettant de remonter aux mêmes informations spectrales, fut utilisé en tant que référence.

2.1.2 Méthode « S-Matrix »

En vue de connaître le champ dans les couches étudiées, nous avons adapté une méthode de simulation électromagnétique matricielle de type S-Matrix permettant de modéliser la propagation d'une onde électromagnétique à travers un milieu stratifié, puis d'en extraire les caractéristiques spectrales (réflectance/transmittance locale et totale) (Ko and Sambles, 1988). Beaucoup de méthodes basées sur le formalisme matriciel ont été développées au cours des années pour étudier le comportement d'une structure multicouche (Ohta and Ishida, 1990; Yeh, 1988; Zdenek Knittel, 1976). Généralement, le champ électrique incident est relié au champ électrique final (réfléchi ou transmis) par l'intermédiaire d'une matrice de transfert dont les coefficients dépendent des propriétés du multicouche. Alors que la forme de la matrice de transfert supposait initialement la propagation d'une lumière cohérente à travers les couches (isotropes, homogènes, interfaces planes et épaisseur inférieure à la longueur de cohérence de la lumière), de nouveaux modèles ont émergé afin de rendre compte d'une propagation plus réaliste pour les cas d'une lumière partiellement cohérente ou incohérente (Centurioni, 2005; Katsidis and Siapkas, 2002). Dans le cas de propagation d'une lumière cohérente, celle-ci est décrite par son amplitude complexe, qui contient les informations d'amplitude et de phase. Inversement, pour le cas totalement incohérent qui est principalement lié aux couches d'épaisseurs supérieures à la longueur de cohérence de la lumière, seule l'intensité (module au carré de l'amplitude complexe du champ électrique) est prise en compte, supprimant alors l'information de phase. Le cas intermédiaire de propagation partiellement cohérente peut, par exemple, correspondre aux cas où les surfaces/interfaces possèdent une certaine rugosité (Mitsas and Siapkas, 1995). Cette cohérence partielle est alors introduite en multipliant les coefficients de Fresnel par des facteurs de correction. Plus récemment, les cas de propagation incohérente et partiellement cohérente ont été modélisés en insérant simplement un terme de phase aléatoire dans l'expression de la phase liée à la propagation de l'onde dans la couche (Santbergen et al., 2013; Troparevsky et al., 2010).

La formulation proposée par Pettersson et al. dans (Pettersson et al., 1999) a été reprise, puis légèrement modifiée afin de pouvoir obtenir des données spectrales qui correspondent à celles mesurées par la méthode de spectroscopie locale. Le schéma de propagation de l'onde dans le multicouche est représenté sur la figure 2-6. Le programme est développé sous Matlab 2014.

La méthode est programmée en supposant les hypothèses suivantes :

- les couches sont homogènes et isotropes,
- les interfaces sont parallèles et planes comparées à la longueur d'onde de la lumière,
- la lumière incidente est décrite par des ondes planes.



Figure 2-6 Structure multicouche de m couches entre deux milieux semi infinis (incident et substrat). Chaque couche j (j = 1, 2, m,...) possède une épaisseur d_j. Le champ électrique à chaque point (x,y,z) d'une couche j est représenté par deux composantes : l'une se propageant dans le sens des z positifs E_j⁺ et la seconde dans le sens négatif E_j⁻.

Sous ces conditions, les équations gouvernant la propagation du champ électrique sont linéaires. Les couches et les interfaces constituant la structure multicouche peuvent alors être décrites par une matrice 2x2. Chaque couche possède une épaisseur d_j et ses propriétés optiques sont simplement décrites par son indice de réfraction complexe $n_j(\lambda) = \eta_j(\lambda) + i\kappa_j(\lambda)$. A chaque point (x, y, z), le champ électrique total résultant est séparé en deux composantes notées E_j^+ et E_j^- . Celles-ci correspondent au champ électrique total se propageant dans les directions z positive et négative.

A la traversée d'une interface (correspondant à un changement de milieu optique), la lumière subit une réflexion. Afin de prendre en compte ce phénomène, chaque interface est décrite par une matrice $2x^2$, appelée « matrice de réfraction ». I_{jk} représente la matrice de réfraction de l'interface séparant les couches *j* et *k*.

$$I_{jk} = \frac{1}{t_{jk}} \begin{pmatrix} 1 & r_{jk} \\ r_{jk} & 1 \end{pmatrix}$$
(2.12)

Les termes r_{jk} et t_{jk} sont les coefficients de réflexion et de transmission de Fresnel. En fonction de la polarisation de la lumière, les coefficients s'expriment par :

Ondes TE (polarisation s):
$$r_{jk} = \frac{q_j - q_k}{q_j + q_k}$$
 et $t_{jk} = \frac{2q_j}{q_j + q_k}$
Ondes TM (polarisation p): $r_{jk} = \frac{n_k^2 q_j - n_j^2 q_k}{n_k^2 q_j + n_j^2 q_k}$ et $t_{jk} = \frac{2n_j n_k q_j}{n_k^2 q_j + n_j^2 q_k}$ (2.13)

où le paramètre q_i est défini comme :

$$q_{j} = n_{j} \cos(\alpha_{j}) = \sqrt{n_{j}^{2} - n_{0}^{2} \sin^{2}(\alpha_{0})}$$
(2.14)

avec n_0 l'indice de réfraction du milieu environnant, α_0 l'angle d'incidence et α_j l'angle de réfraction dans la couche *j*.

Lors de la propagation à travers une couche, des effets d'absorption (liés à la partie imaginaire de l'indice) peuvent survenir et atténuer l'intensité de la lumière transmise. Ainsi, chaque couche est décrite par une matrice $2x^2$, appelée « matrice de phase ». L_j représente la matrice de phase de la couche *j* et permet de décrire la propagation à travers cette couche.

$$L_{j} = \begin{pmatrix} \exp(-ik_{j}d_{j}) & 0\\ 0 & \exp(ik_{j}d_{j}) \end{pmatrix}$$
(2.15)

où :

$$k_j = \frac{2\pi}{\lambda} q_j = \frac{2\pi}{\lambda} \cos(\alpha_j) (\eta_j + i\kappa_j)$$
(2.16)

et $k_i d_i$ représente la variation de phase de l'onde due à la propagation à travers la couche.

Le champ électrique à l'entrée du multicouche (milieu d'incidence) est relié au champ électrique défini à la sortie (substrat) par la matrice de transfert totale du système *S* :

$$\begin{pmatrix} E_0^+\\ E_0^- \end{pmatrix} = S \begin{pmatrix} E_{m+1}^+\\ E_{m+1}^- \end{pmatrix}$$
(2.17)

Cette matrice de transfert s'exprime à l'aide des matrices de réfraction et de phase définies précédemment :

$$S = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m \\ \prod_{s=1}^{m} I_{(s-1)s} L_s \end{pmatrix} I_{m(m+1)}$$
(2.18)

Puisque la lumière incidente se propage depuis le milieu environnant dans la direction des z positifs, il n'y a pas d'onde qui se propage dans la direction des z négatifs à l'intérieur du substrat. Cela suppose que le substrat possède une épaisseur assez grande afin que la lumière qui s'y propage soit totalement atténuée sur la durée d'un aller-retour. Ainsi, nous obtenons $E_{m+1}^- = 0$. Les coefficients de réflexion et de transmission totaux en amplitude s'expriment à partir des éléments matriciels de la matrice de transfert totale *S*.

$$r = \frac{E_0^-}{E_0^+} = \frac{S_{21}}{S_{11}} \quad \text{et} \quad t = \frac{E_{m+1}^+}{E_0^+} = \frac{1}{S_{11}}$$
(2.19)

Par l'analyse fréquentielle des signaux d'interférences, il est possible d'extraire des spectres résolus en profondeur qui correspondent aux spectres de réflectance des interfaces séparant deux couches successives. Afin de calculer les coefficients de réflexion et de transmission locaux au niveau d'une interface donnée, il est nécessaire de connaître les champs électriques internes dans les différentes couches. Pour obtenir les champs $E_j^+(z)$ et $E_j^-(z)$, le système est divisé en deux sous-ensembles, séparés par la couche *j*. Ainsi, la matrice de transfert totale peut se réécrire sous la forme :

$$S = S'_j L_j S''_j \tag{2.20}$$

Pour la couche *j* considérée, les matrices de transfert S'_j et S''_j permettent de relier respectivement le champ électrique incident au champ électrique dans la couche *j* au niveau de la frontière du haut et le champ électrique dans la couche *j* au niveau de la frontière du bas au champ électrique dans le substrat.

$$\begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = S'_j \begin{pmatrix} E'_j^+ \\ E'_j^- \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \begin{pmatrix} E''_j^+ \\ E''_j^- \end{pmatrix} = S''_j \begin{pmatrix} E_{m+1}^+ \\ E_{m+1}^- \end{pmatrix}$$
(2.21)

où E'_{j} et E'_{j} représentent le champ électrique de la couche *j* au niveau de la frontière (j-1)/j et E''_{j} et E''_{j} font référence au champ électrique au niveau de la frontière j/(j+1). De même que la matrice *S*, les matrices S'_{j} et S''_{j} s'écrivent à partir des matrices de réfraction et de phase des différentes couches :

$$S'_{j} = \begin{pmatrix} S'_{j11} & S'_{j12} \\ S'_{j21} & S'_{j22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \prod_{s=1}^{j-1} I_{(s-1)s} L_s \\ I_{(j-1)j} \end{pmatrix} I_{(j-1)j}$$

$$S''_{j} = \begin{pmatrix} S''_{j11} & S''_{j12} \\ S''_{j21} & S''_{j22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \prod_{s=j+1}^{m} I_{(s-1)s} L_s \\ I_{m(m+1)} \end{pmatrix} I_{m(m+1)}$$
(2.22)

A partir des éléments matriciels de S'_j et S''_j , il est possible de déterminer les coefficients de réflexion et de transmission locaux de la couche *j* aux interfaces (j-1)/j et j/(j+1) :

$$r'_{j} = \frac{S'_{j21}}{S'_{j11}} \quad \text{et} \quad t'_{j} = \frac{1}{S'_{j11}}$$

$$r''_{j} = \frac{S''_{j21}}{S''_{j11}} \quad \text{et} \quad t''_{j} = \frac{1}{S''_{j11}}$$
(2.23)

Afin d'effectuer une comparaison réaliste avec les résultats obtenus par spectroscopie locale, certaines modifications et suppositions ont dû être réalisées. En effet, la méthode de spectroscopie locale permet de déterminer la réflectance spectrale d'une interface indépendamment des réflexions et transmissions survenant au niveau des autres couches. Par conséquent, afin de calculer le coefficient de réflexion de l'interface j/(j+1) dans le programme de la S-matrix, il est nécessaire de considérer la couche *j* en supposant que la valeur du champ électrique $E_j^{\prime\prime-}$ est uniquement liée à la réflexion à l'interface

j/(j+1). C'est-à-dire que nous devons supposer $\{E_{j+1}^-, E_{j+2}^-, \dots, E_{m+1}^-\} = 0$. En pratique, les valeurs de ces champs sont évidemment non nulles. L'application de ce programme pour l'étude d'un exemple simple sera détaillée dans le chapitre suivant.

Jusqu'à présent, les deux programmes présentés ont permis de modéliser l'interaction d'une onde lumineuse avec un échantillon plan, supposé homogène et isotrope. Dans ce cas, l'interaction du champ électromagnétique avec l'échantillon peut être décrite par le modèle de l'optique géométrique. La théorie électromagnétique, qui fournit les équations de passage d'un milieu à un autre, permet alors de déterminer simplement les coefficients de réflexion en intensité et donc la proportion de lumière réfléchie qui interfère. Cependant, cette méthode ne reste valide dans la description du comportement de la lumière que pour des objets dont la taille est très grande devant la longueur d'onde.

Les résolutions spatiales atteintes en microscopie interférométrique ont fait de l'OCT un outil destiné à l'étude de milieux plus complexes, tels que les milieux biologiques qui se caractérisent par d'importants effets de diffusion. Ces milieux sont constitués d'un milieu transparent dans lequel sont inclues des particules diffusantes dont la taille est de l'ordre de la longueur d'onde. Nous verrons dans le prochain chapitre que nous avons essayé d'appliquer la méthode de spectroscopie locale à cette classe d'échantillon. Pour la comparaison des résultats, il était donc nécessaire d'utiliser un programme de simulation qui prenne en compte l'interaction particulière entre une onde lumineuse et une particule de taille comparable à celle de la longueur d'onde. Classiquement, deux modèles physiques sont utilisés pour décrire l'interaction d'un champ électromagnétique avec une particule diffusante dans le cas d'une diffusion élastique : le modèle de diffusion de Rayleigh destiné aux particules ayant une taille très inférieure à celle de la longueur d'onde et le modèle de Mie employé pour les particules de taille comprise entre $\lambda/10$ et 10λ . En raison des performances atteintes par nos systèmes interférométriques (résolution de l'ordre du micron), le modèle de diffusion de Mie fut adopté.

2.1.3 Signaux d'interférences en milieu diffusant

2.1.3.1 Modélisation du signal due à l'interaction onde/particule sphérique

Dans cette partie, nous cherchons à simuler le signal d'interférences obtenu au niveau d'une particule sphérique d'indice complexe $n_{part}(\lambda) = \eta(\lambda) + i\kappa(\lambda)$ plongée dans un milieu transparent d'indice n_{mil} . La lumière qui interagit avec la particule est diffusée dans toutes les directions de l'espace selon un diagramme de rayonnement qui dépend de la taille de la particule diffusante. Pour des petites particules, on s'approche du cas de la diffusion de Rayleigh. L'intensité diffusée est sensiblement identique dans toutes les directions de l'espace. Plus la taille de la particule augmente et plus la diffusion devient anisotrope et tend à se diriger vers l'avant. Afin de générer le signal interférométrique, il est nécessaire de connaître la proportion de lumière rétrodiffusée par la particule qui participe au phénomène d'interférences. Pour cela, nous allons reprendre rapidement le calcul de la théorie de Mie qui permet d'obtenir la solution exacte décrivant l'interaction d'une sphère avec une onde plane monochromatique (Mie, 1908).

2.1.3.1.1 Théorie de Mie

A partir de la théorie de l'électromagnétisme, les travaux du physicien allemand Gustav Mie ont permis de déterminer une solution particulière aux équations de Maxwell qui décrit le comportement de la lumière diffusée par une particule sphérique. En utilisant un système de coordonnées sphériques (α, φ) , cette solution représente le champ électromagnétique suivant les polarisations TE et TM qui est diffusé par la particule dans toutes les directions de l'espace. Le développement précis du calcul de Mie est très bien répertorié dans la littérature (Bohren and Huffman, 2008; Mishchenko et al., 2002). Très brièvement, la méthode utilisée consiste à exprimer les différents champs dans une base d'harmoniques sphériques vectorielles (plus adaptée à la symétrie sphérique du problème), puis de résoudre les équations de Maxwell dans chacun des milieux (celui de la sphère et du milieu environnant). Il est ensuite nécessaire d'utiliser les conditions aux limites entre les deux milieux (relations de continuité) afin de déduire les coefficients a_n et b_n , appelés coefficients de Mie, qui permettent d'exprimer les amplitudes de diffusion S_1 et S_2 , respectivement pour les polarisations TE et TM. Les termes S_1 et S_2 correspondent aux coefficients de la matrice de diffusion qui relient le champ électrique incident sur la sphère au champ électrique diffusé (Eq. 2.24). Ces amplitudes de diffusion permettent également de calculer la fonction de phase de Mie. Nous reviendrons sur la notion de fonction de phase qui est une représentation du diagramme de rayonnement (lobe de diffusion). Il renseigne sur la probabilité qu'un photon incident dans une direction \vec{u} soit diffusé dans une direction $\vec{u'}$. Nous présentons uniquement les étapes de calculs permettant d'obtenir la valeur des champs électriques en polarisation TE et TM qui sont diffusés en champ lointain dans une direction particulière.



Figure 2-7 Notations utilisées pour la diffusion d'une onde plane par une sphère de rayon a.

Pour des particules sphériques homogènes, l'amplitude du champ diffusé en champ lointain est identique quel que soit l'angle azimutal φ et dépend uniquement de l'angle α . Les amplitudes du champ électrique incident en polarisation TE et TM sont reliées aux amplitudes du champ diffusé via la matrice de diffusion *S* (Thovsen, 2013) :

$$\begin{pmatrix} E_d^{\parallel}(\alpha) \\ E_d^{\perp}(\alpha) \end{pmatrix} = \frac{\exp(-ikr + ikz)}{ikr} \begin{pmatrix} S_2(\alpha) & 0 \\ 0 & S_1(\alpha) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_i^{\parallel} \\ E_i^{\perp} \end{pmatrix}$$
(2.24)

avec $E_0 \exp(ikz)$ l'onde plane incidente, $E_0 S(\alpha) \exp(-ikr)/ikr$ l'onde sphérique diffusée et S_1 , S_2 les amplitudes de diffusion qui s'expriment par :

$$S_{1}(\alpha) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [a_{n}\pi_{n} + b_{n}\tau_{n}]$$

$$S_{2}(\alpha) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [a_{n}\tau_{n} + b_{n}\pi_{n}]$$
(2.25)

Les coefficients de Mie a_n et b_n se déterminent à l'aide des équations suivantes :

$$a_{n} = \frac{\psi_{n}'(mx)\psi_{n}(x) - m\psi_{n}(mx)\psi_{n}'(x)}{\psi_{n}'(mx)\zeta_{n}(x) - m\psi_{n}(mx)\zeta_{n}'(x)}$$

$$b_{n} = \frac{m\psi_{n}'(mx)\psi_{n}(x) - \psi_{n}(mx)\psi_{n}'(x)}{m\psi_{n}'(mx)\zeta_{n}(x) - \psi_{n}(mx)\zeta_{n}'(x)}$$
(2.26)

où *m* désigne le rapport d'indice optique entre celui de la sphère et du milieu environnant, $m = n_{part}/n_{mil}$, *x* correspond au paramètre de taille, $x = 2\pi n_{mil}a/\lambda_0$, avec *a* le rayon de la sphère diffusante et λ_0 la longueur d'onde dans le vide. ψ et ζ sont les fonctions de Ricatti-Bessel (Eq. 2.27). Le paramètre de taille *x* est un paramètre très important puisqu'à indice constant, le phénomène de diffusion dépend uniquement du rapport a/λ . C'est pourquoi le paramètre de taille est généralement utilisé comme variable du problème.

$$\psi_n(x) = x j_n(x)$$
 et $\zeta_n(x) = x h_n^{(1)}(x)$ (2.27)

avec j_n la fonction de Bessel sphérique de 1^{ère} espèce et h_n la fonction de Hänkel sphérique. Les fonctions π_n et τ_n sont les fonctions de diffusion angulaire qui se calculent à partir des polynômes associés de Legendre.

$$\pi_n(\cos\alpha) = \frac{P_n^1(\cos\alpha)}{\sin\alpha} \text{ et } \qquad \tau_n(\cos\alpha) = \frac{d}{d\alpha} P_n^1(\cos\alpha)$$
(2.28)

où P_n^1 est le polynôme associé de Legendre de degré *n* et d'ordre 1. Usuellement, les valeurs de ces fonctions se déterminent à l'aide de relations de récurrences, se trouvant facilement dans la littérature (Mätzler, 2002; Wiscombe, 1980) :

$$\pi_{n} = \frac{2n-1}{n-1}\cos(\alpha)\pi_{n-1} - \frac{n}{n-1}\pi_{n-2} \qquad \text{avec} \begin{vmatrix} \pi_{0} = 0 \\ \pi_{1} = 1 \\ \pi_{2} = 3\cos\alpha \end{vmatrix}$$

$$\tau_{n} = n\cos(\alpha)\pi_{n} - (n+1)\pi_{n-1} \qquad \text{avec} \begin{vmatrix} \pi_{0} = 0 \\ \tau_{1} = \cos\alpha \\ \tau_{2} = 3\cos(2\alpha) \end{vmatrix}$$
(2.29)

Finalement, pour une lumière non polarisée, l'intensité diffusée dans une direction α est donnée par la moyenne des intensités en polarisation TE et TM :

$$I_{d}(\alpha) = \frac{1}{2} \left(I_{d}^{\parallel}(\alpha) + I_{d}^{\perp}(\alpha) \right) \qquad \text{avec} \begin{vmatrix} I_{d}^{\parallel}(\alpha) = \left| E_{d}^{\parallel}(\alpha) \right|^{2} \\ I_{d}^{\perp}(\alpha) = \left| E_{d}^{\perp}(\alpha) \right|^{2} \end{aligned}$$
(2.30)

Nous avons calculé les spectres de rétrodiffusion donnés par la théorie de Mie pour deux cas de figure. Dans le premier cas, on considère une sphère de polystyrène (indice constant de 1,58) plongée dans un milieu transparent d'indice 1,4. Dans le deuxième cas, le calcul est effectué pour une bille de silice (indice de 1,45) dans un gel transparent dont on suppose l'indice égal à 1,6. Pour chaque configuration, la simulation est effectuée pour des particules de 2 et 3 μ m de diamètre. La bille est supposée être éclairée sous incidence quasiment normale (ON = 0,1) et l'on récupère les champs rétrodiffusés dans la partie de l'espace définie par l'ON.



Figure 2-8 Spectres de rétrodiffusion pour (a) une sphère de polystyrène d'indice 1,58 dans un milieu d'indice 1,4 et (b) une sphère de silice d'indice 1,45 dans un milieu d'indice 1,6.

On observe que la forme de modulation du spectre, c'est-à-dire le nombre et l'amplitude des pics d'intensité, est non seulement liée à la dimension des particules diffusantes, mais également à leurs indices de réfraction. Dans la prochaine partie, nous cherchons à développer le signal d'interférences obtenu sur de telles particules afin de vérifier si les spectres de rétrodiffusion peuvent être retrouvés à partir d'une analyse fréquentielle du signal interférométrique.

2.1.3.1.2 Développement du signal interférométrique

Dans la théorie de Mie présentée, le calcul permet d'obtenir les champs diffusés dans une direction donnée de l'espace en supposant que la sphère soit illuminée par une onde plane. Expérimentalement, une source large bande spatialement incohérente est utilisée. La sphère est donc illuminée par une multitude d'ondes planes dont les directions d'incidences correspondent aux angles du cône d'ouverture défini par l'ON de l'objectif (figure 2-9).



Figure 2-9 Représentation schématique de l'interaction lumière/particule pour le calcul du signal d'interférences en OCT plein champ. Pour chaque onde plane incidente, la lumière rétrodiffusée est collectée dans le cône d'ouverture défini par l'ON.

Les rayons rouges représentent la proportion de lumière participant au phénomène d'interférence dû à la rétrodiffusion de l'onde plane arrivant en incidence normale. Similairement, les rayons bleus correspondent à la quantité de lumière collectée par l'objectif après diffusion de l'onde plane arrivant avec un angle d'incidence θ .

Pour chaque direction d'incidence (soit chaque onde plane), les champs rétrodiffusés dans la partie de l'espace définie par l'ouverture numérique sont sommés entre eux. Pour un angle d'incidence θ , nous allons donc sommer l'ensemble des champs rétrodiffusés qui appartiennent au domaine :

$$\alpha \in \left[\pi - \theta - \theta_{\max}, \pi - \theta + \theta_{\max}\right]$$
(2.31)

L'expression du champ rétrodiffusé dans la direction α s'écrit d'après l'Eq. 2.24 :

$$E_d^{\parallel,\perp}(\alpha,\lambda) = \frac{\exp(-ikr + ikz)}{ikr} S_{2,1}(\alpha,\lambda) s(\lambda)$$
(2.32)

avec $S(\lambda) = |s(\lambda)|^2$ le spectre de la source et $s(\lambda)$ l'amplitude du champ incident. Pour plus de facilité on considère que le terme de sphéricité de l'onde diffusée s'approxime par une constante :

$$\frac{\exp(-ikr + ikz)}{ikr} \simeq C \tag{2.33}$$

De ce fait, nous supposons que l'onde sphérique diffusée s'approxime par une onde plane. Cette approximation est cependant loin d'être aberrante, compte tenu de l'observation du phénomène d'interférences en champ lointain (à une distance $r \gg \lambda$). De plus, la variation angulaire des ondes rétrodiffusées par la particule est très faible (petite ON ; voir chapitre 3).

Pour une source lumineuse non polarisée, le signal interférométrique final s'écrira comme la somme des interférences en polarisation TE et TM, où chaque signal s'exprime comme :

$$I_{\parallel,\perp}(z) = 4\pi \iint_{\lambda\theta} S(\lambda) \operatorname{Re}\left[\sum_{\alpha} S_{2,1}(\alpha,\lambda) r_{ref}^{\parallel,\perp*}(\lambda) \exp\left(i\frac{4\pi z}{\lambda}\cos\theta\right)\right] \cos\theta\sin\theta \,d\theta \,d\lambda \quad (2.34)$$

avec $r_{ref}^{\parallel,\perp*}$ le coefficient de réflexion en amplitude du miroir de référence pour les polarisations TE et TM et $4\pi z \cos \theta / \lambda$ le déphasage entre le miroir de référence et le haut de la bille. Dans l'équation précédente, seul le terme oscillant est développé.

L'Eq. 2.34 a été utilisée pour construire les signaux interférométriques dans les cas d'étude (a) et (b) de la partie précédente. Les résultats sont illustrés sur la figure 2-10 pour des sphères de 3 μ m de diamètre.





Figure 2-10 Signaux interférométriques théoriques obtenus sur des sphères de 3 μm de diamètre pour une lumière polarisée aléatoirement s/p. (a) Bille de polystyrène dans un milieu d'indice 1,4. (b) Bille de silice dans un milieu d'indice 1,6.

On observe que, pour une lumière non polarisée, le contraste du signal interférométrique est très fortement atténué. De plus, le deuxième paquet de franges, lié à la réflexion sur la face arrière de la bille, disparaît complètement. Cela est dû au fait que les ondes diffusées pour les polarisations s et p sont exactement déphasées de π dans le cas d'une rétrodiffusion (Deirmendjian, 1963). La figure 2-11 représente la différence de phase déroulée entre les ondes diffusées en polarisation s et p (phase des amplitudes de diffusion $S_{1,2}$) en fonction de la longueur d'onde pour les cas d'études (a) et (b).



Figure 2-11 Différence de phase entre les amplitudes de diffusions S_1 et S_2 pour (a) $\alpha = 3.1455$ rad et (b) $\alpha = 2.9413$ rad.

On remarque que lorsque l'on s'éloigne peu à peu du cas de rétrodiffusion ($\alpha = \pi$), les ondes polarisées s et p ne sont plus exactement déphasées de π . Cela est notamment vrai pour la sphère de polystyrène, expliquant le meilleur contraste des franges en lumière non polarisée (figure 2-10(a)). Néanmoins, en raison de la suppression quasiment totale du signal, l'analyse fréquentielle n'est pas réalisable en lumière non polarisée.

2.1.3.2 Modélisation du signal dans une couche diffusante

Dans la partie précédente, nous avons développé le signal interférométrique obtenu au niveau d'une particule sphérique diffusante en admettant que le phénomène de diffusion soit décrit par la théorie de Mie. Cependant, le signal d'interférences a été calculé en supposant que la lumière soit diffusée une seule fois, correspondant au cas dit de diffusion simple. Dans la plupart des échantillons diffusants, la lumière peut subir, au cours de sa propagation dans le milieu, plusieurs phénomènes de diffusion. On parle alors d'un régime de diffusion multiple. Si la lumière subit de multiples diffusions avant ou après avoir interagi avec la structure étudiée, il se rajoute un terme de phase dans l'expression du déphasage entre l'onde de référence et l'onde objet. Cette phase aléatoire est liée au chemin optique emprunté par le rayon et dépend donc des propriétés du milieu diffusant. Dans le cas d'un échantillon statique (les diffuseurs sont immobiles), nous considérons que le trajet plus ou moins complexe d'un photon diffusé est indépendant du temps. La phase aléatoire ne possède donc aucune dépendance temporelle. L'utilisation d'une onde de référence permet aux méthodes interférométriques de sélectionner la partie balistique de la lumière réfléchie par la structure étudiée : c'est-à-dire les photons cohérents qui ne subissent pas de collision avec les diffuseurs. La part de lumière diffusée, dont la phase varie aléatoirement, est ainsi ignorée puisqu'elle interfère pour des chemins optiques différents. Il est évident que cette variation aléatoire de la phase va altérer le signal interférométrique, puisque seule la partie de lumière balistique participera à la formation des franges. La contribution des rayons diffusés sera principalement une source de bruit. Nous avons pensé que ces changements dans le signal d'interférences pouvaient éventuellement entraîner des modifications dans l'analyse spectrale. L'objectif de cette partie était donc de déterminer quelles sont les répercussions de la propagation d'une onde dans un milieu diffusant sur le signal d'interférences, ainsi que sur l'analyse spectrale qui en découle.

2.1.3.2.1 Propriétés de milieu diffusant

Dans le modèle développé, le milieu diffusant se caractérise par :

- Le coefficient de diffusion μ_{diff} , implicitement lié à la concentration des diffuseurs. Il représente l'atténuation de la lumière collimatée qui traverse le milieu. On lui associe le paramètre l_{diff} , défini par $l_{diff} = 1/\mu_{diff}$, correspondant au libre parcours moyen de diffusion, c'est-à-dire la distance parcourue par un photon entre deux évènements de diffusion.
- La fonction de phase p qui renseigne sur la forme du diagramme de rayonnement (lobe de diffusion) indépendamment de l'intensité de la lumière diffusée. Elle permet d'obtenir la probabilité qu'un photon incident selon la direction \vec{u} soit diffusé dans la direction $\vec{u'}$.
- Le facteur d'anisotropie *g* qui caractérise l'anisotropie de la diffusion. Dans la littérature, ce facteur est défini comme étant la moyenne du cosinus de l'angle de diffusion pondérée par la fonction de phase (Eq. 2.35).

$$g = \langle \cos \alpha \rangle = \frac{1}{4\pi} \int_{\Omega} p(\cos \alpha) \cos \alpha \, d\Omega \qquad d\Omega = \sin \alpha \, d\alpha \, d\varphi$$

$$g = \langle \cos \alpha \rangle = \frac{1}{2} \int_{-1}^{1} p(\cos \alpha) \cos \alpha \, d\cos \alpha \qquad -1 < g < 1$$
(2.35)

Le paramètre d'anisotropie varie entre -1 et 1 et permet de classer les différents types de diffusion. La diffusion sera principalement dirigée vers l'arrière lorsque g prend des valeurs négatives et tendra à être de plus en plus orientée vers l'avant lorsque le paramètre se rapproche de 1. Pour une diffusion isotrope (diffusion de Rayleigh), g = 0. En combinant le coefficient de diffusion au facteur d'anisotropie, un nouveau paramètre a été introduit : le coefficient de diffusion réduit :

$$\mu_{diff}' = \mu_{diff} \left(1 - g \right) \tag{2.36}$$

Les valeurs de l'ensemble de ces paramètres sont très bien répertoriées dans la littérature, notamment pour les différentes familles de tissus biologiques (Bashkatov et al., 2005, 2011; Larsson et al., 2003; Zhang et al., 2005; Zonios and Dimou, 2009).

Afin de spécifier la manière dont les diffuseurs agissent sur la lumière, il est nécessaire d'associer une fonction de phase au milieu. Pour des particules non absorbantes, petites devant la longueur d'onde, la fonction de phase de Rayleigh est utilisée :

$$p_{Rayleigh}(\cos\alpha) = \frac{3}{4} (1 + \cos^2\alpha)$$
(2.37)

Pour des plus grandes particules, la fonction de phase de Mie obtenue à partir de la théorie de Mie peut être utilisée :

$$p_{Mie}(\alpha) = \frac{2\pi}{k^2 \mu_{diff}} \left(\left| S_1^2 \right| + \left| S_2^2 \right| \right)$$
(2.38)

Cette fonction est très utile lorsqu'il s'agit d'effectuer des calculs très précis sur la distribution angulaire de la lumière diffusée par une particule. Pour des raisons pratiques et de simplicité mathématique, d'autres fonctions de phase ont été introduites. On peut notamment citer les fonctions de Henyey-Greenstein (HG) et de Gegenbauer kernel (GK) (Bashkatov et al., 2011; Reynolds and McCormick, 1980), qui n'ont aucune justification physique fondamentale, mais qui possèdent une forme menant à des comportements réalistes de diffusions. La fonction de HG est un bon modèle pour la propagation de la lumière dans les tissus biologiques (pour lesquels $g\sim0,9$) et a donc été grandement utilisée dans les calculs de transports radiatifs pour la description des processus de diffusion dans le sang et les tissus (Hanrahan and Krueger, 1993; Magnain et al., 2007). Afin de s'approcher davantage du comportement de la fonction de phase de Mie, certaines modifications ont été apportées à la fonction initiale d'HG (Cornette and Shanks, 1992; Toublanc, 1996). Dans notre cas de simulation, nous ne recherchons pas à effectuer des calculs très précis sur la dépendance angulaire de la diffusion, mais uniquement à obtenir les probabilités que la lumière soit diffusée dans une direction donnée en fonction des propriétés du milieu. La fonction de base de Henyey-Greenstein est donc parfaitement adaptée à notre cas d'étude.

$$p_{HG}(\theta) = \frac{1}{4\pi} \frac{1 - g^2}{\left(1 + g^2 - 2g\cos\theta\right)^{3/2}}$$
(2.39)

Cette fonction ne dépend que d'un seul paramètre g qui correspond au facteur d'anisotropie. En plus de sa simplicité mathématique, elle a donc l'avantage, comparée aux fonctions de phase de Rayleigh et de Mie, de pouvoir représenter à la fois les cas de rétrodiffusion, de diffusion vers l'avant, ainsi que celui de la diffusion isotrope. Cette propriété est alors très utile pour modéliser des milieux qui contiennent des distributions de particules diffusantes de tailles très différentes. Alors que dans le cas de Rayleigh l'efficacité de diffusion augmente très rapidement de manière proportionnelle à $1/\lambda^4$, l'intensité de la lumière diffusée sera sensiblement identique pour toutes les longueurs d'ondes dans le cas de la diffusion de Mie. La figure 2-12 représente l'efficacité de diffusion en fonction du paramètre de taille. Le calcul a été effectué dans deux cas différents : pour le premier il s'agit d'une particule d'eau (n = 1.33) dans l'air (goutte de pluie), le deuxième correspond à une bille de polystyrène (n \sim 1.59) plongée dans un gel d'indice 1.47. L'échelle logarithmique de la figure 2-12(b) met nettement en évidence l'évolution en puissance 4 de l'efficacité de diffusion pour des sphères de petites tailles. Sur la figure 2-12(b) sont également représentées par les zones grisées les régions du spectre visible (entre 400 et 1000 nm) pour des rayons de la sphère de 1 et 5 µm. Nous observons bien une efficacité quasiment constante dans ces domaines. Ainsi, pour des particules de taille comparable ou supérieure à la longueur d'onde, l'efficacité de diffusion devient pratiquement indépendante de la longueur d'onde.



Figure 2-12 Efficacité de diffusion en fonction du paramètre de taille représentée en (a) échelle linaire (b) échelle logarithmique. Le calcul a été effectué pour deux rapports d'indice entre la particule et le milieu environnant : m = 1.33 et m = 1.0816. Les zones grisées représentent les régions du spectre visible pour deux rayons différents de la sphère (1 et 5 μm).

Ainsi, dans le cadre de la simulation, nous avons utilisé la fonction de Henyey-Greenstein pour calculer les angles de diffusion, en supposant que toutes les longueurs d'ondes soient diffusées dans les mêmes proportions.

2.1.3.2.2 Calcul de la phase aléatoire

On rappelle que l'objectif est de déterminer la proportion de lumière cohérente qui participe à la formation du signal d'interférences. Les rayons lumineux qui sont déviés par les diffuseurs possèdent des phases aléatoires qui ont tendance à bruiter et à diminuer la qualité du signal interférométrique.

Les hypothèses effectuées pour le calcul de la phase aléatoire sont les suivantes :

- les particules sont sphériques donc la direction de diffusion est indépendante de l'angle azimutal φ ;
- les sections efficaces des centres diffuseurs (rapport de l'énergie diffusée sur l'intensité incidente) sont indépendantes de λ .

L'échantillon diffusant est illuminé par une lumière polychromatique dont les directions d'incidence correspondent aux angles définis par l'ouverture numérique de l'objectif. La méthode de calcul est basée sur la décomposition de chaque onde plane incidente et de chaque longueur d'onde en une somme de *N* rayons possédant des phases aléatoires indépendantes. Un rayon peut être diffusé plusieurs fois. Le schéma de propagation d'un rayon à l'intérieur du milieu est donné sur la figure 2-13. Celui-ci illustre le trajet de trois rayons différents subissant soit aucun, soit un, soit plusieurs phénomènes de diffusion. Les photons qui suivent ces trajets sont qualifiés respectivement de photons balistiques, serpentiles et diffusés. Le terme « serpentile » définit plus classiquement un photon qui est diffusé une ou plusieurs fois, mais dont la trajectoire reste peu éloignée par rapport au chemin défini par le principe de Fermat.





Une fois que le rayon est entré dans le milieu, la distance qu'il parcourt entre deux phénomènes de diffusion, ainsi que l'angle avec lequel il sera dévié, sont des variables aléatoires calculées à partir de densités de probabilités. Ces densités représentent les lois de probabilités qui décrivent le comportement aléatoire de ces variables. La phase aléatoire due à la diffusion de l'onde est donc calculée à partir d'un couple de deux variables :

- la distance entre chaque phénomène de diffusion ;
- l'angle de diffusion.

La variable aléatoire *d*, qui définit la distance parcourue par l'onde avant la prochaine interaction avec une particule, suit une loi exponentielle de paramètre μ_{diff} . L'espérance de cette densité est donnée par $1/\mu_{diff}$ et l'on retrouve bien une moyenne égale au libre parcours moyen de diffusion l_{diff} .

$$f(x) = \mu_{diff} \exp(-\mu_{diff} x) \qquad x > 0 \tag{2.40}$$

Le tirage des variables aléatoires $\{d_i\}$ s'effectue à l'aide de la méthode de la transformée inverse qui consiste à produire une suite de nombres aléatoires de distribution donnée à partir de l'expression de sa fonction de répartition. Finalement, les variables $\{d_i\}$ sont tirées à l'aide de l'équation suivante où r est une variable aléatoire qui suit une loi uniforme entre 0 et 1.

$$d = -\frac{1}{\mu_{diff}} \ln(r) \qquad r \sim U(0,1)$$
(2.41)

La variable aléatoire α , qui correspond à l'angle de diffusion, suit une loi *P* décrite par la densité de probabilité (ou fonction de phase) de Henyey-Greenstein (Eq. 2.39). Afin de tirer les variables aléatoires { α_i } suivant la loi *P*, la méthode du rejet a été utilisée. Brièvement, l'idée consiste à utiliser le tirage d'une variable aléatoire, simple à simuler, afin de modéliser une densité plus complexe. Pour plus de précisions, le lecteur peut se rapporter à l'annexe C. Puisque nous utilisons des angles orientés où le sens trigonométrique définit le sens positif, la variable α est tirée entre $-\pi$ et π . Les figures 2-14(a) et (b) représentent le tirage des deux variables aléatoires pour différents paramètres.



Figure 2-14 Tirages des variables d et α selon les lois exponentielles et de Henyey-Greenstein.

Nous cherchons à construire le signal interférométrique lié à la réflexion sur la face arrière de l'échantillon diffusant (figure 2-15). Les rayons lumineux réfléchis par la face arrière peuvent avoir été déviés durant la traversée du milieu. Ils ont donc parcouru une distance optique supérieure au chemin optique « classique » donné par la distance d'un aller-retour (*2ne* pour une incidence normale). Le déphasage entre l'onde de référence et l'onde objet peut alors se déterminer à partir des figures 2-13 et 2-15.



Figure 2-15 (a) Différence de parcours entre un rayon balistique (noir) et un rayon diffusé (bleu) depuis l'émission jusqu'à la collection par la caméra. (b) Déphasage en sortie du milieu entre un rayon diffusé (bleu) et le rayon de référence (noir). Le miroir de référence se situe dans le plan défini par la surface de l'échantillon.

La figure 2-15 illustre la propagation d'un rayon diffusé par rapport à un rayon balistique. Le trajet aléatoire du rayon diffusé est fortement exagéré par rapport aux échantillons étudiés, qui se caractérisent généralement par un facteur d'anisotropie proche de 1. Le rayon diffusé en bleu va posséder, lors de sa sortie du milieu, un angle de sortie θ_s aléatoire. La valeur de cet angle permettra de savoir si le rayon sera collecté ou non par l'objectif. D'autre part, comme l'angle de sortie peut être différent de l'angle de sortie du rayon de référence, un déphasage supplémentaire s'ajoute lors du trajet entre la surface et l'objectif. D'après la figure 2-15(b), nous observons que le rayon incident parcourt le même trajet jusqu'au point A, se divise en ce point et, qu'après le passage aux points B et C, les rayons objet et de référence se propagent de la même manière dans le milieu. La différence de marche entre ces deux rayons est donc égale à :

$$\delta = [AA_1...A_nB] - [AC] = n(AA_1 + ... + A_nB) - (AC)$$
(2.42)

Même pour des rayons fortement inclinés en sortie (θ_s proche de l'angle maximal de collection de l'objectif), la distance (*AC*) reste négligeable par rapport au chemin optique parcouru dans l'échantillon. Nous considérerons donc que le déphasage entre l'onde diffusée et l'onde de référence est uniquement lié à la propagation aléatoire du faisceau dans le milieu diffusant.

Nous verrons dans le chapitre 3 la nécessité de travailler avec une ON effective très faible pour la mesure de spectres résolus en profondeur. De ce fait, nous avons limité la complexité du problème en admettant que l'illumination se résume à une onde plane arrivant en incidence normale.

Pour déterminer la phase aléatoire d'un rayon quelconque, nous effectuons dans un premier temps le tirage des variables aléatoires $\{d_i\}$. Si la valeur de d_1 est supérieure à 2*e* (distance d'un aller-retour dans la couche pour une incidence normale), le rayon n'est pas diffusé. Dans le cas contraire, cela signifie que le rayon subit au minimum un phénomène de diffusion durant sa propagation. Nous tirons alors les variables $\{\alpha_i\}$ et calculons le projeté orthogonal X_i de la distance d_i sur l'axe vertical Z (figure 2-13). Cette opération est répétée tant que le rayon n'est pas ressorti de la couche diffusante. La condition à satisfaire pour que le rayon ressorte de la couche est la suivante :

$$\sum_{i} X_{i} \le 0 \qquad \text{ou} \qquad \sum_{i} X_{i} \ge 2e \tag{2.43}$$

avec la variable X qui se calcule facilement suite à l'utilisation d'angles orientés :

$$X_i = d_i \cos\left(\sum_{\nu=1}^i \alpha_\nu\right) \tag{2.44}$$

L'angle α_1 est l'angle de réfraction à l'entrée de la couche et est toujours égal à 0 pour une incidence normale. *X* devient négatif dans le cas d'une diffusion vers l'arrière.

Bien évidemment, il se peut qu'un rayon soit rétrodiffusé avant d'interagir avec l'interface arrière ou, à contrario, qu'il interagisse plusieurs fois avec ladite interface. Pour compter le nombre de fois que le rayon est réfléchi par l'interface, un test est effectué à chaque phénomène de diffusion. A chaque fois que la condition définie par l'Eq. 2.45 est satisfaite, le rayon interagit avec l'interface.

$$\left[\left(\sum_{\nu=1}^{i-1} X_{\nu} < e\right) \land \left(\sum_{\nu=1}^{i} X_{\nu} > e\right)\right] \lor \left[\left(\sum_{\nu=1}^{i-1} X_{\nu} > e\right) \land \left(\sum_{\nu=1}^{i} X_{\nu} < e\right)\right]$$
(2.45)

Imaginons que la condition 2.42 soit réalisée pour i = f. L'angle θ_f entre la direction finale du rayon et la normale à la surface est calculé à partir de l'Eq. 2.46, où $\sum \alpha_i$ est ramené dans l'intervalle [- π ; π] à l'aide de la fonction *wrapToPi* de Matlab.

$$\begin{aligned}
\theta_f &= \left| \sum_{i=1}^{f} \alpha_i \right| \quad \text{si} \quad \left| \sum_{i=1}^{f} \alpha_i \right| < \frac{\pi}{2} \\
\theta_f &= \pi - \left| \sum_{i=1}^{f} \alpha_i \right| \text{ autrement} \end{aligned} \tag{2.46}$$

La valeur de l'angle θ_f permet de savoir si le rayon est réfracté puis dirigé vers l'objectif ou s'il subit un phénomène de réflexion totale, auquel cas nous considérons le rayon perdu. Donc, si l'angle vérifie l'Eq. 2.47, le signal interférométrique s'écrit simplement selon l'expression 2.48.

$$\theta_f \ge \arcsin\left(\frac{1}{n}\right)$$
(2.47)

$$I(\lambda, z) = 2S(\lambda)\sqrt{R_{e_1}(\lambda)}\cos\left(\frac{4\pi}{\lambda}z + \phi_{e_1}\right)$$
(2.48)

Dans le cas où le rayon est réfracté, on calcule l'angle de sortie θ_s à l'aide de la loi de Snell-Descartes.

$$\theta_s = \arcsin\left[n\sin\left(\theta_f\right)\right] \tag{2.49}$$

Si cet angle est inférieur à l'angle maximal que peut collecter l'objectif, le rayon est pris en compte pour le calcul du signal interférométrique. Sinon, le rayon est perdu et le signal interférométrique est égal à l'Eq. 2.48. L'angle maximal de collection est donné en fonction de l'ON de l'objectif :

$$\theta_{\max} = \arcsin(ON) \tag{2.50}$$

Pour le calcul exact du chemin optique, il faut sommer sur l'ensemble des distances d_i parcourues par le rayon avant que l'Eq. 2.43 soit satisfaite. Bien évidemment, il faut faire attention à la dernière valeur d_f qui peut être bien plus grande que la distance nécessaire pour sortir de la couche. Afin de déterminer quelle est la distance réelle d_f parcourue par le rayon avant d'arriver à la surface de l'échantillon, nous calculons la distance X_f , projeté orthogonal sur Z, satisfaisant l'Eq. 2.51, puis recalculons d_f à partir de l'Eq. 2.52.

$$X_f = 2e - \sum_{i=1}^{f-1} X_i$$
 (2.51)

$$d_f = \frac{X_f}{\cos(\theta_f)} \tag{2.52}$$

Le chemin optique parcouru par le rayon s'écrit donc :

$$\Delta = n \sum_{i=1}^{J} d_i \tag{2.53}$$

Nous avons vu dans la partie 1.2.2.4 que le phénomène d'interférences ne pouvait avoir lieu qu'au niveau d'une certaine zone, appelée volume focal, au-delà de laquelle les franges d'interférences sont totalement atténuées. Il est donc nécessaire de multiplier chaque signal contribuant à la formation finale du signal d'interférences par l'enveloppe de cohérence spatiale du système, définie par l'Eq. 1.40. Finalement, pour un rayon collecté par l'objectif, le signal interférométrique s'écrit :

$$I(\lambda, z) = S(\lambda) \left[2\sqrt{R_{e_1}(\lambda)} \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda}z + \phi_{e_1}\right) \left| \operatorname{sinc}\left(\frac{\pi z O N_{eff}^2}{2\lambda_0}\right) \right| + 2\left(1 - R_{e_1}(\lambda)\right) \sqrt{R_{e_2}(\lambda)}^p \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}(2z - \Delta) + \phi_{e_2}\right) \left| \operatorname{sinc}\left(\frac{\pi(z - e_1)O N_{eff}^2 n}{2\lambda_0}\right) \right| \right]$$

$$(2.54)$$

où p est le nombre de fois que le rayon interagit avec l'interface.

La construction complète du signal interférométrique s'effectue ensuite en sommant les N rayons pour chaque longueur d'onde λ , puis en additionnant la contribution de chaque longueur d'onde du spectre.

$$I(z) = \int_{\lambda} \sum_{l=1}^{N} \tilde{I}(\lambda, z)_{(l)} d\lambda$$
(2.55)

où $\tilde{I}(\lambda, z)_{(l)}$ s'écrit selon les cas avec l'expression 2.48 ou 2.54.

2.1.3.2.3 Exemple de signaux interférométriques dans une couche diffusante

La formule 2.54 a été appliquée pour générer le signal interférométrique d'une couche diffusante de 50 μ m d'épaisseur pour différents facteurs d'anisotropie *g* et différents coefficients de diffusion μ_{diff} . L'échantillon simulé est une couche de PDMS (Polydiméthylsiloxane), déposée sur un substrat de silicium. Le PDMS est un matériau transparent qui possède un indice de réfraction quasiment constant (~1.4) dans toute la gamme de longueurs d'ondes considérée (500-1000 nm). Le silicium est un matériau absorbant dans l'ultraviolet dont l'indice varie entre 4 et 3.7 dans la plage spectrale 500-1000 nm. La figure 2-16 représente le signal de la couche sans diffusion, utilisé en tant que référence.



Figure 2-16 Signal interférométrique de la couche de PDMS de 50 µm sans diffusion.

On considère que des particules diffusantes sont ajoutées dans le PDMS et que l'échantillon possède alors les propriétés suivantes :

- cas (a) :
$$g = 0.75$$
 et $\mu'_{diff} = 15.10^4 \,\mu\text{m}^{-1}$ ($\Rightarrow \mu_{diff} = 60.10^4 \,\mu\text{m}^{-1}$ et $l_{diff} = 166 \,\mu\text{m}$)

- cas (b):
$$g = 0.75$$
 et $\mu'_{diff} = 40.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1} (\Rightarrow \mu_{diff} = 160.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1}$ et $l_{diff} = 62.5 \,\mu\text{m}$)

- cas (c) :
$$g = 0.75$$
 et $\mu'_{diff} = 100.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1} (\Rightarrow \mu_{diff} = 400.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1}$ et $l_{diff} = 25 \,\mu\text{m}$)

Ces jeux de paramètres permettent d'observer le signal d'interférences pour les cas de faible diffusion, de diffusion moyenne et de forte diffusion. Ces valeurs ont été choisies par rapport aux données listées dans (Bashkatov et al., 2011) qui donnent les paramètres g, μ'_{diff} et μ_{diff} pour différents types de tissus. Nous avons fixé la valeur de g afin d'observer uniquement la dépendance en fonction du paramètre μ_{diff} . Une valeur de 0,75 représente la moyenne du facteur d'anisotropie dans les tissus où celui-ci varie généralement entre 0,6 et 0,9. Les signaux interférométriques pour les cas (a), (b) et (c) sont représentés sur la figure 2-17.

Nous constatons, comme attendu, une atténuation d'amplitude de l'interférogramme de la face arrière (interface PDMS-silicium) lorsque la concentration de diffuseurs augmente. L'effet sur l'analyse spectrale sera discuté dans le chapitre 3.





Afin d'observer la dépendance du signal interférométrique avec le facteur d'anisotropie, nous avons maintenant fixé le coefficient de diffusion μ_{diff} à 160.10⁻⁴ µm⁻¹. Nous avons ensuite calculé le signal d'interférences pour g = 0.9 (a), g = 0.6 (b) et g = 0.2 (c).



Figure 2-18 Evolution du signal d'interférences dans une couche diffusante possédant un coefficient de diffusion de $160.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1}$ pour différentes valeurs du facteur d'anisotropie. (a) g = 0,9. (b) g = 0,6. (c) g = 0,2. Les signaux sont normalisés par rapport à l'intensité maximale de l'interférogramme le plus contrasté.

Nous remarquons également que la diminution du facteur d'anisotropie entraîne une atténuation de l'amplitude du deuxième interférogramme.

L'influence de g semble néanmoins moins importante que celle de μ_{diff} dans les simulations réalisées. En effet, il y a peu de différences entre les signaux pour des valeurs de 0,6 et de 0,2. Cependant, il est évident que lorsque la distance de libre parcours moyen diminuera (augmentation de μ_{diff}), l'influence de g sera plus importante. En effet, pour de faibles concentrations de diffuseurs, les photons peuvent quasiment effectuer un aller-retour dans la couche sans ne jamais être déviés. L'effet de g est alors infime, puisqu'un photon subit au maximum une seule diffusion. Lorsque μ_{diff} augmente, les photons sont alors diffusés de multiples fois. Si g est élevé, les diffusions seront principalement dirigées vers l'avant, ne modifiant que légèrement le chemin optique. Cependant, pour un g faible, les angles de diffusion peuvent être beaucoup plus grands, résultant en un chemin optique fortement rallongé.

D'autre part, ce programme permet de calculer la profondeur d'imagerie maximale atteignable dans une couche diffusante caractérisée à partir des paramètres g et μ_{diff} . Cette profondeur se définit comme étant celle où l'amplitude du second interférogramme est totalement atténuée. En général, ces couches sont également absorbantes, favorisant une atténuation plus rapide du signal. L'absorption n'est pour le moment pas prise en compte, mais serait facile à inclure dans le programme. Il suffirait d'ajouter le terme de décroissance en exponentielle donné par la loi de Beer-Lambert.

2.2 Systèmes expérimentaux

L'ensemble des systèmes optiques employés sont des systèmes interférométriques basés sur la configuration de tomographie par cohérence optique plein champ. Dans les trois premières parties, nous décrivons les microscopes interférométriques qui furent utilisés. Le premier est un microscope interférométrique Leitz-Linnik, qui a été modifié pour automatiser les mesures. En raison du caractère non flexible de la mécanique de ce microscope, qui est du type métallographique en réflexion, nous avons choisi de développer entièrement deux nouveaux systèmes interférométriques. Leur intérêt résidait principalement dans leur grande flexibilité, augmentant ainsi notre capacité à adapter leurs agencements et leurs composants optiques en fonction de nos expériences et des objectifs visés. Dans la deuxième partie, nous présentons un microscope interférométrique compact destiné à fonctionner en configuration Mirau. Celui-ci est basé sur le système de tubes de lentilles de Thorlabs. Dans la troisième partie, le développement complet d'un système interférométrique Linnik sur table optique (« breadboard » de Thorlabs) est présenté. Les étapes du développement se répartissent entre la modélisation de la partie mécanique, la simulation du montage optique et la construction du système sur table optique. Enfin, la dernière partie est consacrée à la description du programme d'acquisition et de traitement qui est identique quel que soit le système optique utilisé.

La salle de microscopie est représentée sur la figure 2-19. Les systèmes interférométriques sont disposés sur la table optique et sont reliés au système d'acquisition de la manière présentée sur la figure 2-20. Chaque système de mesure possède sa propre source d'illumination, tandis que la caméra et le dispositif piézoélectrique sont associés aux différents systèmes.



Figure 2-19 Salle de caractérisation par interférométrie.



Système interférométrique



2.2.1 Microscope Leitz-Linnik

Ce microscope vertical classique, mécaniquement très stable, est conçu d'une manière très compacte comme illustré sur la figure 2-21. Etant difficilement démontable, un schéma du montage optique est proposé en accord avec nos observations. Après avoir étudié longuement ce microscope, nous avons émis l'hypothèse que l'éclairage est de type Köhler (qui est expliqué dans la partie 2.2.3.2).



Figure 2-21Photo du microscope Leitz-Linnik et représentation schématique du montage optique. MR,
Miroir de Référence ; PZT, Table PiéZoélectrique ; D.O, Diaphragme d'Ouverture.

La source lumineuse est une lampe à incandescence dont le spectre a été mesuré à l'aide d'un mini spectromètre portatif (« BRC111A/112E Series Fiber Coupled 16 Bit USB CCD Spectrometer » de chez B&W Tek) pour différentes tensions d'alimentation (différentes températures du filament).



Figure 2-22 Spectre réel de la lampe halogène mesuré avec un mini spectromètre.

Comme on peut le voir sur la figure 2-21, le microscope est conçu pour fonctionner avec des objectifs qui ne sont pas corrigés à l'infini. Cela signifie que l'image fournie par l'objectif de microscope se situe à une distance finie et est uniquement corrigée des aberrations géométriques à cette distance bien précise (généralement comprise entre 160 et 200 mm). Le placement précis de la lentille de tube qui focalise l'image sur la caméra nécessite donc l'utilisation d'objectifs bien spécifiques. Nous disposons d'objectifs de grandissement x50 (ON = 0,85) et x10 (ON = 0,18). Ce microscope est donc incompatible avec des objectifs corrigés à l'infini, qui présentent néanmoins certains avantages. Ces objectifs se caractérisent par leur propriété de focaliser à l'infini : les aberrations sont donc corrigées à l'infini. Ils permettent d'obtenir des rayons lumineux parallèles entre l'objectif et la lentille de tube, cela offre la possibilité d'introduire divers composants optiques (polariseurs, prismes,...) le long de ce trajet sans causer de dommages à l'image finale. De plus, les objectifs corrigés à l'infini sont interchangeables sur tous les microscopes adaptés à l'infini, sous réserve d'utiliser une focale de lentille de tube compatible avec la marque des objectifs.

L'emploi d'une source incandescente associée à une caméra monochrome (Photon focus, voir partie 2.2.4), conduit au spectre effectif illustré dans la table 2-1(d). Avec une longueur d'onde centrale λ_0 à 800 nm, une largeur spectrale $\Delta\lambda$ de 290 nm et l'utilisation d'objectifs d'ON 0,85, les résolutions latérale et axiale théoriques dans l'air sont égales à :

$$\Delta x = \frac{0.61\lambda_0}{ON} = 0,57\,\mu m \qquad \Delta z = \frac{2\ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} = 0,97\,\mu m \qquad (2.56)$$

Comme nous le verrons dans le chapitre 3, les premières caractérisations spectrales ont été réalisées avec le microscope Leitz-Linnik. Afin de vérifier la reproductibilité et la robustesse de la méthode, nous avons choisi de l'appliquer à un deuxième système interférométrique possédant une configuration optique différente et une autre source d'illumination. C'est pourquoi nous avons développé rapidement un petit microscope en configuration Mirau. L'utilisation d'un tel objectif interférométrique permettait de surcrôît d'observer si la qualité des mesures spectrales était fortement dépendante de la qualité du signal interférométrique. En effet, les franges d'interférences obtenues en configuration Mirau sont très souvent d'une meilleur qualité et mieux contrastées que celles obtenues en configuration Linnik, qui reste la disposition optique la plus difficile à régler et à aligner. Etant corrigé à l'infini, l'objectif de Mirau (réf Nikon 50x) ne pouvait pas être adapté sur le microscope Leitz.

2.2.2 Microscope à tubes « Thorlabs »

Ce microscope a été conçu à partir d'éléments optiques et mécaniques du fournisseur Thorlabs. Il s'agit d'un microscope très compact développé à partir de tubes de lentilles (diamètre de 25,4 mm). Le montage se compose de trois blocs : la partie illuminateur, la partie interférométrique et la partie acquisition.

Le bloc illumination se compose d'une LED blanche, de trois lentilles asphériques de focale 20 mm et d'un diaphragme (de champ). Les distances entre chaque élément ont été réglées de telle sorte à se rapprocher d'une illumination de type Köhler.

La partie interférométrique se compose du cube séparateur permettant d'envoyer la lumière incidente vers l'objectif de Mirau, puis de la rediriger vers la caméra après réflexion sur l'échantillon. Dans la configuration Mirau, le piézoélectrique peut être directement lié à l'objectif : il est donc inséré entre le cube et l'objectif. L'interférence entre les ondes objet et référence a directement lieu à l'intérieur de l'objectif (figure 2-24).



Figure 2-23 Modélisation mécanique des trois blocs constituant le microscope à tubes « Thorlabs » avec le logiciel de CAO Geomagic Design. (a) Illuminateur. (b) Bloc interférométrie. (c) Bloc acquisition. Les fichiers 3D des composants mécaniques et optiques ont été obtenus sur le site de Thorlabs.

Le bloc acquisition est simplement constitué de la lentille de tube (lentille biconvexe de focale 75 mm) qui focalise sur la caméra. Normalement, pour un objectif de la marque Nikon, la focale de la lentille de tube doit être de 200 mm afin d'obtenir un fonctionnement optique optimal (obtenir la valeur réelle du grossissement et une correction optimale des aberrations). Pour des raisons de coût et de place, nous utilisons une focale de 75 mm qui permet néanmoins d'éviter les phénomènes de vignettage et de courbure de champ. L'assemblage complet des blocs conduit au système représenté sur la figure 2-24.



Figure 2-24Photo du microscope Thorlabs et représentation schématique du montage optique. MR, Miroir
de Référence ; S, Séparatrice ; PZT, Table PiéZoélectrique ; D.C, Diaphragme de Champ.

La LED blanche possède bien évidemment un spectre d'émission plus étroit qu'une lampe thermique et conduit donc au spectre effectif de la table 2-1(d). Ce spectre effectif a été mesuré pour la même

caméra monochrome que celle utilisée avec le microscope Leitz-Linnik. Il en résulte une longueur d'onde centrale à 630 nm et une largeur spectrale de 210 nm. L'ouverture numérique de l'objectif Mirau étant de 0.55, les résolutions théoriques sont :

$$\Delta x = 0,7\,\mu m \qquad \Delta z = 0,83\,\mu m \tag{2.57}$$

2.2.3 Système sur table optique « breadboard » Thorlabs

Contrairement aux deux microscopes présentés, le système « breadboard » a été entièrement développé sur une table optique montée à la verticale. L'objectif était de construire un système interférométrique en configuration Linnik adapté pour des objectifs corrigés à l'infini. Ainsi, il permettra d'utiliser tout un panel d'objectifs différents et même de se limiter à la configuration Mirau ou Michelson en bloquant le chemin de référence. Une autre caractéristique de ce système est l'utilisation d'un couple polariseur/analyseur, d'un cube polarisant et de lames quart d'ondes, permettant de contrôler la quantité de lumière dans chaque bras de l'interféromètre (Dubois et al., 2002). Cette propriété permet alors d'optimiser le contraste des franges d'interférences et donc la sensibilité de détection du système, qui est liée au rapport d'intensité entre la lumière réfléchie par le miroir de référence et l'échantillon. La configuration optique visée est présentée sur la figure 2-25.



Figure 2-25 Schéma de la configuration optique du système développé sur une table optique anti-vibratoire.

2.2.3.1 Modélisation mécanique du système

Pour un gain de place évident, nous avons décidé de développer le système sur une table optique orientée verticalement. Avant d'effectuer l'achat des différents composants, nous avons réalisé une modélisation mécanique de l'ensemble du système à partir des fichiers 3D des composants récupérés sur les sites des fournisseurs. Le logiciel de CAO utilisé est Geomagic Design. Il nous a permis de construire virtuellement le système en appliquant les contraintes réelles existantes entre les différents éléments du montage. L'objectif était de vérifier que chaque élément mécanique était correctement imbriqué au sein du système et que l'espace disponible sur la table était suffisant pour insérer l'intégralité des composants optiques et mécaniques. Le système devait pouvoir intégrer différentes sortes d'objectifs, possédant à la fois de courtes et de grandes distances focales (objectifs Mitutoyo). Les focales des lentilles de l'illuminateur ont été calculées afin d'obtenir un éclairage de type Köhler (simulé dans la partie 2.2.3.2). Les distances focales des lentilles nous ont alors permis d'obtenir une idée de la longueur occupée par la partie illumination (de la LED jusqu'au cube séparateur). Le réglage d'un interféromètre Linnik repose sur un positionnement très précis des différents éléments qui le composent. Par exemple, les objectifs doivent être placés de manière à faire coïncider leurs plans focaux d'entrées avec l'image intermédiaire de la source. La distance entre l'objectif du bras objet et l'échantillon, ainsi que celle entre l'objectif du bras de référence et le miroir de référence, doivent également être réglables et ce, indépendamment de la position de l'objectif. Toutes ces conditions nous ont amenés à utiliser différents types de tables de déplacement et de montures optiques résumés ci-dessous.

Les éléments constituant l'illuminateur sont placés dans des montures permettant un réglage précis en translation selon les axes X et Y (l'axe Z définit le sens de propagation de la lumière).

L'objectif du bras objet est positionné sur une monture permettant un réglage très précis en translation selon les axes X et Y.

L'ensemble « objectif + miroir de référence » est monté sur une table de translation à grande dynamique (25 mm) et à grande sensibilité de déplacement (0,1 μ m). Cette table permet de régler la différence de chemin optique entre les deux bras de l'interféromètre. Le miroir de référence est inséré dans une monture permettant de régler son inclinaison selon les axes X et Y (le miroir doit être perpendiculaire à l'axe de l'objectif). Cette monture est elle-même positionnée sur une mini-table de translation selon Z permettant de régler le plan de focalisation.

L'échantillon est placé sur le dispositif piézoélectrique pour le balayage en Z. Celui-ci est installé sur un goniomètre 2 axes (résolution de 7,7 mrad/rev) permettant de régler l'inclinaison de l'échantillon (réglage de l'orientation et de l'élargissement des franges). Le goniomètre est fixé sur une table de translation X-Y-Z afin d'ajuster à la fois la zone étudiée et le plan de focalisation. Initialement, le dispositif de translation X-Y-Z était composé de trois tables de translation 1D imbriquées les unes avec les autres et était directement rattaché à la table verticale afin que l'ensemble des composants soit soumis aux mêmes perturbations (vibrations...), comme c'est illustré sur la figure 2-26(a). Cependant, certainement en raison du poids trop important à supporter, nous observions une faible dérive selon Z

résultant en un défilement des franges d'interférences avec le temps (figure 2-27). Ainsi, le dispositif a été remplacé par un bloc de translation X-Y-Z compact et fixé sur la table optique horizontale.



Figure 2-26 Dispositif de translation X-Y-Z. (a) Par association de 3 tables de translation 1D fixées sur la table optique verticale. (b) Bloc de translation X-Y-Z compact fixé sur la table horizontale.



Figure 2-27 Images des franges d'interférences sur un substrat de silicium acquises à différents moments. (a) t = 0 s. (b) t = 10 s. (c) t = 20 s. (d) t = 40 s. L'objectif de Mirau est utilisé.

Les trois lames à retard quart d'onde sont respectivement attachées aux montures des deux objectifs et à celle de la lentille « imageur ». La lentille imageur (réf TTL200 chez Thorlabs) est spécifiquement conçue pour l'imagerie à large champ et pour fonctionner avec des objectifs corrigés à l'infini. La distance entre les objectifs et la lentille imageur doit être comprise entre 70 et 170 mm pour un fonctionnement optimal. Pour une distance inférieure à 70 mm, des aberrations peuvent apparaître sur l'image, tandis que pour une distance trop grande, des effets de vignettage apparaîtront. La distance de travail de la lentille imageur étant de 143 mm, nous connaissions tous les paramètres permettant de déterminer la hauteur maximale du montage optique. Nous avons donc choisi une table optique de 600 x 900 x 12,5 mm (H x L x e), afin d'avoir suffisamment de place pour disposer l'intégralité des composants, tout en conservant une bonne stabilité mécanique en limitant la hauteur de la table.



Figure 2-28 Modélisation du montage pour une vue de face. Note : le repère ne correspond pas à la convention utilisée dans le texte. Dans notre cas, il faut voir $\vec{x} = \vec{z}$ et $\vec{z} = -\vec{x}$.

Le miroir de référence, qui est situé au sommet d'une superposition de tables de translation et de montures optiques, correspond au composant le plus éloigné de la table et définit donc la hauteur de l'axe optique. Les différentes vues offertes par le logiciel de conception Geomagic Design ont alors permis d'identifier la hauteur des tiges nécessaires pour obtenir un système optique centré (figures 2-29(a)-(b)-(c)).

La stabilité mécanique du système a été assurée par 4 équerres permettant de fixer la plaque « breadboard » à la table optique, par l'utilisation de tiges de 20 mm d'épaisseur et par le choix, si possible, de matériaux en acier inoxydable (faible coefficient thermique).



Figure 2-29 Modélisation du système optique pour une vue de (a) droite (b) gauche (c) haut.


Figure 2-30 Montage optique vu de deux angles opposés.

Le montage illustré sur les figures précédentes ne correspond pas exactement au montage final. En effet, afin de faciliter le réglage, nous avons remplacé les montures optiques des composants de l'illuminateur, ainsi que celle de l'objectif du bras objet. La précédente configuration aurait conduit à un réglage de l'inclinaison selon l'axe Y beaucoup trop complexe. Sachant à quel point l'inclinaison des éléments optiques est critique pour un bon fonctionnement du système, nous avons choisi de lier la totalité du bloc illuminateur par une série de quatre tiges, dont les extrémités sont rattachées à la monture de la LED et au cube séparateur. Ce changement permet ainsi de s'affranchir du réglage de l'inclinaison des objectifs étant tout aussi important, nous avons également relié la monture de l'objectif objet au cube séparateur à l'aide de quatre tiges.

2.2.3.2 Simulation optique

Dans cette partie, nous cherchons à calculer les focales des lentilles et les distances entre chaque élément de l'illuminateur permettant d'obtenir un éclairage de type Köhler.

Le principe de l'illuminateur de Köhler est de pouvoir contrôler de manière totalement indépendante, la taille du champ éclairé, l'angle du cône de lumière et la quantité de lumière reçue pour chaque point de l'échantillon. Un illuminateur de Köhler correctement réglé permet de rejeter l'image du filament de la source à l'infini dans l'espace objet. Pour cela, on forme tout d'abord l'image de la source à travers un condenseur dans le plan d'un diaphragme, appelé *diaphragme d'ouverture (DO)*, qui permet de contrôler l'angle du cône de lumière frappant chaque point de l'échantillon. Par son influence sur l'ON de l'éclairage, le DO gouverne la cohérence spatiale de l'éclairage. Il joue donc un rôle dans la formation de l'image finale (en termes de résolution). Le DO est lui-même conjugué avec le plan focal arrière de l'objectif. Celui-ci en reforme donc l'image à l'infini, assurant ainsi l'uniformité de l'illumination sur le champ observé. Un second diaphragme, appelé *diaphragme de champ (DC)*, permet d'ajuster la taille de la zone éclairée sur l'échantillon. L'illuminateur de Köhler repose alors sur les conjugaisons suivantes :

- Diaphragme de champ \leftrightarrow Echantillon ;

- Filament de la source \leftrightarrow Diaphragme d'ouverture ;
- Diaphragme d'ouverture ↔ Pupille d'entrée de l'objectif.

En résumé, les propriétés de cet illuminateur permettent de contrôler la cohérence partielle de l'éclairage. Elles assurent également que chaque point de l'échantillon contenu dans la zone définie par le DC reçoive le même éclairement et soit illuminé par le même cône de lumière.

Afin de réduire au maximum les aberrations sphériques et chromatiques, les trois premières lentilles sont des achromats asphérisés (technologie TECHSPEC® de chez Edmund Optics). La quatrième lentille de l'illuminateur, nécessitant une plus grande distance focale, est uniquement corrigée pour les aberrations chromatiques. La sélection et la disposition des lentilles se sont effectuées selon les critères suivants :

- La première lentille qui collimate le faisceau devait avoir une focale assez faible afin de récupérer un maximum de rayons lumineux. En effet, la source blanche possède une surface d'émission de 1 mm² et un angle d'émission de 120° : l'utilisation d'une trop grande focale aurait conduit à une importante perte d'énergie.
- Les deux lentilles suivantes, ainsi que la distance qui les sépare, devaient conduire à une illumination uniforme du DC.
- La position et la focale de la dernière lentille devaient permettre d'envoyer l'image du DC à l'infini, ainsi que de focaliser l'image du DO à une distance suffisamment éloignée pour pouvoir coïncider avec le plan focal objet de l'objectif. En effet, le cube séparateur est situé entre ces deux éléments.

Afin de réaliser ces simulations et de trouver la configuration optique la plus adaptée, nous avons utilisé le logiciel de modélisation Code V de Synopsis. Après différents essais, nous avons opté pour la configuration donnée sur la figure 2-31.

Les caractéristiques des lentilles (type et épaisseur des verres, rayon de courbure, forme de la surface asphérique,...) ont été récupérées sur les fiches techniques des composants qui sont fournies par Edmund Optics.

Surface #	Surface Name	Surface Type	Y Radius	Thickness	Glass	Refract Mode	Y Semi-Aperture
Object	Source	Sphere	Infinity	23.1600		Refract	0
Stop		Sphere	Infinity	0.0000		Refract	11.2500 0
2	Lens1 (f=30)	Asphere	204.0816	0.0800	517000.052000	Refract	12.5000 0
3		Sphere	Infinity	2.5000	NSF57_SCHOTT	Refract	12.5000 0
4		Sphere	34.8000	9.0000	NLAK14_SCHOTT	Refract	12.5000 ^O
5	Lens1_fin	Sphere	-20.0000	50.0000		Refract	12.5000 0
6	Lens2 (f=50)	Sphere	28.5000	9.0000	SFSL5_OHARA	Refract	12.5000 ^O
7		Sphere	-31.0000	2.5000	STIH13_OHARA	Refract	12.5000 0
8		Sphere	-66.0000	0.0800	517000.052000	Refract	12.5000 0
9	Lens2_fin	Asphere	-63.0000	0.0000		Refract	12.5000 0
10		Sphere	Infinity	44.0800		Refract	12.5859 ^O
11	Diaph ouv	Sphere	Infinity	0.0000		Refract	6.0000 ^O
12		Sphere	Infinity	43.0000		Refract	1.3526 ^O
13	Lens3 (f=50)	Asphere	63.0000	0.0800	517000.052000	Refract	12.5000 0
14		Sphere	66.0000	2.5000	STIH13_OHARA	Refract	12.5000 0
15		Sphere	31.0000	9.0000	SFSL5_OHARA	Refract	12.5000 ^O
16	Lens3_fin	Sphere	-28.5000	0.0000		Refract	12.5000 0
17		Sphere	Infinity	1.0000		Refract	12.6232 ^O
18	Diaph champ	Sphere	Infinity	0.0000		Refract	12.5000 ^O
19		Sphere	Infinity	95.9200		Refract	12.6005 ^O
20	Lens4_fin	Sphere	129.9400	2.5000	NSF5_SCHOTT	Refract	12.5000 ^O
21		Sphere	44.6400	6.0000	NBK7_SCHOTT	Refract	12.5000 0
22	Lens4 (f=100)	Sphere	-61.4700	100.0000		Refract	12.5000 ^O
23		Sphere	Infinity	0.0000		Refract	2.8588 ^O
Image		Sphere	Infinity	0.0000		Refract	2.8588 0
End Of Data							

Figure 2-31 Agencement final des éléments de l'illuminateur.

Le trajet complet de la lumière est illustré sur la figure 2-32. Les rayons verts, bleus et rouges sont respectivement émis depuis la source aux points de coordonnées (x, y, z) = (0,0,0), (x, y, z) = (0,-0.5 mm, 0) et (x, y, z) = (0,0.5 mm, 0). Un objectif ayant des caractéristiques similaires à ceux utilisés expérimentalement est chargé depuis la base de données de code V pour représenter la propagation des rayons dans l'espace objet.



Figure 2-32 Modélisation de l'illuminateur par tracé de rayons. Les rayons verts sont émis depuis le centre de la surface d'émission, les rayons rouges et bleus sont émis depuis les extrémités de la surface. (a) Système entier allant de la source jusqu'à l'échantillon (non représenté ici mais localisé au niveau du plan focal de l'objectif). (b)-(c) Agrandissement des parties situées dans les cadres rouge et bleu.

Parmi la liste des achromats asphérisés proposées par Edmund Optics, nous avons sélectionné comme première lentille celle possédant la focale la plus courte (30 mm) afin de récupérer un maximum de rayons lumineux. Comme on peut le voir sur la figure 2-32(b), l'image du DO est approximativement focalisée à une centaine de millimètres de la 4^{ème} lentille. Cette position doit correspondre au plan focal de l'objectif. Cette longueur est suffisante pour pouvoir intégrer le cube séparateur de 30 mm de côté entre la lentille et l'objectif. Le diaphragme de champ est placé à 95,92 mm en amont de la dernière lentille. Cela permet d'envoyer son image à l'infini, qui sera ensuite focalisée par l'objectif au niveau de l'échantillon. L'une des conditions principales pour obtenir un éclairage de Köhler est de produire un éclairement uniforme de l'échantillon. Pour vérifier ce critère, nous nous sommes intéressés à la distribution de l'éclairement énergétique (irradiance) au niveau du DC. Pour cette simulation, nous avons considéré que la surface d'émission de la source était spatialement uniforme.



Figure 2-33 (a) Répartition de l'irradiance dans le plan où se situe le DC. (b) Irradiance tracée selon un profil passant par le centre du DC. Les droites noires représentent l'ouverture maximale de DC. Ces simulations ont été réalisées sous Code V de Synopsis.

On observe d'après la figure 2-33 une irradiance quasiment constante dans un rayon d'une dizaine de millimètres. Les diaphragmes d'ouverture et de champ possèdent une ouverture maximale de 12 mm de diamètre, soit un rayon de 6 mm. Ils sont donc éclairés uniformément.

2.2.3.3 Montage du système

Le système a été développé sur la table optique verticale en accord avec la modélisation mécanique et la disposition des composants donnée par la simulation optique. Le montage a été réalisé avec l'aide de Stéphane Perrin, post-doctorant de l'équipe.





Réglage de l'illuminateur

L'alignement des diaphragmes et des lentilles optiques s'est effectué en utilisant un laser He-Ne et des cibles d'alignement (trou de 1 mm) spécialement conçues pour le réglage de systèmes montés sur cage (ensemble de 4 tiges). Après avoir vérifié que le laser était correctement aligné avec l'axe optique du système, les composants ont été ajoutés et alignés les uns après les autres. Pour chaque élément, deux cibles étaient placées de part et d'autre afin de régler la position de l'élément selon les axes X et Y en jouant sur la translation de la monture mécanique.

4 Réglage de la caméra et de la lentille de tube

Comme dit précédemment, la lentille « imageur » doit être située à une distance comprise entre 70 et 170 mm des objectifs. Pour le positionnement de la caméra au niveau du plan focal image de la lentille, le réglage s'est effectué en deux étapes. Tout d'abord, la distance entre la lentille et le capteur est approximativement fixée à 143 mm (distance de travail de la lentille de tube). Le réglage précis s'effectue ensuite à l'aide d'un objectif de Mirau. Celui-ci, étant corrigé à l'infini, renvoie une image nette à l'infini lorsque l'objet est situé à la distance de travail de l'objectif. Le miroir de référence à l'intérieur de l'objectif interférométrique est quant à lui, placé de telle sorte que la différence de marche soit nulle lorsque l'objet est également placé à la distance de travail de l'objectif. Il suffit donc de déplacer l'échantillon verticalement, afin de faire apparaître les franges, puis de modifier légèrement la position de la caméra pour faire coïncider la netteté de l'image avec l'apparition des franges (superposition des plans de cohérence et de focalisation).

Réglage des éléments de polarisation

Nous observons sur la figure 2-25 la présence d'un analyseur sur le chemin retour de la lumière. Cet élément est en effet nécessaire suite à l'utilisation d'un cube séparateur polarisant, qui génère, au niveau de la lentille « imageur », deux ondes dont les polarisations sont rectilignes et orthogonales. D'après les lois de Fresnel et Arago (Mujat et al., 2004) (qui exposent les conditions à respecter pour que deux ondes avec des états de polarisations donnés puissent interférer), deux ondes ramenées dans le même plan de polarisation peuvent interférer à condition qu'elles aient été à l'origine polarisées dans le même plan. Kanseri et al. (Kanseri et al., 2007) ont démontré expérimentalement ces lois à l'aide d'un interféromètre de Mach-Zehnder pour les cas des polarisations linéaires et circulaires.

Dans notre cas de figure, la lumière émise par la source est polarisée aléatoirement, puis devient polarisée linéairement selon l'orientation du polariseur. Cette orientation est adaptée en fonction de la quantité de lumière que l'on souhaite injecter dans chaque bras de l'interféromètre. La part de lumière polarisée *s* est transmise vers le miroir de référence, tandis que la lumière polarisée *p* est réfléchie vers l'échantillon. Après avoir traversé les lames quart d'onde orientées à 45° des polarisations incidentes, les ondes référence et objet deviennent respectivement polarisées circulairement droite et circulairement gauche. Dans le bras de référence, la lumière réfléchie par le miroir subit un déphasage de π . Elle devient polarisée circulairement gauche, puis, après avoir retraversé la lame quart d'onde, redevient polarisée linéairement à un angle de 90° de la polarisation incidente (polarisation p). Toute la lumière réfléchie par le miroir de référence est alors réfléchie par le cube polarisant en direction de la caméra.

Le principe est quasiment identique dans le bras objet. La seule différence est que pour l'étude d'un échantillon compliqué (diffusant par exemple), la lumière peut posséder, après avoir été réfléchie, une polarisation elliptique arbitraire en raison des propriétés optiques anisotropes de l'échantillon (Moneron et al., 2007).

Après être passées de nouveau dans le cube, les ondes objet et de référence ont des états de polarisations linéaires et orthogonaux. Ils ne peuvent donc pas interférer. La lame quart d'onde située en amont de la lentille « imageur » permet de transformer chaque polarisation en une polarisation circulaire de sens opposé. Enfin, l'analyseur ramène chaque onde dans le même plan de polarisation, faisant apparaître les franges d'interférences puisque celles-ci étaient initialement polarisées dans le même plan (défini par le polariseur).

La figure 2-35 illustre les explications données ci-dessus en représentant les états de polarisation de la lumière durant sa propagation dans l'interféromètre après chaque élément optique sensible à la polarisation.





Le réglage des polariseurs et des lames quart d'onde est effectué selon la procédure suivante, consistant à observer l'intensité au niveau de la caméra :

- On règle le polariseur de l'illumination pour avoir un maximum d'intensité transmise dans le bras de référence. Rien ne doit être réfléchi vers l'objet (polarisation p).
- On tourne la lame $\lambda/4$ pour avoir un maximum d'intensité au niveau de la caméra. Elle doit alors être inclinée de 45° par rapport à la polarisation incidente.
- On oriente la lame $\lambda/4$ située en amont de la lentille imageur à 45° de la polarisation rectiligne incidente. On vérifie que le faisceau devient polarisé circulairement en tournant le polariseur placé avant la caméra : l'intensité doit rester constante quelle que soit l'orientation du polariseur. Une faible variation d'intensité indique une polarisation légèrement elliptique.
- On change l'inclinaison du polariseur de l'illumination pour avoir cette fois un maximum d'intensité réfléchie vers l'échantillon (polarisation s).

- On répète l'étape 2.
- Si le réglage de l'étape 3 est correct, la lame $\lambda/4$ est correctement orientée. On tourne le polariseur situé avant la caméra et on vérifie que l'intensité reste constante.

 Réglage final

La dernière étape consistait à régler très précisément l'inclinaison de l'ensemble « objectif + miroir de référence » par rapport à l'objectif du bras objet. Une fois cette étape réalisée, il suffisait de positionner le miroir de référence et l'échantillon au niveau des plans focaux images des objectifs, puis de régler la différence de marche en modifiant la position de l'ensemble « objectif + miroir de référence ». Des franges d'interférences ont alors été obtenues. Cependant, nous avons observé un étalement très important des franges (non conforme à l'utilisation d'une LED blanche spectralement étendue) avec un contraste très peu élevé. Connaissant la sensibilité des systèmes interférométriques par rapport à l'inclinaison des composants optiques, nous pensions que ces problèmes s'expliquaient par :

- une inclinaison de l'objectif de référence,
- ou une inclinaison du miroir de référence,
- ou une inclinaison du cube polarisant qui a été fixé à la main (collé) à l'intérieur de la cage.

Pour vérifier ces hypothèses nous avons utilisé l'objectif de Mirau. Lorsque que celui-ci fut fixé dans le bras objet, des franges d'interférences de très bonne qualité, fortement contrastées (figure 2-27), ont été obtenues. Cependant, lorsque l'objectif fut fixé au niveau du bras de référence, le même problème que précédemment est apparu. Nous en avons déduit que l'inclinaison de l'objectif était mal ajustée. Ce réglage étant particulièrement difficile, puisqu'il s'effectue à la main, nous avons décidé de modifier l'agencement du bras de référence. Bien entendu, le bloc « objectif + miroir de référence » se doit de demeurer indépendant du reste du montage, afin de pouvoir régler la différence de marche. Nous avons opté pour des montures se fixant à la table de translation et également liées au cube séparateur par une série de quatre tiges. Ainsi, tout en autorisant et en guidant la translation des éléments selon Z, ce nouvel agencement devrait permettre de positionner correctement l'objectif et le miroir au niveau de l'axe optique. De plus, cela permettrait d'orienter automatiquement le miroir de référence normale.

2.2.4 Le programme d'acquisition et de traitement

Pour l'acquisition des images, nous disposons de plusieurs caméras. La première est une caméra couleur CCD de la marque Basler, référencée avA1000-100gc GigE. Elle possède une dynamique de 8 bits avec 1024x1024 pixels et d'une connexion Giga Ethernet. La deuxième est une caméra monochrome CCD de la marque Photon Focus, possédant une dynamique de 8 bits avec 2048x2048 pixels et également connectée en Ethernet. Très récemment, nous avons fait l'achat d'une caméra monochrome CMOS refroidie de la marque Photon Lines (pco.edge 4.2 M-USB-HQ-PCO (mono)). Celle-ci se caractérise par sa très forte efficacité quantique (rendement > 82 %), son système de

refroidissement par effet Peltier (régulé à 0°C) et sa grande dynamique de 16 bits. Elle possède 2048x2048 pixels et une interface USB 3. Nous disposons également de caméras monochromes de la marque Prosilica qui n'ont pas été utilisées durant la thèse.

Une table piézoélectrique achetée chez PI est utilisée pour balayer l'échantillon suivant la profondeur Z. L'actionneur du piézoélectrique est commandé en boucle fermée avec un capteur de position capacitif, ayant une sensibilité de 1 nm. L'acquisition et le traitement des données sont effectués sur un ordinateur équipé d'un processeur Intel(R) Xeon(R) CPU (2.40 GHz, 8Go RAM) et du système d'exploitation Windows 7 (64 bits). Que ce soit pour l'acquisition ou le traitement des données, les programmes utilisés sont développés sous LabView (version 2014, 64 bits, NI) à l'aide du module IMAQ Vision.

2.2.4.1 Acquisition des données

La démarche suivie pour l'acquisition des données correspond aux explications fournies dans le paragraphe 1.2.1.1 : une pile d'images interférométriques XYZ est construite en effectuant une acquisition rapide d'images XY tout en balayant la profondeur de l'échantillon. Le programme permet de choisir la plage (de 0 à 100 μ m) ainsi que le pas de déplacement du piézoélectrique. Il synchronise l'acquisition d'une image par la caméra avec chaque position fixe de l'échantillon. Un temps de pause est marqué après chaque incrémentation du piézoélectrique afin de capturer une image à chaque position verticale de l'échantillon. Le temps d'exposition de la caméra peut également être contrôlé à partir du programme d'acquisition. Les images acquises sont ensuite stockées sur le disque dur, puis chargées dans la mémoire RAM afin de pouvoir pratiquer le traitement et l'analyse nécessaires.

2.2.4.2 Traitement des données

A partir de l'acquisition d'une pile d'images interférométriques, différentes analyses peuvent être effectuées. Le programme de traitement se découpe ainsi en plusieurs sous-programmes, où chaque sous-programme est destiné à une analyse particulière (topographique, tomographique, mesure d'épaisseur, …). L'ensemble des techniques développées pour réaliser ces analyses sont résumées dans la première partie du chapitre 1.

Pour réaliser une analyse 1D, il suffit d'utiliser la technique « Z-scan » (Montgomery et al., 2012) qui consiste à afficher les images XY en fonction de Z, puis de sélectionner un pixel précis pour observer le signal de franges le long de l'axe optique (« A-scan »). Cette technique peut être utilisée pour mesurer l'épaisseur de couches transparentes ou pour la détermination d'indice de réfraction (Halter et al., 2010; Montgomery et al., 2012). Les mesures topographiques 3D sont réalisées au choix à l'aide des algorithmes de PSM, de PFSM, de FSA ou de démodulation. L'analyse tomographique est accomplie à l'aide de la technique de démodulation 2D. Le programme dédié à l'analyse tomographique a été amélioré afin d'implémenter la méthode de S-OCT, consistant à apporter à l'image une information spectrale qualitative codée par la teinte des pixels. L'algorithme a été codé d'après les informations trouvées dans la littérature (Dubois et al., 2008) et utilise la variation du centre de masse des spectres locaux comme la donnée indicatrice. Le programme, qui n'est pas du tout

optimisé, nécessite alors un temps de traitement très important pour caractériser même un petit volume de données. Aucune poursuite de travail n'a été effectuée dans ce sens.

Malgré le traitement 2D, la qualité d'imagerie n'est pas toujours suffisante pour détecter la présence de signaux faiblement contrastés. Elle empêche ainsi l'observation de microstructures qui se retrouvent noyées dans le bruit de l'image. Néanmoins, il est possible de réassigner les niveaux de luminosité de chaque pixel afin d'améliorer le contraste visuel des images. Pour cela, une table de transformation (« lookup-table ») est utilisée. Elle consiste à modifier les valeurs des niveaux de gris des pixels en les remplaçant par d'autres valeurs permettant d'améliorer la visibilité des détails. Cette opération est effectuée sans modifier les valeurs réelles des pixels mises en mémoire. Cette table de transformation contient un maximum de 256 éléments pour une image de 8 bits. Une transformation linéaire consiste à attribuer la valeur de pixel la plus basse à celle du noir (0 en niveaux de gris) et la valeur la plus haute à celle du blanc (255 en niveaux de gris pour 8 bits de dynamique). Ainsi, les valeurs comprises entre ces deux extrêmes seront linéairement interpolées en nuances de gris. La transformation « inverse » permet uniquement d'inverser le contraste de l'image en permutant les valeurs de luminosité haute et basse des pixels. Dans quelques cas, cela améliore la visibilité de certains détails. La transformation logarithmique et racine carrée permet de « compresser » les valeurs de niveaux de gris proches de la limite haute de l'échelle utilisée, tout en élargissant l'écart entre les valeurs de luminosité proches de la limite basse. La table 2-3 indique les équations associées à chaque transformation ainsi que le domaine des luminosités correspondant. T_i représente le i^{ème} coefficient de la table de transformation.

$$T_i = 0, 1, 2, \dots, I_{\max} = i \tag{2.58}$$

avec $I_{max} \leq 255$. Le graphique de la figure 2-36 montre les fonctions de transferts de chaque transformation.

Transformation	Equation associée	Image du domaine des luminosités
Linéaire	$T_i^{linéaire} = i$	
Inverse	$T_i^{inverse} = I_{\max} - i$	
Racine carré	$T_i^{raccarr\acute{e}} = \frac{\sqrt{i} \times I_{\max}}{\sqrt{I_{\max}}}$	
Logarithme	$T_i^{\log} = \frac{\log(i+1) \times (I_{\max} - 1)}{\log(I_{\max} - 1)}$	

 Table 2-3
 Equations et espace des luminosités associés aux transformations.



Figure 2-36 Fonctions de transferts des différentes transformations.

L'organigramme suivant récapitule sommairement les différentes étapes depuis l'acquisition jusqu'à l'analyse souhaitée. Le programme développé spécifiquement pour les analyses spectrales locales sera détaillé dans le troisième chapitre.



Figure 2-37 Organigramme fonctionnel du système d'acquisition et de traitement.

2.2.4.3 Exemple d'acquisition et de traitement d'une série d'images

Dans cette partie, nous montrons un exemple de traitement d'une série d'images acquises par le microscope commercial Leitz-Linnik. L'échantillon correspond à un film fin de Mylar de 3,6 µm d'épaisseur. Le Mylar est un polymère transparent couramment utilisé comme isolant en électronique et microélectronique. A l'aide d'une attaque chimique du film, des pores d'air ont été ajoutés de manière aléatoire dans le milieu. Les résultats présentés sur la figure 2-38 sont des résultats typiques dans le cas d'étude d'un polymère transparent. La figure 2-38(a) représente la pile d'images XYZ acquise par le microscope. Avec la technique «Z-scan », nous récupérons un signal d'interférences brut (non traité) à chaque pixel de l'image (figure 2-38(b)). Après avoir soustrait la valeur d'offset, correspondant à l'intensité moyenne locale du signal, la technique de démodulation est appliquée afin de déterminer l'enveloppe des franges. Après la rotation de la pile XYZ, des images en coupe XZ sont extraites, dans lesquelles nous observons les franges d'interférences suivant l'axe optique Z, comme montré sur la figure 2-38(c). La technique de démodulation 2D permet d'obtenir de nouvelles images XZ où sont affichées les enveloppes des franges (figure 2-38(d)). On observe dans ces images tomographiques les surfaces avant et arrière de l'échantillon, ainsi que certains pores contenus dans la couche transparente.



Figure 2-38 Exemple (a) d'une pile d'images XYZ, (b) d'un signal d'interférences sur un pixel d'une image XY selon l'axe Z, (c) des franges brutes sur une image en coupe XZ à partir de la pile XYZ et (d) d'une image tomographique d'un film de polymère Mylar d'épaisseur 3 µm obtenue après traitement 2D des franges en (c) représentée avec une échelle linéaire.



Figure 2-39Coupes XZ d'un film de polymère de Mylar après avoir appliqué la transformation (a) linéaire,
(b) inverse, (c) racine carrée, (d) logarithmique.

La figure 2-39 dévoile l'effet des différentes transformations sur les images XZ d'un polymère transparent. Avec la transformation linéaire, nous observons la face avant de la couche ainsi qu'un pore contenu dans le milieu (dans le carré rouge). La transformation inverse rend légèrement perceptible un deuxième pore (dans le cercle vert) et la face arrière de la couche. Avec les transformations racine carrée et logarithme, le contraste visuel des images est grandement amélioré car même les structures faiblement contrastées deviennent visibles. Cependant, cette modification dans la valeur de luminosité des pixels s'accompagne d'un accroissement non négligeable du niveau de bruit.

2.3 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons fait l'inventaire complet des programmes de simulation et des systèmes interférométriques qui ont été développés, puis utilisés au cours de la thèse.

Concernant les systèmes expérimentaux, nous avons présenté le microscope Leitz-Linnik, qui, malgré l'impossibilité de modifier son agencement optique, demeure un microscope très bien conçu et facilement réglable. L'utilisation d'une source incandescente et d'objectifs de grande ouverture numérique lui permet de posséder une résolution latérale de 570 nm et une résolution axiale de 970 nm. Le microscope Thorlabs « à tubes » a été développé à partir de tubes de lentilles afin de pallier l'inconvénient principal du microscope Leitz-Linnik qui ne peut pas intégrer d'objectifs corrigés à l'infini. Avec l'utilisation d'un objectif de Mirau d'ouverture numérique 0,55 et d'une source LED blanche, les résolutions latérale et axiale théoriques sont respectivement de 700 et 830 nm. Le dernier système construit sur table optique (« breadboard Thorlabs ») est doté d'une grande flexibilité. Il a vu le jour suite à une utilisation conjointe pour plusieurs projets. Le design du système a été étudié mécaniquement et optiquement avant d'effectuer l'achat des différents composants. Des améliorations seront toujours possibles sur ce système très modulable et modifiable à souhait. Enfin, nous avons présenté sommairement les programmes d'acquisition et de traitement, puis donné un exemple d'étude tomographique d'un polymère transparent en relevant l'intérêt d'utiliser une table de transformation pour accroître la sensibilité de détection du système. Le programme assigné aux caractérisations spectrales locales sera exposé dans le chapitre suivant.

L'analyse fréquentielle des signaux d'interférences pour réaliser des caractérisations spectrales locales est en pleine expansion. Toutefois, elle peut s'avérer fastidieuse, notamment dans des milieux transparents et surtout lorsqu'ils sont caractérisés par une forte diffusion. Afin de vérifier la validité de la méthode dans ces milieux, l'utilisation de programmes de simulation devient indispensable. De plus, dans certains cas, la comparaison des mesures expérimentales aux résultats prédits par les simulations permet de remonter aux caractéristiques optiques ou morphologiques de l'échantillon. Le programme nommé WILIS2 est un programme interactif, qui permet d'observer quasiment instantanément l'influence de différents paramètres sur le signal interférométrique d'un multicouche. En appliquant la méthode d'analyse fréquentielle des signaux développée dans le Chapitre 3, le programme permettra de simuler les spectres obtenus dans un échantillon transparent. Afin d'avoir des résultats de « référence », un programme basé sur du calcul matriciel et modélisant la propagation d'une onde électromagnétique à travers un milieu stratifié a été utilisé. Ces deux programmes, qui ne prennent pas en compte les éventuels effets de diffusion, sont donc limités à l'étude d'échantillons homogènes et isotropes. Par conséquent, deux autres programmes ont été développés. Ils permettent de simuler les signaux d'interférences respectivement issus de la rétrodiffusion de la lumière par une particule sphérique et de la propagation aléatoire d'une onde plane dans un milieu diffusant.

Chapitre 3. La méthode de caractérisation spectrale

Après avoir introduit l'ensemble des systèmes interférométriques avec lesquels ont été effectuées les mesures, ainsi que les différents programmes de simulation permettant de vérifier les résultats, nous allons présenter la méthode de caractérisation spectrale locale, puis l'appliquer à différentes classes d'échantillons.

Dans la première partie, nous décrirons théoriquement la méthode permettant de remonter au spectre d'une structure à partir de son interférogramme. La méthode a été implémentée dans le programme de traitement introduit au chapitre précédent. Les différentes étapes du traitement numérique appliqué au signal interférométrique seront alors précisément détaillées. Nous verrons en particulier que la présence de bruit dans le signal (diminution du rapport signal à bruit) peut entraîner une modification du spectre calculé. Dans un premier temps, la méthode sera appliquée à des échantillons non transparents pour la mesure de spectres uniquement résolus latéralement. Nous discuterons rapidement de l'effet nuisible d'une haute ON sur la qualité des mesures spectrales. Ce phénomène a déjà été étudié dans la littérature (Morin and Frigerio, 2012). Ensuite, nous présenterons les mesures spectrales réalisées sur des échantillons transparents, lesquelles requièrent davantage de précautions. Ayant observé que la présence de bruit dans le signal peut altérer la qualité de l'analyse spectrale, nous présenterons la mise en place d'un protocole de correction qui est similaire aux protocoles employés dans le domaine de l'astronomie. Cette technique permet d'améliorer à la fois la qualité du signal interférométrique et de l'imagerie. Un exemple d'étude sera donné sur le film de polymère Mylar. Une fois la démarche expérimentale établie pour la mesure de spectres résolus en profondeur dans un échantillon transparent, des mesures commenceront à être effectuées sur des échantillons diffusants ainsi que sur des billes de tailles calibrées plongées dans un milieu transparent.

3.1 Théorie sur l'analyse fréquentielle des signaux interférométriques

L'analyse consiste simplement à appliquer une transformée de Fourier à la partie d'intérêt du signal interférométrique. En effet, il est facile de montrer que le signal d'interférences est égal à la transformée de Fourier inverse du spectre effectif de la source. Le spectre effectif se définit comme le produit entre le spectre réel de la source, la sensibilité spectrale de la caméra, la réflectance de l'échantillon et du miroir de référence et les facteurs de transformée de Fourier (TF), il est possible de récupérer des informations sur la réflectance spectrale de la structure réfléchissant la lumière qui interfère. Reprenons l'expression théorique du signal d'interférences de l'Eq. 1.21 :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \frac{S(\omega)}{2} \left[\frac{1}{2} \left(R_{ref}(\omega) + R_e(\omega) \right) + \sqrt{R_{ref}(\omega)} \sqrt{R_e(\omega)} \cos[\Delta \varphi(\omega, z) + \phi] \right] d\omega \quad (3.1)$$

Pour l'analyse de Fourier, il est nécessaire d'utiliser les variables $\delta = 2nz$ (différence de marche optique) dans le domaine spatial et $\sigma = 1/\lambda = \omega/2\pi c$ (nombre d'onde) dans le domaine fréquentiel. On note $S_{eff}(\sigma) = S(\sigma)\sqrt{R_{ref}(\sigma)}\sqrt{R_e(\sigma)}$, le spectre effectif de la source et $\Delta \varphi(\sigma, \delta) = 2\pi\sigma\delta$, le déphasage. On rappelle que R_{ref} est la réflectance du miroir de référence et R_e celle de l'échantillon. On obtient alors :

$$I(\delta) = \int_{0}^{+\infty} I(\delta,\sigma) d\sigma = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\delta,\sigma) d\sigma \quad \operatorname{car} \sigma < 0 \Longrightarrow S(\sigma) = 0$$
(3.2)

En remplaçant $I(\delta, \sigma)$ par son expression théorique, on obtient :

$$I(\delta) = \frac{1}{4} \int_{-\infty}^{+\infty} \left[R_{ref}(\sigma) + R_e(\sigma) \right] S(\sigma) d\sigma + \frac{1}{2} \int_{-\infty}^{+\infty} S_{eff}(\sigma) \cos(2\pi\sigma\delta + \phi) d\sigma$$
(3.3)

Et puisque Seff est réel :

$$\int_{\mathbb{R}} S_{eff}(\sigma) \cos(\Delta \varphi(\sigma, \delta) + \phi) d\sigma = \operatorname{Re}\left\{\int_{\mathbb{R}} S_{eff}(\sigma) \exp(j\phi) \exp(j2\pi\sigma\delta) d\sigma\right\}$$

$$= \operatorname{Re}\left\{TF^{-1}\left[S_{eff}(\sigma) \exp(j\phi)\right]\right\}$$
(3.4)

Finalement :

$$I(\delta) = \frac{1}{4} \operatorname{Re}\left\{TF^{-1}\left[\left(R_{ref}(0) + R_{e}(0)\right)S(0)\right]\right\} + \frac{1}{2}\operatorname{Re}\left\{TF^{-1}\left[S_{eff}(\sigma)\exp(j\phi)\right]\right\}$$

$$= cste + \frac{1}{2}\operatorname{Re}\left\{TF^{-1}\left[S_{eff}(\sigma)\exp(j\phi)\right]\right\}$$
(3.5)

En utilisant la décomposition de la partie réelle d'un nombre complexe et la propriété de la transformée de Fourier d'un nombre complexe conjugué explicitée ci-dessous :

$$\begin{array}{l} \operatorname{Re}\{x\} = \frac{x + x^{*}}{2} \\ x \xrightarrow{TF} X \Rightarrow TF\left[x^{*}(\delta)\right] = X^{*}(-\sigma) \end{array} \qquad \qquad \operatorname{avec} x = TF^{-1}\left[S_{eff} \exp(j\phi)\right] \tag{3.6}$$

on peut alors écrire, après suppression de la valeur moyenne, application de l'opérateur TF et passage au module :

$$|TF\{I(\delta)\}| = \left|\frac{1}{4}S_{eff}(\sigma)\exp(j\phi)\right| = \frac{1}{4}S(\sigma)\sqrt{R_{ref}(\sigma)}\sqrt{R_{e}(\sigma)}$$
(3.7)

En pratique, dans un système de microscopie, le spectre effectif calculé par TF d'un interférogramme est influencé par la sensibilité spectrale du capteur utilisé, ainsi que par l'ensemble des composants optiques du système. Il est donné par l'expression suivante :

$$S_{eff}(\sigma) = S(\sigma) \cdot \operatorname{RepSpec}_{cam} \cdot T_{sys} \cdot \sqrt{R_{ref}(\sigma)} \sqrt{R_e(\sigma)}$$
(3.8)

avec RepSpec_{cam} la sensibilité spectrale de la caméra et T_{sys} la transmission du système optique.

Ainsi, pour obtenir le spectre de réflectance d'une structure donnée, deux mesures spectrales sont requises. En effet, il est fondamental de passer par une étape de calibration. Celle-ci est essentielle et consiste à mesurer un échantillon dont le spectre de réflectance $R_{cal}(\sigma)$ est connu (mesuré indépendamment avec un autre instrument, comme par exemple un spectromètre optique). De préférence, l'échantillon de calibration doit posséder une réflectance quasi constante dans la plage mesurée. Cette étape permet de déterminer la signature spectrale du système pour des conditions expérimentales et environnantes données.

La calibration permet donc d'obtenir la quantité suivante, communément désignée comme la fonction de transfert spectrale du système (FTS) :

$$FTS = \frac{S_{eff}(\sigma)}{\sqrt{R_{cal}(\sigma)}} = S(\sigma) \cdot \text{RepSpec}_{cam} \cdot T_{sys} \cdot \sqrt{R_{ref}(\sigma)}$$
(3.9)

Cette fonction de transfert détermine le domaine spectral sur lequel la mesure pourra être effectuée. L'étude d'un échantillon sur une région précise du spectre nécessite donc un regard attentif quant au choix de la source et de la caméra.

En prenant bien soin de faire les mesures dans les mêmes conditions expérimentales (intensité de la source, fermeture des diaphragmes, disposition des optiques), la deuxième mesure spectrale permet de calculer la réflectance de l'échantillon étudié à l'aide de la relation suivante :

$$R_{e}(\sigma) = \left| \frac{TF[I(\delta)]_{e}}{FTS(\sigma)} \right|^{2}$$
(3.10)

L'expression ci-dessus permet de remonter au spectre d'une structure située à la surface d'un échantillon. Pour l'analyse résolue en profondeur (structure enterrée dans une couche transparente), il est nécessaire de prendre en compte les pertes d'intensités liées au facteur de transmission spectral de la surface de l'échantillon. L'expression du signal interférométrique pour un milieu transparent (2

interfaces) est donnée par l'Eq. B.1 en annexe B. On reprend les notations de la partie 2.1.1. En supprimant les termes constants, c'est-à-dire qui ne dépendent pas de la différence de marche δ , on obtient :

$$I(\delta) = \int_{0}^{+\infty} \left\{ \frac{S(\sigma)\sqrt{R_{ref}(\sigma)}}{2} \left[\sqrt{R_{e_1}(\sigma)} \cos(\Delta\varphi(\sigma,\delta) + \phi_1) + \sqrt{R_{e_2}(\sigma)} (1 - R_{e_1}(\sigma)) \exp(-4\pi\sigma\epsilon\kappa) \cos(\Delta\varphi(\sigma,\delta) - 4\pi\sigma\epsilon\eta + \phi_2) \right] \right\} d\sigma$$
(3.11)

Cette fois, on s'intéresse aux propriétés spectrales de la structure enterrée dans le milieu (simulée par la face arrière de l'échantillon). Le traitement doit donc être uniquement appliqué au second interférogramme du signal. L'analyse n'est réalisable que s'il est possible de fenêtrer indépendamment chacun des interférogrammes, c'est-à-dire si l'épaisseur optique de la couche (produit de l'épaisseur réelle par l'indice) est suffisante pour obtenir deux signaux correctement séparés. Cette propriété est donc directement reliée à la résolution axiale du système interférométrique.

De même que précédemment, après passage à la *TF* puis au module, on supprime le terme $\exp[j(\Phi_2 - 4\pi\sigma e\eta)]$ et l'on obtient :

$$|TF\{I(\delta)\}| = \frac{S(\sigma)}{4} \sqrt{R_{ref}(\sigma)} \sqrt{R_{e_2}(\sigma)} (1 - R_{e_1}(\sigma)) \exp(-4\pi\sigma\epsilon\kappa) \operatorname{RepSpec}_{cam} T_{sys} \quad (3.12)$$

Ainsi, pour faire une mesure de réflectance spectrale résolue en profondeur, il est nécessaire d'effectuer trois mesures spectrales. La première, identique au cas précédent, est réalisée avec un échantillon de calibration de réflectance connue et permet de déterminer la fonction de transfert spectrale du système. La seconde mesure, effectuée sur l'échantillon étudié, permet d'obtenir le spectre R_{e_1} de la surface. Enfin, la dernière mesure nous donne la réflectance de la structure enterrée en profondeur (Eq. 3.13).

$$R_{e_2}(\sigma) = \left| \frac{TF\{I(\delta)\}_{e_2}}{FTS(\sigma)} \right|^2 \frac{1}{\left(1 - R_{e_1}(\sigma)\right)^2}$$
(3.13)

Toutes les mesures doivent bien évidemment être réalisées dans les mêmes conditions expérimentales. Il faut signaler que les pertes énergétiques dues à l'absorption du milieu sont prises en compte dans le spectre calculé.

Dans le cas où les interférogrammes des faces avant et arrière sont traités simultanément, le spectre de réflectance de la couche transparente entière est mesuré. Il s'agit d'une mesure très semblable à celle effectuée par un spectromètre optique. La seule différence est liée à la non prise en compte des multiples réflexions de la lumière au sein de la couche, qui sont, soit atténuées par la zone de cohérence du système interférométrique, soit simplement supprimées lors du fenêtrage du signal. En effet, la lumière qui a effectué de nombreux allers-retours dans le milieu avant d'être captée par la caméra possède un chemin optique bien supérieur à la lumière qui est réfléchie une seule fois. Elle interfère donc pour une position différente de l'échantillon. L'amplitude et la phase du spectre de réflectance totale mesuré par interférométrie sont données par l'Eq. 3.14.

$$|R_{Tot}|^{2} = r_{e_{1}}^{2} + r_{e_{2}}^{2} \left(1 - r_{e_{1}}^{2}\right)^{2} + 2r_{e_{1}}r_{e_{2}} \left(1 - r_{e_{1}}^{2}\right) \cos\left(4\pi\sigma e\eta + \phi_{1} - \phi_{2}\right)$$

$$\angle R_{Tot} = \arctan\left(\frac{r_{e_{1}}\sin\left(\phi_{1}\right) + r_{e_{2}} \left(r_{e_{1}}^{2} - 1\right)\sin\left(4\pi\sigma e\eta - \phi_{2}\right)}{r_{e_{1}}\cos\left(\phi_{1}\right) + r_{e_{2}} \left(1 - r_{e_{1}}^{2}\right)\cos\left(4\pi\sigma e\eta - \phi_{2}\right)}\right)$$
(3.14)

On suppose dans ces expressions que la couche est non absorbante ($\kappa = 0$).

3.2 Implémentation numérique de la méthode d'analyse spectrale

La méthode décrite dans la partie précédente a été intégrée au programme de traitement. Numériquement, le traitement appliqué au signal interférométrique se décompose en différentes étapes. La première consiste à fenêtrer la partie du signal que l'on souhaite analyser. Cette étape permet de définir la résolution spectrale de la mesure. Le signal sélectionné est ensuite rallongé artificiellement à l'aide d'une opération de « zero-padding », puis une transformée de Fourier lui est appliquée. Enfin, les spectres obtenus sont transposés dans le domaine des longueurs d'ondes, puis sont interpolés à des points λ_i précédemment définis.

3.2.1 Fenêtrage et résolution spectrale

En pratique, les signaux d'interférences extraits de la pile d'images interférométriques sont bien évidemment limités spatialement. On note *L* la longueur totale du signal. Le calcul du spectre par transformée de Fourier du signal tient alors compte d'une fenêtre d'observation notée \tilde{F} .

$$S_{eff}(\sigma) = \int_{-\frac{L}{2}}^{\frac{L}{2}} I(\delta,\sigma) \exp(-j2\pi\delta\sigma) d\delta = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\delta,\sigma) \exp(-j2\pi\delta\sigma) \tilde{F}(\delta) d\delta$$

= $TF\{I(\delta,\sigma) \times \tilde{F}(\delta)\} = TF\{I(\delta,\sigma)\} * TF\{\tilde{F}(\delta)\}$ (3.15)

avec la fenêtre d'observation égale à une fonction *F* dans l'intervalle $\left[-\frac{L}{2};\frac{L}{2}\right]$:

$$\tilde{F}(\delta) = \begin{cases} F(\delta) & \text{si } \delta \in \left[-\frac{L}{2}; \frac{L}{2}\right] \\ 0 & \text{autrement} \end{cases}$$
(3.16)

Le spectre mesuré ne correspond donc pas exactement au spectre réel, car il est convolué avec la *TF* de la fonction d'apodisation utilisée. Afin de s'approcher le plus possible du spectre réel, il faudrait convoluer la *TF* du signal par une distribution de Dirac. Cela reviendrait à utiliser une fenêtre infiniment longue dans le domaine temporel. Ceci étant bien évidemment irréalisable, l'objectif est d'utiliser une fenêtre dont la transformée de Fourier permet de limiter au maximum les erreurs engendrées sur le calcul du spectre.

Il existe une multitude de fenêtres d'observation (ou d'apodisation) utilisées en traitement du signal, dont le choix dépend généralement du type de signal et de l'application visée (résolution fréquentielle, précision en amplitude, lobe secondaire). Dans la plupart des cas, les fenêtres de von Hann ou de Hamming sont utilisées, car elles présentent un bon compromis entre la largeur du lobe principal et l'atténuation des lobes secondaires. Nous avons choisi d'utiliser la fenêtre de Hamming dont l'expression est donnée ci-dessous :

$$F(\delta) = 0.54 - 0.46 \cos\left[\frac{2\pi}{L}\left(\delta + \frac{L}{2}\right)\right]$$
(3.17)

L'utilisation de fenêtres d'apodisation permet donc de limiter les erreurs numériques liées au calcul de la transformée de Fourier d'un signal à support limité. Elles permettent également de sélectionner la partie d'intérêt du signal interférométrique lorsque plusieurs interférogrammes constituent le signal. La fenêtre de Hamming est toujours centrée sur l'abscisse correspondant à l'amplitude maximale du signal sélectionné.

La résolution spectrale atteinte, notée $\Delta \sigma$, est liée à la longueur spatiale du signal traité, c'est-à-dire la longueur de la fenêtre d'apodisation. En effet, la résolution spectrale est définie comme étant la moitié de la largeur à mi-hauteur de la *TF* de la fenêtre. La résolution spectrale dans le domaine des longueurs d'ondes s'obtient à partir de la formule suivante :

$$\Delta \lambda = \Delta \sigma \cdot \lambda^2 \tag{3.18}$$

Table 3-1Calcul des résolutions spectrales pour différentes longueurs de la fenêtre de Hamming. La
longueur de la fenêtre de Hamming est définie par rapport à la variable $\delta = 2z$.

Longueur de la fenêtre L (µm)	$\Delta\sigma$ (cm ⁻¹)	$\Delta\lambda$ (nm) à $\lambda = 650$ nm
6	1512	64
12	378	16
20	227	9.6

Partant de là, il serait tentant d'utiliser des fenêtres de très grandes longueurs afin d'obtenir des valeurs de résolutions spectrales très élevées. Cependant, dès lors que l'on sort de la zone de définition de l'interférogramme, qui s'étale généralement sur une distance de 2-3 µm pour l'utilisation d'une lumière blanche et d'une caméra monochrome, la présence du bruit de mesure peut devenir importante. Le bruit serait alors pris en compte dans le calcul du spectre. Afin de vérifier si la prise en compte du bruit a un impact significatif sur la mesure spectrale, nous avons utilisé le programme WILIS2 pour comparer le spectre obtenu avec une situation réelle bruitée à celui obtenu dans des conditions idéales.

Le signal acquis est dégradé par différentes sortes de bruits, dont l'origine est soit liée aux sources de lumière (parasites ou non), soit intrinsèque au système de détection. On répertorie principalement le bruit de photon (ou bruit de grenaille) et le bruit de fond (les parasites), comme sources de bruit

indépendantes de la chaîne de détection. Les bruits qui sont intrinsèques à la caméra sont le bruit de lecture, le bruit thermique, le bruit d'amplification et le bruit de numérisation. Le bruit total sur l'image acquise est égal à leur somme quadratique, car l'ensemble des bruits précédents sont indépendants. Généralement, le bruit de photon, dont la statistique suit une loi de Poisson, est considéré comme le bruit prépondérant pour les caméras numériques, lorsque l'exposition est suffisante (caméra proche de la saturation). Cependant, en faisant l'histogramme d'une image acquise au microscope avec une illumination élevée et uniforme, on observe une gaussienne centrée sur la valeur moyenne de l'image avec un écart-type plus ou moins large en fonction des conditions d'illumination. De ce fait, nous avons choisi d'utiliser un bruit blanc gaussien pour simuler les influences des différents bruits.

Pour les simulations de la figure 3-1, on considère une source gaussienne ($\lambda_0 = 650 nm$ et $\Delta \lambda = 200 nm$) et une surface qui réfléchit 100 % de la lumière incidente. Le miroir de référence étant supposé parfait, le spectre effectif est censé être exactement égal au spectre de la source (Eq. 3.8).



Figure 3-1 (a-b-c) Signaux interférométriques simulés avec (a) sans bruit, (b) un bruit blanc gaussien d'écart-type 0.1, (c) un bruit blanc gaussien d'écart-type 0.3. (d-e-f) Comparaison des spectres effectifs obtenus par TF du signal par rapport au spectre de la source. La taille de la fenêtre est respectivement de 3 μm et de 10 μm pour les cas bleu et rouge.

On remarque effectivement qu'avec des conditions idéales, le spectre effectif est identique au spectre de la source (figure 3-1(d)). Les signaux d'interférences de la figure 3-1(b) et (c) sont respectivement obtenus en sommant le signal à un bruit blanc gaussien d'écart-type 0,1 et 0,3. L'amplitude du signal non bruité étant unitaire, le rapport signal à bruit (RSB) est respectivement de 10 et de 3,3. Dans notre cas, le RSB est défini comme le rapport de l'amplitude de la frange blanche centrale sur l'amplitude du bruit. Les spectres effectifs rouge et bleu ont respectivement été calculés pour des fenêtres de 10 μ m et de 3 μ m. Lorsque la taille de la fenêtre est grande (cas rouge noté S_{eff2} sur la figure 3-1), on observe des modulations parasites dans le spectre qui auront un impact significatif sur la qualité du résultat. En diminuant la taille de la fenêtre, le signal est sélectionné entre -1,5 et 1,5 μ m pour le cas bleu (noté S_{eff1}), les oscillations disparaissent et le spectre a tendance à se rapprocher du résultat attendu. On observe néanmoins une légère différence entre les courbes bleue et noire de la figure 3-1(f), démontrant que pour un niveau de bruit assez élevé, la mesure sera tout de même sensible au bruit.

Dans le cas général, les mesures sont limitées au niveau de la plage spectrale définie par la FTS (zone de définition du spectre effectif), qui est égale à l'intervalle [520 nm ; 900 nm] dans cette simulation. L'amplitude du signal est très élevée aux alentours de 650 nm : l'influence du bruit sera moindre dans cette zone. Toutefois, son influence deviendra particulièrement importante pour les longueurs d'ondes $\lambda < 600 nm$ et $\lambda > 750 nm$, qui correspondent aux gammes spectrales où l'amplitude du signal est plus faible. Dans le cas d'un bruit blanc, on rappelle que la densité spectrale de puissance est identique pour toutes les longueurs d'ondes. Cette propriété sera vérifiée dans la partie suivante, où nous observerons une augmentation de l'écart-type des mesures dans les régions du spectre où la « puissance » du signal décroît, rendant sa sensibilité au bruit plus élevée.

Les observations précédentes nous encouragent ainsi à limiter la taille de la fenêtre au niveau de l'interférogramme analysé. Un moyen d'augmenter la résolution spectrale serait donc d'avoir des interférogrammes plus larges selon Z. Cependant, cela impliquerait nécessairement l'utilisation d'une source spectralement moins large, ainsi que la diminution de la résolution axiale. Cette solution n'est pas du tout adaptée à nos objectifs ; d'une part, nous désirons conserver au maximum de hautes résolutions spatiales permettant de résoudre et de mesurer des structures micrométriques et d'autre part, la plage spectrale sur laquelle l'analyse peut être effectuée serait fortement restreinte, diminuant ainsi notre capacité à différencier deux structures différentes.

3.2.2 Echantillonnage et transformée de Fourier du signal

Comme l'analyse s'effectue par transformée de Fourier du signal d'interférences, il est nécessaire de s'assurer que le signal soit suffisamment échantillonné pour respecter le théorème de Nyquist-Shannon : il faut évidemment éviter le phénomène de repliement spectral. Ce théorème stipule que la fréquence d'échantillonnage F_e doit être supérieure ou égale au double de la fréquence maximale f_{max} contenue dans le signal :

$$F_e \ge 2f_{\max} \tag{3.19}$$

Pour un interférogramme donné, la période minimale du signal est λ_{min} lorsque celui-ci est tracé en fonction de la variable δ . λ_{min} est la longueur d'onde inférieure du spectre effectif. Expérimentalement, la période d'échantillonnage du signal interférométrique correspond au pas de déplacement du piézoélectrique δz . Le signal est donc échantillonné en fonction de la variable $z = \delta/2$. Dans ce cas, la période minimale est égale à $\lambda_{min}/2$, correspondant à une fréquence spatiale maximale de $2/\lambda_{min}$.

En moyenne, pour les systèmes utilisés, la longueur d'onde minimale contenue dans le spectre effectif est environ de 500 nm. La période d'échantillonnage doit donc vérifier :

$$\delta z \le \frac{\lambda_{\min}}{4} = 125 \, nm \tag{3.20}$$

Bien qu'une grande fréquence d'échantillonnage permette d'améliorer l'aspect visuel du signal, nous avons utilisé un pas d'échantillonnage de 50 nm afin de ne pas trop accroître la durée d'acquisition de la pile d'images interférométriques. Le choix d'une période trop petite peut également être limité par la précision de déplacement du dispositif piézoélectrique. Etant de \pm 1 nm dans notre cas, elle ne représente pas un facteur limitant.

Avant de calculer la *TF* du signal, dans le but d'améliorer la précision spectrale, les signaux sont rallongés artificiellement par une opération de « zero-padding ». En effet, le spectre est échantillonné à une fréquence $\delta \sigma = F_e/N$ où F_e est la fréquence d'échantillonnage du signal spatial et *N* le nombre de points. Généralement, pour la facilité et la précision du calcul numérique, le signal est rallongé jusqu'à obtenir un nombre de points égal à une puissance de 2. Dans notre cas, la taille du signal est fixée à 4096 points, ce qui conduit à une précision spectrale de :

$$\delta\sigma = \frac{1}{2\delta zN} = 24 cm^{-1}$$
 et $\delta\lambda = \delta\sigma \cdot \lambda^2 = 1 nm$ à $\lambda = 650 nm$ (3.21)

L'augmentation de la précision spectrale permet d'améliorer la lisibilité des spectres en réduisant leur période d'échantillonnage, mais cela n'apporte en aucun cas une information supplémentaire sur le contenu fréquentiel du signal.

3.2.3 Affichage des spectres

Après avoir appliqué la transformée de Fourier, on obtient le spectre effectif échantillonné aux points $\sigma_k = \sum_{k=0}^N k \delta \sigma$. Il est plus courant de représenter les spectres en fonction de la longueur d'onde $\lambda_k = 1/\sigma_k$. La distribution de ces points est bien évidemment non linéaire. Dans la suite de l'analyse, une étape nécessite de diviser le spectre effectif par la réflectance spectrale de l'échantillon de calibration dont la mesure a été réalisée au préalable avec un autre instrument (un spectromètre optique dans notre cas). Bien entendu, le spectre effectif et la réflectance de l'échantillon de calibration ne sont pas mesurés aux mêmes points λ_k . Afin de pouvoir les multiplier, le spectre effectif est calculé aux points $\lambda_{spectro}$ en utilisant une interpolation linéaire des données. Les points $\lambda_{spectro}$ sont espacés de 1 nm et linéairement répartis dans l'intervalle [450 nm; 1100 nm]. L'ensemble des données spectrales sont toujours interpolées aux points de mesure du spectromètre.

3.2.4 Fonctionnement du programme

Les étapes dédiées à l'analyse fréquentielle des signaux interférométriques ont toutes été développées sous LabView 2014. L'ensemble des opérations est automatisé afin d'optimiser la durée du traitement. Dans la suite, quand nous parlons du signal de calibration et du signal de mesure, nous faisons respectivement référence aux signaux extraits de la pile d'images de l'échantillon de calibration et de l'échantillon analysé. Le traitement des signaux de calibration et de mesure s'effectue dans deux sous-VI distincts.

Le traitement est dans un premier temps appliqué au signal de mesure suivant la procédure :

- 1. Chargement de la pile d'images dans la RAM,
- 2. Sélection du pixel que l'on souhaite analyser (extraction du signal),
- 3. Utilisation d'un algorithme d'extraction d'enveloppe suivi d'un algorithme de détection de pic afin de localiser la position des différents interférogrammes,
- 4. Option permettant de choisir si le traitement est appliqué à l'ensemble du signal ou à un interférogramme en particulier, auquel cas le choix du pic permet de centrer automatiquement la fenêtre d'apodisation sur l'interférogramme,
- 5. Choix de la longueur spatiale de la fenêtre à l'aide d'un curseur,
- 6. Augmentation du nombre de points de la partie du signal sélectionnée à l'aide d'une boucle sur l'algorithme de « zero-padding »,
- 7. Transformée de Fourier rapide (FFT) du signal,
- 8. Chargement des points de mesure $\lambda_{spectro}$ et interpolation linéaire du spectre,
- 9. Enregistrement des données spectrales,

Les étapes en gras sont exclusivement réservées au signal de mesure. En effet, le signal de calibration est toujours extrait au niveau du même pixel que le signal de mesure afin de s'affranchir des réponses pouvant être légèrement différentes d'un pixel à l'autre. La longueur du signal de calibration s'adapte automatiquement à celle du signal de mesure. Exception faite de la 4^{ième} étape, les séquences du traitement du signal de calibration sont similaires à celles présentées ci-dessus. En effet, le signal de calibration ne contenant qu'un seul interférogramme, la fenêtre d'apodisation est automatiquement centrée sur celui-ci. Une fois les spectres obtenus, un autre sous-VI permet de charger les données spectrales, puis d'appliquer l'Eq. 3.10, ou 3.13, en fonction de l'analyse effectuée.

La démarche présentée permet de calculer la réflectance spectrale de l'échantillon au niveau d'un pixel. Dans certains cas, la structure étudiée peut s'étaler sur une dizaine voire une centaine de pixels. Pour améliorer la qualité de la mesure, nous avons instauré la possibilité de réaliser un moyennage spatial. Au niveau du VI principal, il est en effet possible de choisir le nombre de points de mesure, les étapes du traitement sont alors réitérées pour chaque zone sélectionnée. Les réflectances sont calculées sur ces différents pixels, puis elles sont moyennées. Cela permet d'améliorer la qualité du résultat tout en restant dans le cas d'une mesure locale.



Figure 3-2 Représentation graphique des différentes étapes du traitement du signal de mesure d'un échantillon réel. Les numéros des étapes sont indiqués sous chaque image. Dans le cas (A), les deux interférogrammes sont traités simultanément : cela conduit à l'obtention d'un spectre avec des oscillations. Dans le cas (B), la fenêtre de Hamming est centrée sur le 2^{ème} interférogramme et le curseur positionné à environ 6.3 μm.

Nous avons vu dans la partie 3.2.1 que la présence de bruit dans le signal pouvait significativement déformer le spectre. Malgré l'utilisation d'une procédure de diminution du bruit de mesure (partie 3.4), nous avons remarqué que la qualité des mesures spectrales n'était pas toujours satisfaisante et ce, même pour la mesure du spectre en surface. Bien que les deux procédés conduisent théoriquement aux mêmes résultats, nous nous sommes aperçus que les résultats étaient nettement améliorés dès lors que l'on effectuait un moyennage temporel des spectres et non des signaux interférométriques. Le principe consiste à effectuer l'acquisition de N piles d'images consécutives, à extraire ensuite les N signaux d'interférences au niveau du même pixel puis à moyenner les N spectres calculés. Nous verrons que le protocole de correction développé reste néanmoins très utile lorsque les signaux sont de très faible amplitude et pratiquement confondus avec le bruit de mesure.

La mesure finale du spectre de réflectance d'une structure peut donc s'améliorer de deux façons différentes : soit en effectuant un moyennage spatial des réflectances mesurées au niveau de différentes zones suffisamment proches les unes des autres, soit en effectuant un moyennage temporel des spectres effectifs obtenus au niveau de la même zone.

3.3 Mesure d'échantillons réfléchissants pour l'analyse spectrale en surface

Pour l'ensemble des résultats présentés, un moyennage temporel sur 10 piles d'images acquises successivement a été effectué. Les signaux interférométriques sont toujours extraits d'une zone de 3x3 pixels afin d'atténuer légèrement le bruit de la caméra sans perdre en résolution latérale. Pour la calibration du système, nous utilisons soit un échantillon de silicium, soit un échantillon d'aluminium, dont la réflectance quasi constante dans la gamme spectrale considérée a été mesurée à l'aide d'un spectromètre optique de modèle Lambda 19 UV-VIS-NIR de chez Perkin Elmer. Puisque la caméra ne doit pas être saturée, nous adaptons l'échantillon de calibration à l'échantillon étudié. En effet, les conditions d'illumination restent identiques entre chaque étape. Le choix de la calibration permet alors de maximiser l'intensité réfléchie quel que soit l'échantillon étudié. La calibration par un échantillon d'aluminium aurait par exemple conduit à l'acquisition d'images très sombres si l'échantillon d'étude était très transparent.



Figure 3-3Réflectances des échantillons d'aluminium et de silicium utilisés pour la calibration. Le saut
observé à $\lambda = 860$ nm est dû au changement dans l'émission lumineuse de la lampe. Celui-ci a
été corrigé pour la mesure du silicium.

3.3.1 Les premiers résultats et la résolution latérale de la mesure

Les premières mesures ont été réalisées sur des échantillons de silicium et de dioxyde d'étain dopé au néodyme. Les conditions de dopage de l'échantillon lui ont conféré une réflectance décroissante en fonction de la longueur d'onde. Ces choix s'expliquent par la réponse spectrale très différente de ces deux matériaux dans la gamme spectrale mesurée. Cela permet d'évaluer dans un premier temps le fonctionnement de la méthode pour la caractérisation d'un échantillon très simple, ayant une réponse quasiment constante. Puis, dans un second temps, de vérifier si les variations dans la réponse spectrale étaient détectées avec précision.

Ces premières mesures ont été effectuées avec le système Leitz-Linnik équipé de la caméra couleur Basler. La FTS est définie entre 500 et 700 nm en raison de la gamme spectrale réduite de la caméra (figure 3-4(a)).





On remarque dans chaque cas, une bonne correspondance entre les mesures interférométriques et celles réalisées au spectromètre, notamment dans le cas (c) où la tendance décroissante de la réponse est correctement retrouvée.

Concernant la résolution latérale de la mesure, nous avons représenté sur la figure 3-5 les surfaces occupées respectivement par 3x3 pixels et par la tache de diffraction théorique du système.



Figure 3-5 Limitation de la résolution latérale de la mesure.

Quels que soient le système, la source et la caméra utilisés, nous avons vérifié que la surface occupée par 3x3 pixels était toujours inférieure à la tache de diffraction du système ($R_{pix} < \Delta_x$). La résolution latérale de la mesure est donc toujours limitée par la diffraction du système optique et non par la résolution de la caméra.

3.3.2 Effet de l'ouverture numérique et correction β

Nous avons vu dans le paragraphe 1.2.1.3 que, dans le cas de systèmes interférentiels où l'objet est éclairé par un cône de lumière, le terme d'interférence oscille avec une interfrange qui dépend à la fois de la longueur d'onde d'illumination et des paramètres géométriques du système. Plus l'ouverture numérique (ON) effective sera grande plus l'interfrange augmentera. Pour caractériser l'impact de l'ON sur l'interfrange, un facteur β , appelé «NA factor», «obliquity correction factor» ou

« normalized fringe spacing », a été introduit. Il correspond au rapport entre la longueur d'onde effective mesurée et la longueur d'onde réelle d'illumination (longueur d'onde centrale pour une source polychromatique).

Bien que son impact n'ait que très peu d'importance lorsqu'il s'agit de réaliser des mesures topographiques ou tomographiques, son influence ne peut pas être négligée dans le cas de mesures spectrales. En effet, il a été montré que ce facteur cause une dilatation du spectre lors du calcul par transformée de Fourier (Morin and Frigerio, 2012).

$$TF\{I(\lambda,z)\} \propto S_{mes}(\lambda) = S_{r\acute{e}el}\left(\frac{\lambda}{\beta}\right)$$
(3.22)

Cette distorsion entraînera alors des erreurs dans l'analyse spectrale si elle n'est pas prise en compte. Sur la figure 3-6(a), nous avons simulé à l'aide du programme WILIS les spectres effectifs correspondant à différentes ouvertures numériques. L'interférogramme est calculé pour une surface de réflectance unitaire.



Figure 3-6 Spectres effectifs calculés par TF d'un interférogramme d'une surface de réflectance unitaire pour différentes ON. (a) Sans correction. (b) Après correction de l'Eq. 3.23.

Afin de réduire les erreurs induites par l'ON des objectifs, la correction proposée par Morin et al. a été appliquée (Eq. 3.23). Les nouveaux résultats sont affichés sur la figure 3-6(b). Même si la correction n'est pas optimale, notamment pour des ON élevées, elle permet malgré tout de corriger partiellement la dilatation spectrale.

$$S_{corrigé}(\lambda) = S_{mes}(\beta\lambda)$$
(3.23)

Afin de pouvoir appliquer la correction précédente, il était nécessaire de calculer la valeur du facteur β correspondant à notre système. Nous avons donc enregistré trois signaux d'interférences sur une lame de verre avec trois ON effectives différentes afin d'observer l'évolution de l'interfrange. Pour modifier l'ON effective, nous avons utilisé les objectifs 50x (ON = 0,85) et 10x (ON = 0,18) à notre disposition. Nous avons également joué sur l'ouverture du diaphragme d'ouverture. Les trois acquisitions ont respectivement été réalisées avec les objectifs 50x - diaphragme ouvert (i), les objectifs 10x - diaphragme ouvert (ii) et les objectifs 10x - diaphragme fermé (iii). Les calculs des spectres effectifs à partir de ces trois signaux sont représentés sur la figure 3-7.



Figure 3-7Spectres effectifs mesurés pour différentes ON effectives et différentes caméras. (a) Basler. (b)Photon focus. (c) Prosilica. Les cas (i), (ii) et (iii) correspondent aux trois acquisitions.

En considérant le cas (iii) où le diaphragme d'ouverture est le plus fermé possible équivalent au cas d'une incidence normale, le facteur β a été obtenu en mesurant le décalage entre les pics des spectres. Pour le cas de la caméra Basler, avec les objectifs 50x, nous avons trouvé $\beta = 1,036$.

Afin d'illustrer de manière évidente l'apport de la correction pour le calcul de spectres de réflectance, nous avons mesuré un échantillon possédant un pic minimal de réflexion aux alentours de 550 nm. En effet, la dilatation du spectre devrait décaler ce pic vers les plus grandes longueurs d'ondes. L'échantillon en question est encore du dioxyde d'étain dopé au néodyme, mais élaboré sous des conditions différentes (température de dépôt, dopage). La figure 3-8 représente la mesure de réflectance de l'échantillon avant et après la correction β . Bien évidemment, le spectre de calibration est également corrigé.



Figure 3-8 Réflectance du dioxyde d'étain avant et après la correction β.

Même si la mesure initiale permet d'observer les variations de la réponse spectrale, on remarque tout de même que le pic se retrouve décalé vers les grandes longueurs d'ondes. La correction permet alors de repositionner convenablement le spectre. On observe une correspondance quasi-totale avec le résultat obtenu au spectromètre.

3.3.3 Amélioration à l'aide d'un moyennage spatial local

Nous avons expliqué précédemment qu'il est possible de procéder à un moyennage spatial des réflectances lorsque la structure étudiée occupe une surface supérieure à une centaine de pixels. Dans le cas présent, nous étudions la surface d'un matériau qui occupe l'ensemble du champ de vue de la caméra. La figure 3-9 représente le spectre de réflectance de l'échantillon de dioxyde d'étain obtenu sans moyennage, puis avec un moyennage de cinq et dix zones.



Figure 3-9 Amélioration de la mesure après un moyennage spatial.

On remarque que plus le nombre de zones augmente, plus la mesure se rapproche du résultat attendu. Bien que le matériau s'étende sur toute l'image, les groupes de pixels sélectionnés sont proches les uns des autres afin de rester dans le cas d'une mesure locale. Nous remarquons néanmoins que l'utilisation d'une seule zone est suffisante pour obtenir la tendance générale de la réponse.

3.3.4 Analyse de différents échantillons

3.3.4.1 Précision et répétabilité sur le champ

Dans cette partie, la précision et la répétabilité de la méthode sont étudiées sur l'ensemble du champ de vue. Ainsi, une cinquantaine de mesures de réflectance ont été effectuées sur différentes zones du champ, puis l'écart-type des mesures a été examiné. Afin de limiter la durée d'acquisition, le champ de vision maximal offert par le système n'est pas conservé, mais il est limité à 100 x 100 μ m². L'écart-type et la moyenne sont donnés par les Eqs. 3.24 et 3.25. Les mesures ont été faites sur les trois échantillons précédents.

$$\sigma(\lambda) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \left[R_i(\lambda) - \overline{R}(\lambda) \right]^2}$$
(3.24)

avec N = 50 le nombre de mesures de spectres, $R_i(\lambda)$ la réflectance calculée à la longueur d'onde λ et $\overline{R}(\lambda)$ la réflectance moyenne qui est donnée par :

$$\overline{R}(\lambda) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} R_i(\lambda)$$
(3.25)



La dispersion des mesures est représentée en traçant l'écart-type : $\overline{R}(\lambda) \pm \sigma(\lambda)$.

Figure 3-10 Valeur moyenne et écart-type des réflectances mesurées sur 50 zones du champ de vue. (a) Silicium. (b)-(c) Dioxyde d'étain pour différentes conditions de dopage.

On observe dans chaque cas une très bonne similitude entre les mesures interférométriques et les résultats du spectromètre. Ayant lui-même une précision d'environ 5 %, on peut affirmer que les résultats sont inclus dans la marge d'erreur du spectromètre. Concernant l'écart-type, on remarque qu'il a tendance à augmenter au niveau des longueurs d'onde extrêmes (500 et 700 nm). Même si le bruit est relativement faible dans le cas d'une mesure surfacique, l'évolution de l'écart-type en fonction de la longueur d'onde confirme que le bruit de mesure a une influence particulièrement importante dans les zones où l'amplitude du spectre effectif est faible. Dans le cas d'une acquisition où le signal d'interférences est davantage bruité (étude en profondeur), cela nous amènera à restreindre la gamme spectrale mesurée à un intervalle où le rapport signal à bruit est supérieur à une valeur seuil. Ces conclusions nous amènent à vouloir élargir le plus possible le domaine de définition du spectre effectif. C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers l'achat de caméras monochromes avec une large gamme de sensibilité spectrale.

Nous avons supposé précédemment que la qualité des mesures spectrales était fortement liée à la qualité du signal interférométrique. Par le biais de simulations et validé par les résultats précédents, nous avons démontré que le bruit de mesure présent sur le signal était déjà un paramètre limitant. Les franges d'interférences données par notre objectif de Mirau sont mieux contrastées et donc d'une qualité supérieure à celles obtenues avec le microscope Leit-Linnik. Par conséquent, nous avons

décidé de remesurer les échantillons de dioxyde d'étain avec l'objectif Mirau (Nikon), installé sur le microscope « Thorlabs », afin d'évaluer l'amélioration des résultats. De plus, l'éclairage de ce système étant très proche d'une illumination Köhler, la qualité des images acquises était également améliorée. En utilisant une LED blanche plutôt qu'une source incandescente, la FTS se retrouve définie sur l'intervalle [480 nm, 680 nm]. Le champ de vue est toujours de 100 x 100 μ m².



Figure 3-11 Valeur moyenne et écart-type des réflectances mesurées sur 50 zones du champ de vue avec l'objectif de Mirau.

On remarque en effet que l'écart-type sur les mesures dans le champ est beaucoup plus faible que précédemment. Même si nous avons modifié la source lumineuse pour ces mesures, nous pensons que la cause principale de l'amélioration obtenue est bel et bien due à la qualité supérieure des franges d'interférences (et de l'éclairage).

Malgré tout, l'utilisation d'une configuration Linnik présente de nombreux avantages par rapport à la configuration Mirau, notamment pour l'étude d'échantillons transparents où la possibilité de régler indépendamment la différence de marche et la focalisation est très importante.

Néanmoins, nous avons pu voir que l'obtention de franges de bonne qualité permet d'améliorer les résultats. Le réglage précis de l'interféromètre est donc un paramètre crucial pour l'analyse spectrale.

3.3.4.2 Cartographie spectrale de quatre matériaux

Les précédentes caractérisations ont été faites sur des surfaces homogènes, c'est-à-dire composées du même matériau. Ce même matériau occupait donc l'ensemble du champ de vue, empêchant alors la réalisation d'une cartographie spectroscopique dans le cas où différentes structures se retrouvent simultanément dans le champ imagé.

Dans cette partie, l'échantillon examiné est composé de quatre matériaux différents (Titane, Aluminium, Argent, Silicium) évaporés sur un substrat de silicium. Pour les trois premiers matériaux, les dépôts des films ont une épaisseur de 1 µm. Il n'y a pas eu de dépôt de silicium. Les mesures se sont effectuées directement sur le matériau massif. Afin de compenser la perte d'épaisseur, 1 µm d'aluminium a été déposé sur la face arrière du wafer. Les évaporations ont été réalisées par un canon à électrons sur un évaporateur de marque TEMESCAL, avec un système planétaire pour une bonne homogénéité de la couche. Pour les acquisitions, nous avons utilisé le système Leitz-Linnik et la caméra Photon focus. La plus grande sensibilité spectrale de cette caméra nous a permis d'obtenir une

FTS définie entre 500 nm et 1100 nm (figure 3-7(b)). Cependant, les zones où le rapport signal à bruit était trop faible ont été ignorées, limitant les mesures à l'intervalle [550 nm; 1000 nm].

Le but de la cartographie spectroscopique est de pouvoir identifier différents matériaux dans un champ de vision donné à travers leurs réponses spectrales individuelles. Pour réaliser cette étude, les quatre échantillons ont été découpés en carré, puis collés côte à côte, de telle sorte que leurs surfaces soient pratiquement situées dans le même plan et qu'ils soient simultanément visibles dans le même champ de vue au centre de l'image (voir figure 3-12). Les images de cette figure ont été acquises avec les objectifs 10x pour offrir une meilleure vision de l'échantillon. Les mesures ont tout de même été faites avec les objectifs 50x, afin de conserver une haute résolution latérale. Le fait que nous ayons cherché à placer les surfaces des matériaux au niveau du même plan n'est pas un point capital pour la mesure. Bien évidemment, même si ces surfaces avaient été distantes de quelques microns l'une par rapport à l'autre selon l'axe Z, les résultats seraient restés identiques. La seule différence aurait été une augmentation du temps d'acquisition, paramètre que nous avons cherché à limiter.



Figure 3-12(a) Image optique de l'échantillon. (b)-(c) Images interférométriques extraites de la pile (XYZ)
pour deux positions Z de l'échantillon. La taille des images est de 1.19 x 1.19 mm².

De la même manière que précédemment, les quatre matériaux ont été mesurés 50 fois sur 50 groupes de pixels différents. Les signaux interférométriques ont tous été extraits de zones qui sont proches les unes des autres et approximativement localisées autour des points violet, vert, rouge, et bleu de la figure 3-12(a).

Les oscillations rapides de la réponse du spectromètre à 850 nm sont toujours dues à un changement dans l'émission de lumière de la lampe. On observe une fois de plus une très bonne correspondance entre les mesures interférométriques et les résultats du spectromètre pour les quatre matériaux. La qualité des mesures est amplement suffisante pour permettre une identification fiable des différents matériaux, notamment pour la distinction entre les couples aluminium/argent et silicium/titane, qui possèdent des spectres de réflectance assez proches. Les écarts les plus importants observés dans les gammes 550-600 nm et 950-1000 nm sont toujours liés à la diminution du rapport signal à bruit au niveau des extrémités de la FTS. La mesure expérimentale de la résolution latérale, qui est détaillée dans la partie 3.5.4, nous a donné une résolution de $0,5 \,\mu$ m correspondant à une surface d'analyse de $0,79 \,\mu$ m².



Figure 3-13 Les spectres de l'argent, aluminium, silicium et titane, obtenus à partir des données OCT sont représentés en pointillé. Les courbes solides sont les résultats du spectromètre.

3.4 Le protocole de correction

Avant de présenter les résultats des mesures spectrales localisées en profondeur, nous allons détailler le protocole de correction que nous avons mis en place pour diminuer le bruit présent sur les images acquises. Comme expliqué précédemment, cette procédure ne permet pas véritablement d'améliorer la qualité des résultats (amélioration obtenue plutôt par un moyennage temporel des spectres effectifs), mais est absolument nécessaire lorsque l'amplitude du signal d'interférences est du même ordre de grandeur que l'amplitude du bruit. Nous allons voir que les signaux parvenant de structures enterrées dans une couche transparente peuvent être très faiblement contrastés. C'est par exemple le cas dans les milieux biologiques où la variation d'indice entre deux structures d'une cellule peut être inférieure à 0,1 (Bordier, 2007). Pour les analyses en surface, les signaux sont beaucoup plus facilement exploitables.

Nous nous sommes surtout aperçus de l'influence très importante du bruit lors d'une collaboration avec des chercheurs de l'équipe MaCEPV d'ICube où le but du travail était de caractériser des films de Mylar attaqués chimiquement afin de déterminer le volume de pores d'air insérés dans le milieu par rapport au volume total de l'échantillon. Lors de cette étude, nous avons effectivement constaté que, pour des structures de faible contraste et de taille micrométrique, le bruit pouvait être d'un niveau semblable ou supérieur à celui du signal venant des structures recherchées. La détection et l'observation de ces structures devenaient alors très difficiles car celles-ci étaient noyées dans le bruit d'acquisition de la caméra.

La complexité de l'instrumentation employée en FF-OCT nécessite alors l'emploi et l'optimisation de procédures d'acquisition et de traitement d'images pour faire apparaître les différentes informations nécessaires à la mesure. Après avoir rappelé l'origine de ces dégradations, nous détaillerons la programmation de différentes méthodes de corrections afin de diminuer l'influence du bruit sur les mesures et d'améliorer ainsi la qualité de l'imagerie.

3.4.1 Origine des dégradations

L'acquisition d'une image par une caméra est inévitablement entachée de bruit. Une caméra CCD est composée d'une matrice de pixels qui transforment les photons incidents en électrons. Ces électrons sont ensuite convertis par le système électronique en une valeur numérique représentant l'intensité en niveaux de gris de l'image (Mullikin et al., 1994). Les images acquises par la caméra peuvent être très bruitées, notamment lorsque l'échelle d'observation utilisée n'est plus linéaire. Cette méthode permet d'amplifier artificiellement la valeur des signaux de faible amplitude. L'utilisation d'une caméra est donc à l'origine de différentes sources de dégradations (Healey and Kondepudy, 1994), que nous avons répertoriées dans la partie 3.2.1. Dans la suite, nous décomposerons les bruits entre ceux qui possèdent une dépendance temporelle et ceux qui ont une dépendance spatiale. L'effet d'un bruit temporel sur une image est aléatoire : cela signifie que la réponse d'un même pixel à une même scène peut varier au cours du temps. Au niveau des bruits spatiaux, l'une des sources de dégradation est le « Fixed Pattern Noise » (FPN) (Lukas et al., 2006; Michel et al., 1997), signifiant que la valeur par défaut de chaque pixel (sans présence de lumière) n'est pas uniformément nulle sur l'ensemble du capteur. Lorsque l'éclairement de l'échantillon n'est pas homogène, le système d'illumination peut être lui-même une source de dégradation pour les images. Les caméras CCD sont également sujettes à un dernier effet, appelé « Photo Response Non Uniformity » (PRNU), correspondant à une disparité dans le gain des pixels. Ces différences sont à l'origine d'une réponse non-uniforme des différents pixels du capteur. Chacun de ces phénomènes peut être atténué voire supprimé en appliquant une simple combinaison de techniques de traitements d'images (Russ, 2016).

3.4.2 Protocole de correction

Nous présentons ici un protocole de correction, combinant plusieurs techniques de traitements d'images, destiné à réduire le bruit spatial et temporel.

 Bruit de lecture

Le bruit temporel varie de manière aléatoire avec le temps. Par conséquent, les niveaux de gris des mêmes pixels dans une image acquise à deux moments différents afficheront de légères variations. Dans le cas d'étude d'un échantillon statique, ce bruit temporel peut être réduit en effectuant un moyennage de plusieurs images acquises consécutivement (Petrou and Petrou, 2010). Cette méthode de correction est donc directement incluse dans la procédure d'acquisition de la pile d'images XYZ. A chaque pas de déplacement du dispositif piézoélectrique, l'image enregistrée sera le résultat du moyennage de N images. La réduction du bruit est alors proportionnelle à la racine carrée du nombre d'images utilisées.

$$I_{moy} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} I_i$$
(3.26)

avec I_{mov} l'image moyennée enregistrée et N le nombre d'images utilisées.

4 Bruit spatial

On distingue différentes sources de bruit spatial. Celui-ci peut par exemple provenir des pixels brillants apparaissant toujours à la même position dans les images lorsqu'elles sont acquises dans les mêmes conditions (FPN). Afin de pallier ce problème, il est nécessaire de soustraire à l'ensemble des images acquises l'image contenant uniquement les pixels brillants, communément appelée image « dark ». Cette image « dark » est obtenue sans illuminer le capteur, c'est-à-dire en bloquant le chemin de la lumière. L'image résultante est notée $I_{corrDark}$.

$$I_{corrDark} = I - I_{Dark} \tag{3.27}$$

Pour une caméra linéaire, une manière de compenser une mauvaise répartition lumineuse sur le capteur, ainsi que le problème de PRNU, est de diviser chaque image brute acquise par l'image du fond lumineux contenant les éventuels défauts d'éclairage (vignettage, inhomogénéité, poussière sur le capteur ou les optiques, ...). Cette image est nommée image « flat » (Seibert et al., 1998). Si la caméra utilisée est logarithmique, il est suggéré de soustraire l'image flat aux images acquises. Le détecteur utilisé étant linéaire, nous appliquons la correction suivante :

$$I_{corrFlat} = \frac{I}{I_{Flat}} \times C \tag{3.28}$$

De manière générale, cette image est obtenue en utilisant une surface lambertienne (feuille blanche, spectralon) comme échantillon de référence. Elle est acquise dans les mêmes conditions d'éclairement que les images traitées. Dans le cas où la caméra a une résolution de 8 bits, *C* est une constante entre 0 et 255. Cette constante est souvent prise égale à la valeur moyenne de l'image « flat ».

Afin de prendre en compte l'ensemble de ces techniques de traitements d'images, nous avons proposé la méthode de correction donnée par l'Eq. 3.29, très couramment utilisée dans le domaine de l'astronomie et dans l'imagerie de grande précision en général.

$$I_{corr} = \frac{I_{moy} - I_{Dark}}{I_{Flat} - I_{Dark}} \times C$$
(3.29)

Comme les temps d'exposition sont généralement très courts dans nos applications, l'image dite « offset » est comparable à l'image « dark ». L'image « offset » est une image « dark » prise avec le temps d'exposition le plus court possible de la caméra. On néglige donc son influence dans la précédente expression. L'apport de cette correction en termes de rapport signal à bruit et de qualité d'imagerie sera discuté dans la partie 3.4.4 pour l'étude d'un film de Mylar de 3,6 et 6 µm d'épaisseur.

3.4.3 Implémentation logicielle des méthodes de traitement d'images

Comme nous l'avons illustré sur l'organigramme de la figure 2-37, la construction d'une pile d'images XYZ s'effectuait en procédant à une unique acquisition à chaque pas de déplacement vertical de la platine piézoélectrique. Les résultats obtenus sur les coupes XZ permettaient d'observer les interfaces « avant » et « arrière » de l'échantillon. Cependant, la forte présence de bruit dans les images pouvait
empêcher la détection de structures micrométriques contenues dans la couche transparente (figure 3-15(a)).



Figure 3-14 Organigramme fonctionnel final du système d'acquisition et de traitement.

Dans le but de réduire ce bruit, la procédure d'acquisition a été améliorée afin d'inclure les différentes méthodes de corrections présentées dans le paragraphe 3.4.2. Une option permet désormais de choisir si l'image enregistrée à chaque position Z est obtenue après une acquisition ou bien après un moyennage de N images. Pour appliquer les corrections « dark » et « flat », il est nécessaire d'acquérir les images « dark » et « flat » au préalable, en prenant bien soin d'être dans les mêmes conditions de mesures (intensité de la source, paramètres de la caméra comme le gain, le temps d'exposition etc...). L'image « dark » est obtenue en bloquant le chemin d'illumination de la source. L'image « flat » correspond à l'image défocalisée d'un échantillon blanc homogène et servira en tant qu'image de fond de référence. Pour une correction de meilleure qualité, il est possible d'utiliser des images « dark » et « flat » et « correction de meilleure qualité, il est possible d'utiliser des images « dark » et « flat » et «

3.4.4 Application de la méthode au polymère Mylar

3.4.4.1 Effet du moyennage

Le polymère Mylar était un échantillon idéal pour tester notre protocole de correction puisque la couche contient des pores d'air de taille et de forme variées. Les pores étant disposés aléatoirement dans le milieu, l'objectif était de les observer après avoir moyenné chaque image XY acquise lors du balayage axial de l'échantillon.



Figure 3-15 Détection d'un pore dans une coupe XZ du film de 3,6 μm d'épaisseur. (a) Sans moyennage.(b) Moyennage de 10 images. (c) Moyennage de 50 images.

On observe ici que le moyennage permet d'atténuer le bruit contenu dans les images XZ. Le pore devient seulement visible après avoir utilisé un moyennage de 50 images. Théoriquement, le rapport signal à bruit s'améliore d'un facteur \sqrt{N} où N est le nombre d'images utilisées pour le moyennage. La réduction du bruit d'un facteur 3 (moyennage de 10) n'est donc pas suffisante pour détecter le pore contenu dans la couche. Afin de déterminer le moyennage nécessaire pour obtenir un filtrage optimal des images, nous avons décidé d'effectuer une étude quantitative de la réduction du bruit.

L'apport du moyennage s'évalue en observant l'évolution du rapport signal à bruit (RSB) d'une image. Cela consiste à regarder la variation en niveaux de gris d'un même pixel sur l'image d'une même scène acquise M fois de suite. Ces M images sont moyennées N fois avec N variant entre 1 et 100. Le rapport signal à bruit est alors donné en décibels et calculé comme suit :

$$RSB_{dB} = 20\log_{10}\left(\frac{\overline{x}}{\sigma}\right) \tag{3.30}$$

avec $\bar{x} = \sum_{i=1}^{M} x_i$ la valeur moyenne du même pixel calculée sur les *M* images acquises (x_i correspond à la valeur en niveaux de gris) et σ l'écart-type des valeurs donné par :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{M} \sum_{i=1}^{M} (x_i - \bar{x})^2}$$
(3.31)

La figure 3-16 résume les valeurs du rapport signal à bruit mesuré sur le même pixel pour M = 10 et pour différentes valeurs de N.



Figure 3-16 Rapport signal à bruit calculé sur un pixel pour M = 10 et pour N variant entre 1 et 100.

Conformément à la théorie, les résultats révèlent que le rapport signal à bruit est amélioré d'un facteur \sqrt{N} . De plus, on note qu'un moyennage de 40 images semble suffisant pour obtenir un RSB équivalent à un filtrage quasi optimal des images.

Comme illustré sur la figure 3-17, le moyennage permet d'améliorer considérablement le RSB des images XZ et augmente de ce fait la sensibilité de détection axiale du système. Les pores de taille micrométrique, initialement noyés dans le bruit, deviennent ainsi perceptibles. L'amélioration de l'imagerie s'accompagne naturellement d'une amélioration notable du signal interférométrique.



Figure 3-17 Amélioration de l'imagerie et des signaux d'interférences d'un échantillon de Mylar de 3,6 μm d'épaisseur après moyennage. (a) Image XZ sans correction. (b) Image XZ avec un moyennage de 100 images. (c)-(d) Interférogrammes obtenus à partir de (a)-(b).

D'autres mesures ont été effectuées sur un échantillon de Mylar de 6 µm d'épaisseur. Certaines images XZ sont affichées avec une palette en fausses couleurs pour obtenir un meilleur aperçu visuel.



Figure 3-18 Amélioration de la capacité de détection axiale du système appliqué à un échantillon de Mylar de 6 μm d'épaisseur. L'effet du moyennage est observé sur deux zones différentes de l'échantillon. (a) Sans moyennage. (b) Après moyennage de 100 images. (c)-(d) Signaux d'interférences le long du profil de (a)-(b). (e) Sans moyennage. (f) Après moyennage de 100 images. (g)-(h) Signaux d'interférences le long du profil de (e)-(f).

Pour des images très bruitées, le traitement permet d'extraire le signal interférométrique du bruit de fond, comme illustré par les figures 3-18(d) et (h). De manière générale, après avoir appliqué le traitement, les signaux sont de meilleure qualité et davantage contrastés. La détection de l'enveloppe est nettement simplifiée. Ces améliorations facilitent ainsi le post-traitement du signal interférométrique, qui est d'une importance cruciale dans notre cas afin d'éviter des caractérisations spectrales aberrantes.

On observe bien ici que l'analyse spectrale des signaux représentés sur les figures 3-18(c) et (g) auraient conduit à des mesures totalement erronées. Une étape préliminaire de moyennage est

nécessaire pour réduire le bruit de mesure. Seulement après, il devient possible de moyenner temporellement les spectres effectifs obtenus de dix piles d'images différentes.

3.4.4.2 Corrections des images « dark » et « flat »

Les composants d'un système optique ne sont pas toujours d'une qualité irréprochable, comme le prouve la présence de poussières et autres impuretés sur les surfaces optiques. Parfois, ces défauts sont difficilement perceptibles sur les images. Il n'est pas forcément facile d'enlever les composants du système afin de les nettoyer. De plus, les lentilles ou bien la caméra peuvent causer un problème de vignettage, correspondant à un assombrissement des coins de l'image par rapport à son centre. Les corrections « dark » et « flat » ont l'avantage d'atténuer voire d'éliminer l'ensemble de ces défauts des images acquises.

L'amélioration apportée par la correction de l'image « dark » n'est pas directement visible sur l'image acquise, mais peut se quantifier en évaluant la valeur efficace R_q (RMS « Root Mean Square ») de l'image « dark » :

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{p} \sum_{i=1}^{p} x_i^2}$$
(3.32)

La correction par l'image « flat » doit permettre de remédier au problème d'illumination non homogène et au phénomène de PRNU de la caméra. Pour quantifier l'amélioration apportée par cette correction, il suffit d'observer l'histogramme de l'image d'un échantillon censé être parfaitement uniforme. Plus l'histogramme sera étroit et tendra vers une distribution de Dirac, plus la correction sera efficace. En d'autres termes, cela signifie que l'ensemble des pixels de l'image aura la même valeur de luminosité. C'est bien évidemment ce qui est attendu pour l'histogramme d'un échantillon homogène et uniforme.



Figure 3-19 Histogramme d'une image censée être uniforme à chaque étape de correction.

Table 3-2Largeur à mi-hauteur des histogrammes obtenus avec les 4 corrections.

	I1	I2	I3	I4
FWHM (en niveaux de gris)	28	26	24	3





Les largeurs à mi-hauteur des quatre histogrammes sont indiquées dans la table 3-2. Cela met en évidence que l'histogramme est quasiment 10 fois plus étroit après les corrections « dark » et « flat » que celui de l'image brute, prouvant l'efficacité de la correction. On observe que les défauts du système optique sont supprimés après avoir appliqué la correction, comme illustré sur les images XY des figures 3-20(a), (b) et (c) (cercles verts) et sur les images XZ des figures 3-20(d) et (e) (flèches rouges). On remarque également que l'illumination a été corrigée afin d'obtenir un éclairage homogène de l'échantillon, entraînant l'amélioration du contraste des détails de l'image. Cette correction présente surtout un intérêt pour l'imagerie. Elle n'apporte pas de véritables avantages pour l'analyse spectrale puisque celle-ci s'effectue à partir d'une mesure ponctuelle.

3.4.4.3 Perspectives : association à d'autres méthodes de traitements

Les bons résultats obtenus ont conduit à développer la procédure de correction, en la combinant à une autre méthode de traitement d'images : la technique d'imagerie à grande gamme dynamique ou HDR (« High Dynamic Range »). Le principe de la méthode est d'accroître la plage dynamique d'une image en permettant d'attribuer plus de valeur à un pixel. Initialement utilisée dans le monde de la photographie, la technique HDR s'est développée dans le domaine de la microscopie pour l'imagerie infrarouge (Mookherjea and Grant, 2012) et plus récemment pour l'amélioration de l'imagerie OCT plein champ (Leong-Hoi et al., 2016).

Un nouveau protocole a donc été développé à partir de ces différentes techniques : le protocole IMPROVE (« IMage PRocessing Optimization for fringe Visibility Enhancement ») (Leong-Hoï et al., 2016). Le principe consiste à combiner dix images obtenues avec différents temps d'exposition de la caméra, chacune de ces images étant le résultat de la correction présentée précédemment (moyennage de 20 images, corrections « dark » et « flat »). Le protocole se traduit par l'équation suivante :

$$I_{HDR,DF}^{moy20} = \sum_{i=1}^{10} \frac{I_i^{moy20} - D_i^{moy20}}{F_i^{moy20} - D_i^{moy20}} \times C$$
(3.33)

avec I_i^{moy20} l'image moyennée au i^{ème} temps d'exposition, D_i^{moy20} l'image « dark » moyennée vingt fois au i^{ème} temps d'exposition et F^{moy20} l'image « flat » moyennée vingt fois.

Cette nouvelle procédure a été appliquée à différents échantillons et notamment utilisée pour la détection de microbilles de verre de 4 μ m de diamètre, incorporées dans une couche de résine (SU-8) d'indice optique n = 1,68 (Leong-Hoï et al., 2016).

On observe qu'après chaque étape de correction, la qualité d'imagerie s'améliore. On remarque notamment qu'après le couplage du moyennage à la technique HDR, les signaux provenant respectivement du bas de la bille et de la face arrière de la résine sont extraits du bruit. Le premier signal est mélangé entre celui venant de la face avant de la couche de résine et celui du haut de la bille. La dernière étape de correction « dark/flat » a permis de supprimer les effets néfastes causés par la présence de poussière sur les optiques (flèches rouges) et également d'homogénéiser la répartition lumineuse entraînant une amélioration du contraste visuel des images XY.



Figure 3-21

Evolution des améliorations apportées par les différentes étapes du protocole IMPROVE. La première colonne correspond à une image en coupe XY où différentes microbilles sont affichées. La deuxième colonne montre les franges brutes dans une coupe XZ. Les cercles verts révèlent la position des franges issues de deux microbilles et les flèches rouges la position de certains défauts. La troisième colonne présente l'aspect des signaux interférométriques à un pixel donné à chaque étape du protocole.

3.5 Mesure d'échantillons transparents pour l'analyse spectrale résolue en profondeur

Dans la partie 3.3, nous avons développé en détail l'ensemble des mesures réalisées sur des échantillons réfléchissants, permettant leur caractérisation en surface. Nous allons maintenant nous intéresser à des échantillons transparents pour leur caractérisation en profondeur, qui est bien entendu l'une des applications les plus intéressantes de la spectroscopie par OCT. Afin de limiter les difficultés de l'analyse, nous nous sommes pour le moment restreints à l'analyse d'échantillons purement transparent, ne présentant aucune diffusion ni absorption.

Les premiers tests ont été réalisés sur une couche de polymethyl methacrylate (PMMA) déposée sur un substrat de silicium. En raison des propriétés du polymère et de la méthode de dépôt par spincoating, la couche présente des inhomogénéités au niveau de l'épaisseur pouvant varier de 2,5 μ m à 4 μ m sur le champ de vue. Afin d'optimiser dans un premier temps la qualité des résultats, nous avons commencé les mesures avec le système « Thorlabs » et l'objectif de Mirau (x50, ON = 0,55). Les spectres effectifs sont toujours moyennés temporellement sur 10 piles d'images acquises consécutivement. Le protocole de correction de la partie 3.4 a été appliqué avec un moyennage de quatre images. Cela permet d'améliorer le RSB d'un facteur 2, tout en n'augmentant pas de manière excessive la durée d'acquisition. Du fait de la simplicité de la couche, cette correction était suffisante pour obtenir des signaux interférométriques de bonne qualité.

L'utilisation d'un spectromètre n'est plus possible pour comparer les mesures obtenues en profondeur. La vérification des résultats s'est effectuée cette fois à l'aide du programme de la S-matrix. Les paramètres requis par le programme sont les indices de réfraction des matériaux, l'épaisseur de la couche et l'ouverture numérique. Bien que l'ON de l'objectif soit donnée égale à 0,55, nous verrons qu'à partir des comparaisons entre expériences et simulations, nous avons mesuré une ON du système plus faible et environ égale à 0,32. L'épaisseur du film a été mesurée à partir de la différence de chemin optique entre les signaux des faces avant et arrière de la couche. Elle est égale à 3,3 µm au niveau de la zone où les caractérisations spectrales ont été réalisées. Les indices de réfraction des matériaux ont été récupérés à partir des données fournies dans la littérature (Beadie et al., 2015; Green, 2008; Ishigure et al., 1996; Jellison, 1992; Vuye et al., 1993). La source utilisée étant non polarisée, le spectre de réflectance a été obtenu en moyennant les coefficients de réflexion en intensité pour les polarisations TE et TM. La mesure du spectre a été répétée 50 fois à différents points de l'échantillon où l'épaisseur a été vérifiée comme étant toujours la même. Les figures 3-22(a), (b) et (c) correspondent au spectre de la surface, au spectre de l'interface PMMA/silicium et au spectre de réflectance totale. Pour la mesure de la réflectance totale, aucun moyennage spatial n'est effectué. Le spectre est seulement obtenu à partir d'une seule zone (groupement de 5x5 pixels). L'association de la source LED blanche à la caméra Photon focus donne une FTS comprise entre 500 et 800 nm (spectre bleu de la table 2-1(d)).



Figure 3-22 Mesure des spectres de réflectance. (a) Surface air-PMMA. (b) Interface PMMA-silicium. (c) Couche entière. Les données expérimentales (courbes bleues) sont comparés aux résultats de la S-matrix (courbes noires) pour une ON de 0,32.

Les expériences faites en configuration Linnik ont conduit à des résultats similaires, avec malgré tout une augmentation de l'écart-type.

Différentes observations peuvent être faites au la vue de ces résultats :

- Le spectre théorique et le spectre expérimental de l'interface air-PMMA sont en accord.
- Les spectres de l'interface PMMA-silicium présentent des différences significatives.
- Malgré une similarité en forme, les spectres correspondant à la réflectance totale de la couche possèdent également des différences notables.

L'épaisseur et l'indice optique de la couche sont reliés à la modulation du spectre. La légère différence de période entre les mesures théoriques et expérimentales pourrait donc s'expliquer par leurs valeurs utilisées dans le programme : ces valeurs peuvent être légèrement différentes de leurs valeurs réelles. La valeur de l'angle d'obstruction θ_{min} dans le cas de la configuration Mirau, ainsi que la dilatation du spectre survenant durant le traitement de l'interférogramme, pourraient également être des sources d'explication. Cependant, aucun de ces facteurs ne permet d'expliquer l'écart important en termes d'amplitude entre les deux spectres.

Ces différentes observations, notamment le fait que le spectre de la surface soit cohérent avec la théorie, nous permettent d'en déduire que l'erreur provient du deuxième interférogramme.

3.5.1 Identification des sources d'erreurs pour l'analyse spectrale résolue en Z

Afin de comprendre pourquoi l'interférogramme de l'interface PMMA-silicium conduisait à un spectre erroné, nous avons cherché à déterminer quels paramètres pouvaient modifier ce signal et donc générer des erreurs sur le spectre qui en découle.

3.5.1.1 Simulations : réflectance spectrale totale et résolue en Z pour différentes ON

Nous avons vu que même pour des mesures en surface, les effets d'ouverture introduits par l'ON des objectifs engendraient des erreurs dans l'analyse spectroscopique. Celles-ci sont désormais prises en compte automatiquement. En effet, le facteur d'ouverture β est automatiquement calculé afin de centrer tous les spectres effectifs sur la longueur d'onde effective réelle.

Dans le but de vérifier si l'ON était à l'origine de nouvelles erreurs dans l'analyse spectrale résolue en profondeur, nous avons comparé les résultats donnés par la S-matrix à ceux obtenus à l'aide du programme WILIS. Les propriétés de l'échantillon (épaisseur, indice) sont identiques pour chaque programme. L'angle d'incidence varie entre θ_{min} (angle d'obstruction) et θ_{max} (arcsin(*ON*)). Pour se rapprocher le plus possible du spectre d'émission de la source, le spectre lorentzien donné par dans la table 2-1 est utilisé dans le programme avec $\lambda_0 = 650$ nm et $\Delta \lambda = 150$ nm.



Figure 3-23 Comparaison entre le spectre d'émission de la source et le spectre utilisé pour la simulation.

A l'aide du programme WILIS2, nous avons généré les signaux d'interférences de l'échantillon étudié pour différentes ON. Le même traitement fut alors appliqué à ces signaux afin de calculer le spectre de réflectance de l'interface PMMA-silicium et le spectre de réflectance total.



Figure 3-24 Effet de l'ON sur le spectre de réflectance total (a), (b), (c), (d) et sur le spectre de l'interface PMMA-silicium (e), (f), (g), (h). Comparaison entre les résultats obtenus à partir de la S-matrix et à partir du traitement des franges d'interférences.

Il est évident au regard des résultats de la figure 3-24 que l'ON induit des erreurs dans l'analyse spectrale. On note cependant que pour des ON inférieures à 0,2, les résultats restent semblables. A partir de cette valeur, la mesure interférométrique s'écarte de plus en plus du résultat attendu et devient totalement aberrante. Pour les ON inférieures à 0,2, la légère différence en amplitude entre les deux spectres de réflectance totaux est accordée au fait que les multiples réflexions de la lumière entre les faces avant et arrière de la couche sont uniquement prises en compte dans la S-matrix. D'après les résultats des simulations, l'ON semble être le principal facteur à introduire des erreurs dans l'analyse. Toujours à l'aide de simulations, nous allons maintenant étudier plus en détail les différents effets que peut avoir l'ON sur le signal interférométrique de l'interface PMMA-silicium.

3.5.1.2 L'ON et son influence sur le signal d'interférences

Dans cette partie, nous examinons méticuleusement deux effets de l'ouverture numérique.

Le premier effet est lié au phénomène de réfraction qui a lieu au niveau de la surface. Lorsque l'échantillon est éclairé par un ensemble de rayons convergents possédant de multiples angles d'incidence θ , les différents rayons traversant la surface sont réfractés avec des angles θ' . Par conséquent, ces rayons vont interférer constructivement à différentes positions de l'échantillon. Ces positions sont déterminées à partir de la relation suivante :

$$z(\lambda,\theta) = \frac{m\lambda}{2\cos(\theta)} + en\frac{\cos(\theta')}{\cos(\theta)}; \qquad m \in \mathbb{Z}$$
(3.34)

En dérivant la fonction $z(\lambda, \theta)$ par rapport à la variable θ , il est possible d'observer la variation de position d'une frange blanche en fonction de l'angle d'incidence. La figure 3-25(a) représente cette variation pour quatre longueurs d'ondes différentes. Dans ces simulations, nous ne prenons pas en compte le décalage de la frange centrale dû au déphasage à la réflexion. En effet, même pour les

matériaux métalliques qui présentent un déphasage élevé à la réflexion, le décalage de la frange centrale reste relativement faible (Dubois, 2004).



Figure 3-25 (a) Dérivée de z par rapport à θ : variation de la position d'une frange blanche (m=3) en fonction de l'angle d'incidence pour différentes longueurs d'ondes. Le résultat est comparé à celui obtenu en supposant aucune réfraction (θ = θ'). L'échantillon est supposé non dispersif.
(b) Dérivée de z en fonction de λ : variation de position d'une frange blanche (m=1) en fonction de la longueur d'onde pour différents angles d'incidence. Le résultat est comparé à celui obtenu en supposant l'échantillon non dispersif. (c)-(d) Franges simulées avec une ON de 0,5 en prenant en compte la réfraction (c) et en supposant aucune réfraction (d). Dans chaque cas, les signaux sont normalisés par rapport à l'intensité maximale.

Les courbes de la figure 3-25(a) démontrent que, suite à la réfraction au niveau de la surface, la position d'une frange blanche dépend fortement de l'angle d'incidence. De plus, l'évolution de cette position est non linéaire et devient de plus en plus élevée lorsque l'angle d'incidence augmente. En d'autres termes, cela signifie que la position d'une frange blanche se décale de plus en plus lorsque l'angle d'incidence augmente. Cela aura pour conséquence d'atténuer l'amplitude de l'interférogramme PMMA-silicium, avec une atténuation d'autant plus rapide que l'ON augmente. Ces effets sont clairement observés sur les figures 3-25(c) et (d), qui représentent le signal interférométrique de l'échantillon en prenant en compte ou non le phénomène de réfraction.

On peut remarquer que la variation de la position est encore plus significative lorsque la couche est dispersive, à cause de la dépendance de l'angle de réfraction θ' avec la longueur d'onde. Comme

l'illustre la figure 3-25(b), la variation de position d'une frange en fonction de la longueur d'onde est identique quelle que soit la longueur d'onde à un angle d'incidence donné. Ce n'est cependant plus le cas dès lors que la couche devient légèrement dispersive. En effet, on observe que, même dans le cas du PMMA dont l'indice optique est quasiment constant dans l'intervalle 500-800 nm, l'évolution de la position devient dépendante de la longueur d'onde pour le même angle d'incidence.

En raison de cette diminution d'amplitude, le spectre calculé à partir de cet interférogramme sera inévitablement faussé. Ce problème pourrait être résolu à l'aide d'objectifs à immersion. En effet, en adaptant l'indice optique du milieu d'incidence à celui de l'échantillon, les rayons ne seraient quasiment plus déviés. Le développement d'un système interférométrique en immersion est l'un des projets en cours au sein de l'équipe et fait l'œuvre d'un autre travail de thèse (M. Husneni).

Le deuxième effet concerne le décalage des plans de cohérence et de focalisation. Ce décalage apparaît pendant l'analyse de l'échantillon en profondeur, dès lors que l'indice de réfraction de l'échantillon (n') diffère de celui du milieu environnant (n). En raison de la non concordance des indices, les deux plans se déplacent dans des directions opposées (Labiau et al., 2009) : quand l'échantillon est élevé d'une hauteur z, le plan de focalisation se déplace d'une distance $\frac{n'}{n}z$, tandis que le plan de cohérence se décale de $-z\frac{n}{n'}$. Une démonstration est fournie en annexe D.

Tant que la position des deux plans correspond, l'amplitude du signal interférométrique reste maximale. Une fois que les plans commencent à se déplacer l'un par rapport à l'autre, l'amplitude du signal décroît jusqu'à devenir nulle lorsque les zones de focalisation et de cohérence ne se recouvrent plus du tout. Pour observer si le décalage des plans a un impact significatif sur la mesure, nous avons simulé les signaux interférométriques pour différentes ON en prenant en compte l'atténuation du signal. On note Δf_n et Δc_n les largeurs à mi-hauteur des zones de focalisation et de cohérence. On rappelle que la zone de cohérence est définie à partir du degré de cohérence temporelle de la source, alors que la zone de focalisation est liée au degré de cohérence spatiale du système. La distance entre les centres de chaque zone est notée Δg . La fonction de cohérence spatiale est donnée par l'Eq. 1.40.

Pour une couche d'épaisseur *e*, l'échantillon doit être élevé d'une hauteur *ne* pour faire correspondre le plan de cohérence avec la position de l'arrière-face. La distance Δg est donc égale à $e(n^2 - 1)$. Dans notre cas, l'épaisseur et l'indice de la couche de PMMA étant respectivement de 3,33 µm et de 1,49, on obtient Δg égal à 4,06 µm. Les figures 3-26(a) et (b) montrent l'effet du décalage des plans sur le signal interférométrique pour une ouverture numérique de 0,4. Cette valeur est choisie pour révéler de manière évidente l'impact du décalage sur l'atténuation du signal. Le traitement a ensuite été appliqué à l'interférogramme pour obtenir le spectre de l'interface PMMA-silicium dans chaque cas (figure 3-26(c)).



Figure 3-26 Influence de la cohérence spatiale sur le signal d'interférences. (a) Le plan de focalisation est supposé coïncider avec le plan de cohérence. (b) Les deux plans sont espacés de 4,06 μm. (c) Modification de la réflectance de l'interface PMMA-silicium.

La seule différence que l'on peut remarquer est un « offset » d'amplitude. L'erreur induite n'est donc pas très importante et peut être ignorée pour des ON suffisamment faibles.

Pour supprimer entièrement l'effet du décalage, l'augmentation de la profondeur de champ (~FWHM du degré de cohérence spatiale) par réduction de l'ON du système est la solution la plus simple. Pour une configuration Linnik, le meilleur moyen est d'effectuer une focalisation dynamique de l'échantillon : cela consiste à déplacer et à ajuster les plans de focalisation et de cohérence indépendamment l'un de l'autre (Dubois et al., 2006). De cette façon, les deux plans se superposent constamment et l'amplitude de l'interférogramme reste inchangée. Cependant, durant l'acquisition de la pile d'images, deux dispositifs piézoélectriques sont nécessaires pour déplacer les deux plans simultanément. Cette méthode n'est donc pas possible avec l'arrangement du système optique actuel.

3.5.1.3 Comparaison des simulations aux données expérimentales

Les résultats des deux parties précédentes ont démontré que les mesures expérimentales étaient altérées par les effets d'ouverture du système. Pour vérifier que l'ON était la principale source d'erreur dans l'analyse spectrale résolue en profondeur, les premières mesures expérimentales ont été comparées aux résultats de simulations du programme WILIS. La similarité entre les résultats permettrait en effet de s'assurer que l'ON est véritablement la source d'erreur la plus importante.

Pour les simulations, les dégradations résultantes des effets d'ouverture présentés ci-dessus sont bien évidemment prises en compte. Le spectre de réflectance totale de la couche, ainsi que le spectre de l'interface PMMA-silicium, ont été simulés pour plusieurs valeurs d'ouverture numérique. Nous avons trouvé que les résultats concordaient quasi-parfaitement pour une ON du système de 0,32 (figure 3-27). Pour le spectre mesuré en profondeur, le résultat de la simulation est en effet inclus dans la marge d'erreur de la mesure. Concernant le spectre de réflectance totale, nous observons toujours une légère différence au niveau des oscillations. Celle-ci est accordée, comme précédemment, aux valeurs de l'épaisseur, de l'indice de réfraction, du facteur d'ouverture et de l'angle d'obstruction utilisés dans le programme. Nous avons essayé de mesurer précisément l'indice du PMMA en utilisant un ellipsomètre (Jobin-Yvon). A cause de la non-planéité de la surface et de l'épaisseur excessive de la couche, les résultats obtenus n'étaient pas exploitables pour notre cas d'étude.



Figure 3-27 (a) Spectre de l'interface PMMA-silicium. (b) Spectre de réflectance totale. Les simulations sont effectuées avec une ON de 0,32.

La très bonne correspondance entre les différents résultats révèle que l'ON est en effet la principale source d'erreur dans l'analyse spectrale résolue en profondeur. Cela souligne l'intérêt, voire la nécessité, de travailler avec une ouverture numérique effective beaucoup plus faible.

3.5.2 Mesures expérimentales à « faible » ouverture

D'après les premières simulations (figure 3-24), une ouverture numérique effective inférieure à 0,2 est nécessaire pour ne pas introduire des erreurs conséquentes dans l'analyse spectrale. La meilleure solution est donc de travailler en incidence quasi-normale, en réduisant l'ouverture numérique effective du système à l'aide du diaphragme d'ouverture. Dans ce cas, les différentes ondes incidentes réfléchies par l'interface arrière ne se brouilleraient plus, empêchant l'atténuation du deuxième interférogramme. De plus, cela entrainerait une augmentation du degré de cohérence spatiale de l'éclairage. Le problème du décalage des plans serait par conséquent négligeable.

Cependant, l'utilisation d'une petite ON (< 0,2) conduit à deux principaux inconvénients :

- Une large quantité d'énergie est perdue durant la propagation de la lumière à travers l'illuminateur. Cet aspect peut se révéler important quand l'échantillon est très transparent ou très absorbant.
- Les résolutions spatiales sont inévitablement dégradées. Ce point est examiné en détail dans la partie suivante.

Cette fois-ci, les mesures ont été uniquement réalisées avec le microscope Leitz-Linnik. En effet, il n'est pas possible de diminuer l'ON effective du microscope à tubes « Thorlabs » car aucun diaphragme d'ouverture n'a été intégré dans le montage. L'ON effective du système Leitz-Linnik a été réduite le plus possible en fermant le DO. Elle a été déterminée approximativement égale à 0,1 par comparaison aux spectres simulés. Les nouveaux résultats expérimentaux sont tracés sur la figure 3-28 et sont comparés à la fois aux simulations de la S-matrix et de WILIS.



Figure 3-28 (a)-(b) Comparaison entre les spectres expérimentaux (courbes bleues) et issus de simulations (courbes noires) pour une très faible ON effective (~0,1). (c) Rapport signal à bruit. Les deux lignes pointillées verticales définissent le domaine dans lequel la mesure est fiable.

Par contraste aux résultats de la figure 3-22, on observe ici une très bonne correspondance entre les spectres expérimentaux et simulés. L'écart plus important entre les courbes, ainsi que l'augmentation de l'écart-type dans les intervalles [500 nm, 550 nm] et [950 nm, 1000 nm] sont toujours reliés au domaine de définition de la FTS et à la diminution du rapport signal à bruit dans ces zones.

A partir de 100 mesures successives du spectre effectif, nous avons calculé le rapport signal à bruit à différentes longueurs d'onde. Le RSB est calculé avec l'Eq. 3.35 et tracé sur la figure 3-28(c). En dehors de la bande spectrale [550 nm, 1000 nm], l'amplitude du signal utile diminue au point que le bruit commence à avoir une influence significative. Nous avons estimé que la mesure peut être considérée comme fiable pour un rapport signal à bruit supérieur à 25 dB.

$$RSB(dB) = 20\log_{10}\left(\frac{A_{spectre}}{\sigma}\right)$$
(3.35)

avec $A_{spectre}$ l'amplitude moyenne du spectre et σ l'écart-type sur 100 mesures.

Selon la théorie développée, le spectre de réflectance total devrait correspondre davantage au résultat du programme WILIS. En effet, on rappelle que le programme de la S-matrix prend en compte les réflexions multiples de la lumière entre les faces avant et arrière de la couche. Elles se retrouvent atténuées par la profondeur de champ dans les autres cas. Il est possible de confirmer cette hypothèse

en calculant l'erreur quadratique dans chaque cas. Nous trouvons respectivement des erreurs de 0,0258 et de 0,0208 pour les résultats de la S-matrix et de WILIS. Bien que ces valeurs aillent dans le même sens que l'hypothèse formulée, elles ne sont pas réellement pertinentes en raison de leur faible écart. On note également que la légère différence de période des oscillations entre le spectre expérimental et les simulations a disparu. Ces écarts étaient donc dus soit à l'angle d'obstruction, soit au facteur d'ouverture β . En effet, l'angle d'incidence varie cette fois entre 0 et arcsin(0,1). De ce fait, les valeurs utilisées pour l'angle d'obstruction et pour le facteur d'ouverture n'ont quasiment plus d'influence.

3.5.3 Indentification de deux matériaux à travers une couche transparente

De manière similaire à la partie 3.3.4.2, nous avons essayé d'identifier deux matériaux différents par le biais de leur réflectance spectrale. Cette fois-ci, les matériaux sont recouverts d'une couche transparente. L'échantillon consiste donc en une couche de PDMS de 9,3 μ m d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium. Une série de plots d'argent avait été évaporée au préalable sur le substrat (figure 3-29).



Figure 3-29 Représentation schématique de l'échantillon analysé.

Avant le dépôt du PDMS, une étape de dégazage sous vide a été réalisée afin d'éviter la formation de bulles. Le dépôt s'est ensuite effectué par « spin coating » à une vitesse de 500 rpm (« revolutions per minute ») pendant 10 secondes pour étirer dans un premier temps le film visqueux. Dans un second temps, le « spin-coater » est réglé à 10000 rpm pendant 30 secondes afin d'atteindre l'épaisseur de 9,3 µm. La figure 3-30 représente les spectres des interfaces PDMS-silicium et PDMS-argent. Ils sont comparés aux résultats de la S-matrix (courbes noires). Comme les deux matériaux sont visibles dans le même champ de vision, l'acquisition des données s'est effectuée simultanément.

Une fois de plus, nous pouvons observer une très bonne correspondance entre les résultats théoriques et expérimentaux. Les mesures ont été effectuées avec le microscope Leitz-Linnik et le diaphragme d'ouverture fermé.





3.5.4 Résolutions spatiales des mesures résolues en Z

Les valeurs des résolutions spatiales sont capitales puisqu'elles réfèrent à la plus petite structure qu'il soit possible de caractériser indépendamment du reste de l'échantillon. En effet, lorsque deux structures isolées sont plus proches que la distance définie par les résolutions, il est alors impossible de séparer leurs réponses spectrales.

Nous cherchons à quantifier la perte de résolution spatiale introduite par la nécessité de diminuer l'ouverture numérique effective du système. L'étude a été réalisée sur l'interféromètre Leitz-Linnik. On rappelle que les objectifs ont une ON de 0,85 et que la source est centrée sur 800 nm avec une largeur de bande de 290 nm.

3.5.4.1 Résolution latérale

Nous avons montré dans le premier chapitre que la résolution latérale Δx du système était égale à $0,61\lambda/ON$ pour une illumination incohérente spatialement. Lorsque l'on ferme le diaphragme d'ouverture de l'illuminateur, le degré de cohérence spatiale de l'éclairage augmente. Cela implique donc une diminution de la résolution latérale.

De nombreuses méthodes ont été introduites pour estimer la résolution d'un système optique. Par exemple, dans la référence (Born and Wolf, 1999), celle-ci est définie à partir de l'image de deux « pinholes » de même luminosité. En se basant sur le critère de Rayleigh, il est montré que si m représente le rapport entre les ouvertures numériques de l'illumination (définie par le diaphragme) et de l'objectif, alors la résolution est donnée par :

$$\Delta x = L(m) \frac{\lambda}{ON} \qquad m = \frac{ON_{\acute{ecl}}}{ON_{obj}}$$
(3.36)

avec L(m) qui varie entre 0,84 et 0,56 en fonction de m.

La résolution latérale peut également être trouvée en enregistrant tout simplement le profil d'intensité le long d'un bord « parfait », puis en mesurant la distance de montée de l'intensité de 10 à 90 % (Fauver et al., 2005; Kirschner, 1977). En effet, la réponse donnée par le microscope est égale à la convolution entre cette marche et la PSF du système. Pour un bord « parfait », la marche peut être assimilée à une distribution de Dirac (élément neutre du produit de convolution) et permet donc de mesurer la PSF. Cette méthode nécessite néanmoins un échantillon dont le bord est censé être totalement droit. Elle est donc difficile à appliquer en microscopie.

La technique finalement utilisée est basée sur le calcul de la fonction de transfert de modulation du système (FTM) (Woolliams and Tomlins, 2011). Cette fonction représente l'évolution du contraste d'une structure périodique en fonction de sa fréquence spatiale. La méthode consiste à mesurer le profil d'intensité d'un réseau périodique, puis à déterminer la fréquence spatiale de coupure. L'inverse de la fréquence de coupure correspond à la résolution latérale. Un échantillon étalon de chez SiMetricS a été utilisé. Cet étalon est composé de plusieurs motifs périodiques avec des périodes qui varient entre 0,3 μ m et 6 μ m. Théoriquement, l'augmentation du degré de cohérence spatiale de l'éclairage a une double conséquence :

- une fréquence de coupure f_c plus petite ;
- un meilleur contraste pour les fréquences spatiales inférieures à f_c .

Toujours théoriquement, le fait de passer d'un éclairage incohérent à un éclairage quasiment cohérent (point source) implique une dégradation de la résolution latérale qui diminue de $\lambda/2ON$ à λ/ON (Hecht, 2002). Cette perte de résolution est vérifiée en mesurant le contraste des profils d'intensité des réseaux périodiques en fonction de leur fréquence spatiale. Les résultats obtenus pour les deux positions extrêmes du diaphragme d'ouverture sont tracés sur la figure 3-31. En réalité, ce sont les fonctions de transfert de contraste (FTC) qui sont tracées, car la mesure du contraste est réalisée sur un réseau avec un profil carré (de rapport ligne/espace égal à 1) et non sinusoïdal. La FTM et la FTC sont très similaires. Elles possèdent la même fréquence de coupure.

Quand le diaphragme est totalement ouvert, une fréquence de coupure de 2 lignes/ μ m est obtenue, correspondant à une résolution latérale de 0,5 μ m. Cette valeur est légèrement supérieure à la valeur théorique de 0,47 μ m donnée par $\lambda/2ON$. D'après la figure 3-31(a), on observe que la nouvelle résolution latérale, après avoir fermé le diaphragme, est de 0,84 μ m.

La nécessité de travailler avec une petite ouverture numérique effective implique une perte de résolution latérale d'environ 300 nm.



Figure 3-31 (a) FTC du microscope Leitz-Linnik pour deux positions extrêmes du diaphragme d'ouverture.
(b) Profil d'intensité du réseau de 0,8 μm de période obtenu avec le diaphragme ouvert (ligne noire) et fermé (ligne bleue). La ligne pointillée représente le résultat théorique.

3.5.4.2 Résolution axiale

Nous avons vu dans le premier chapitre, que la résolution axiale était déterminée à la fois par la cohérence temporelle et la cohérence spatiale du système. On rappelle dans les équations ci-dessous, l'expression théorique de la résolution axiale, lorsque la largeur de l'enveloppe est imposée par la longueur de cohérence de la source ou bien par l'ON effective.

$$\Delta z_{temp} = \frac{2\ln 2}{n\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda}; \qquad \Delta z_{spat} = \frac{7.6\lambda_0}{\pi O N_{eff}^2}$$
(3.37)

L'ON effective, qui dépend à la fois de l'ON de l'objectif et de l'ON de l'éclairage, est le seul paramètre à être dépendant de l'ouverture du diaphragme. Ainsi, le fait de fermer le diaphragme entraîne uniquement une détérioration de Δz_{spat} . Sur la figure 3-32 (a), nous avons tracé l'influence de chaque terme, ainsi que la résolution axiale résultante en fonction de l'ON effective. La longueur d'onde centrale est fixée à 800 nm. Nous considérons deux largeurs de bande de la source : l'une de 55 nm et l'autre de 280 nm, correspondant à celle du microscope Leitz-Linnik.



Figure 3-32 (a) Résolution axiale théorique en fonction de l'ON effective pour deux largeurs de bande de la source. Le spectre est centré à 800 nm. (b)-(c) Résolution axiale expérimentale obtenue pour deux positions extrêmes du diaphragme. (b) Totalement ouvert. (c) Fermé autant que possible. Les interférogrammes sont obtenus sur un substrat de silicium.

Dans le cas où la cohérence temporelle et la cohérence spatiale ont une influence similaire, la diminution de l'ON de l'éclairage est très significative. En effet, on observe une nette dégradation de la résolution axiale (courbe bleue). Pour le cas du microscope Leitz-Linnik (courbe noire), l'effet de la cohérence temporelle est tellement prédominant sur celui de la cohérence spatiale, que la résolution axiale reste quasiment constante quelle que soit la valeur de l'ON effective. Il s'en suit que la résolution axiale devrait être approximativement égale à 1 µm dans les deux cas.

Les résolutions axiales ont été mesurées en enregistrant le signal d'interférences sur un substrat de silicium, puis en mesurant leur largeur à mi-hauteur. Nous avons trouvé, respectivement pour les cas (b) et (c), une résolution de 1,05 μ m et de 1,08 μ m. Bien que légèrement supérieures aux valeurs données par le graphique (0,97 μ m et 1,01 μ m), celles-ci sont en accord avec la théorie.

3.6 Mesure d'échantillons diffusants

Dans la partie précédente, nous avons simplifié l'étude en analysant des échantillons ne présentant aucun caractère dispersif. Néanmoins, nous avons vu qu'il était nécessaire de réduire l'ON effective du système afin d'éviter une atténuation du signal interférométrique menant à des mesures erronées. Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à des couches diffusantes développées au sein du laboratoire. Ces échantillons consistent en une couche de PDMS déposée sur un substrat de silicium, dans laquelle ont été rajoutées des particules de dioxyde de titane (TiO₂) à différentes concentrations. Ces particules permettent de simuler les effets de diffusion intervenant notamment dans les tissus biologiques.

Nous avons vu à travers les simulations de la partie 2.1.3.2, que la diffusion entraînait, malgré l'incidence normale de la lumière, une atténuation de l'amplitude du signal d'interférences. La perte d'amplitude du deuxième interférogramme, liée à la réduction du nombre de photons balistiques, est donc un phénomène inévitable.

Expérimentalement, nous avons disposé de trois couches de PDMS d'environ 100 μ m d'épaisseur. Chaque échantillon contient des particules de TiO₂ à des concentrations de 1 mg/mL, 2,5 mg/mL, et 5 mg/mL. A l'aide du protocole développé dans notre équipe, ainsi qu'avec les travaux fournis dans la littérature (Ayers et al., 2008), nous avons pu connaître la correspondance entre la concentration de TiO₂ et le coefficient de diffusion réduit.

Pour les résultats expérimentaux, un moyennage de 4 images à chaque pas de déplacement de la platine piézoélectrique a été utilisé. Pour chaque échantillon, nous avons fait l'acquisition de 5 piles d'images afin de procéder à un moyennage temporel des spectres effectifs. Pour les simulations, les coefficients de diffusion réduits obtenus à partir de la référence (Ayers et al., 2008) ont été utilisés. Concernant le facteur d'anisotropie, nous n'avons pas calculé précisément sa valeur. Cependant, un simple test rudimentaire a été réalisé afin de déterminer grossièrement son ordre de grandeur. Celui-ci consistait à éclairer l'échantillon à une incidence de 45° , puis à observer la réflexion et la diffusion de la lumière par l'échantillon. En effet, plus g est faible, plus la tache diffusée est censée être étendue. Nous avons observé sur un écran deux taches dues aux réflexions sur les faces avant et arrière de la couche. La première tache, liée à la réflexion à la surface, était ponctuelle et très lumineuse. La seconde tache, bien que légèrement plus étendue, s'approchait tout de même d'un point, ayant tendance à indiquer une valeur de g élevée. Il est évident que ce test n'est pas suffisamment précis pour donner une valeur de g. Toutefois, nous avons estimé dans un premier temps la valeur de g égale à 0,9 pour les simulations.

On note dans la littérature, des méthodes mises au point pour mesurer précisément la valeur du coefficient d'anisotropie. Celles-ci sont principalement basées sur des mesures goniométriques (Askoura et al., 2016; Hall et al., 2012).



Figure 3-33 Spectre de réflectance de l'interface PDMS-silicium pour différentes concentrations de TiO₂.
(a) 1g/L. (b) 2,5 g/L. (c) 5 g/L. La courbe noire représente le résultat théorique, c'est-à-dire sans diffusion. Les courbes rouges sont les résultats issus de simulations (programme de la partie 2.1.3.2). Le facteur d'anisotropie est fixé à 0,9. Les courbes bleues sont les résultats expérimentaux (moyenne sur 10 mesures).

On remarque, à la fois au niveau expérimental et des simulations, que le spectre de réflectance de l'interface PDMS-silicium ne correspond plus du tout au résultat théorique. Etonnamment, les résultats expérimentaux et ceux obtenus depuis le programme de simulation sont également très différents. Nous avons supposé que cela était dû au choix du facteur d'anisotropie, que nous avons fixé d'après une estimation peu précise. Nous avons ré-effectué les mêmes simulations en modifiant la valeur de g. Finalement, nous avons trouvé que les modélisations et les mesures expérimentales concordaient pour une valeur du facteur d'anisotropie de 0,55 (figure 3-34).



Figure 3-34 Spectre de réflectance de l'interface PDMS-silicium pour différentes concentrations de TiO₂.
(d) 1g/L. (e) 2,5 g/L. (f) 5 g/L. La courbe noire représente le résultat théorique, c'est-à-dire sans diffusion. Les courbes rouges sont les résultats issus de simulations (programme de la partie 2.1.3.2). Le facteur d'anisotropie est fixé à 0,55. Les courbes bleues sont les résultats expérimentaux (moyenne sur 10 mesures).

A cause de la diffusion, qui génère une atténuation de l'interférogramme situé en profondeur, il n'est plus possible de retrouver le véritable spectre de réflectance de l'interface arrière de la couche. Toutefois, en utilisant les paramètres de la couche diffusante dans le programme de simulation, on retrouve bien une certaine cohérence entre les mesures expérimentales et les simulations. Ce programme peut donc être utilisé pour étudier les limitations de la méthode de caractérisation spectrale pour cette classe d'échantillon. En effet, à partir des paramètres de la couche, on peut simuler le spectre de la structure étudiée, le comparer au spectre « théorique », puis conclure quant à la validité de la mesure expérimentale. De plus, en connaissant au préalable la valeur du coefficient de diffusion d'une couche diffusante, il est possible de déterminer de manière assez précise l'ordre de grandeur du facteur d'anisotropie. Le principe consiste à ajuster ce facteur pour faire correspondre le spectre simulé au résultat expérimental.

3.7 Mesure de microsphères de taille calibrée

Les recherches bibliographiques effectuées dans le chapitre 1 ont souligné l'intérêt des mesures spectrales spatialement résolues pour la caractérisation morphologique d'échantillons. Que ce soit dans le domaine des matériaux (pour la mesure d'épaisseur de films fins) ou en biologie (pour suivre l'évolution de taille des cellules), l'analyse repose sur la mesure du spectre de réflectance ou rétrodiffusion. Celui-ci est ensuite comparé aux résultats fournis par des programmes de simulation. La procédure consiste alors à minimiser une fonction d'erreur, caractérisant l'écart entre le spectre simulé (modèle) et le spectre expérimental. Cette minimisation s'établit en trouvant les paramètres

morphologiques de la structure qui permettent d'optimiser l'ajustement entre le modèle et le spectre expérimental.

En raison de la méthode utilisée, consistant à faire coïncider le modèle avec le spectre mesuré, il est nécessaire de s'assurer que le spectre expérimental ne contienne aucune erreur. En effet, si le spectre mesuré est altéré, c'est-à-dire s'il s'écarte du résultat théorique, alors la procédure d'optimisation conduira inévitablement à des valeurs erronées. Nous avons par exemple vu que, pour l'analyse d'une couche transparente (partie 3.5.1), l'ON des objectifs modifiait le spectre de réflectance totale. Sans prendre en compte cette altération, la valeur de l'épaisseur trouvée, suite à la minimisation de la fonction d'erreur, aurait été fausse.

Dans la suite, nous allons donc vérifier, pour des signaux d'interférences issus de microsphères, que la méthode d'analyse spectrale présentée conduit à des spectres qui sont conformes aux résultats prédits par les programmes de simulation.

3.7.1 Billes déposées en surface

Dans un premier temps, nous avons commencé par la mesure de billes de silice, qui ont été tout simplement déposées à la surface d'un substrat de verre (« soda lime glass »). Les billes, fournies sous forme de poudre, ont été mélangées dans l'eau puis déposées par « spin coating ». L'objectif était d'éviter la formation d'agrégats afin d'obtenir une répartition assez homogène sur le substrat. La figure 3-35 représente les images interférométriques des billes de différents diamètres.



Figure 3-35Images interférométriques des billes de différents diamètres prises avec le Leitz-Linnik. (a)-(b)7,75 μm. (c)-(d) 4,08 μm. (e) 1,70 μm. (f) 0,89 μm. Les flèches indiquent la présence de billes.

Pour les tailles de billes utilisées, le chemin optique parcouru par la lumière entre le haut et le bas de la bille est supérieur à la longueur de cohérence de la source. L'analyse spectrale de l'interférogramme au niveau du centre de la bille peut donc se comparer au modèle utilisé pour les couches minces. Cependant, pour des billes ayant un diamètre inférieur à la longueur de cohérence de la source, ce modèle n'est plus valide. Il faudra alors utiliser celui présenté dans la partie 2.1.3.1.2, qui prend en compte les interférences entre la lumière réfléchie par le haut et le bas de la sphère.

Dans un premier temps, nous avons mesuré le diamètre de différentes billes en regardant la position relative du signal interférométrique du haut de la bille par rapport à celui du substrat. L'influence de l'indice de réfraction de la bille n'est donc pas prise en compte.



Figure 3-36 Zones d'extraction des signaux interférométriques pour déterminer le diamètre des billes. (a) 7,75 μm. (b) 4,08 μm. (c) 1,70 μm. Les signaux extraits des zones (1), (2), (3) et (4) sont représentés à côté et sont utilisés pour remonter au diamètre approximatif de la bille.

Les diamètres mesurés sont en accord avec les données spécifiées par le fournisseur. Néanmoins, en répétant les mesures sur un grand nombre de billes dans le champ, on observe que la mesure du diamètre peut varier de plusieurs centaines de nanomètres. Cette variation est non négligeable pour

l'analyse spectrale. Elle peut ainsi être à l'origine de légères différences de modulation entre les spectres expérimentaux et théoriques.

3.7.1.1 Mesure et comparaison des spectres expérimentaux

Les premières mesures ont été réalisées avec l'objectif de Mirau, installé sur le microscope « breadboard ». Le polariseur et les lames quart d'onde ont été réglés de telle sorte que l'ensemble de la lumière soit réfléchie vers l'objectif de Mirau, puis renvoyée vers la caméra. Les spectres expérimentaux sont comparés à ceux obtenus avec le programme WILIS. Au niveau simulation, on considère le centre de la bille comme une couche transparente dont l'épaisseur est égale au diamètre de la bille. L'indice de réfraction correspond à celui de la silice, égal à 1,45. Le milieu d'incidence est l'air (n = 1). Le milieu « après » la bille correspond au substrat de verre (n = 1,52 pour le verre « soda lime glass »). Cela suppose que le signal est précisément extrait au niveau du centre de la bille. On choisit un spectre d'illumination gaussien avec une longueur d'onde centrale et une largeur de bande qui permettent de se rapprocher le plus possible du spectre effectif du système utilisé.

On compare à la fois les signaux interférométriques et les spectres effectifs qui découlent de l'analyse de ces signaux. Chaque cas correspond à l'analyse d'une bille située à une position très différente dans le champ.



Figure 3-37 Mesures des billes de 7,75 μm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c)-(e) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d)-(f) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c)-(e).



Figure 3-38 Mesures des billes de 4,08 μm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c).



Figure 3-39 Mesures des billes de 1,70 μm avec l'objectif de Mirau. (a)-(c)-(e) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d)-(f) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c)-(e). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges et Spectre simulés 2) sont obtenus en supposant une interface bille-air et non une interface bille-substrat de verre.

De manière générale, même s'ils ne correspondent pas parfaitement, on remarque que les l'allure des résultats expérimentaux et des simulations sont similaires. On retrouve notamment à chaque fois un nombre d'oscillations équivalent. Les cas où le nombre de pics diffère légèrement (figure 3-38(a) par exemple) sont certainement liés à la dispersion en taille des billes, qui sont considérées constantes et égales à 7,75 µm dans toutes les simulations. Il faut également prendre en compte l'indice de réfraction des billes, supposé constant à 1,45 dans le programme, qui peut aussi être sensiblement différent. Une différence d'indice optique modifierait à la fois la fréquence et l'amplitude des oscillations. De plus, on rappelle que le spectre d'illumination utilisé pour les simulations ne correspond pas au spectre réel, ce qui implique également des variations au niveau de l'amplitude.

Dans le cas de la figure 3-39, on remarque des différences significatives entre les expériences et les simulations, qui ne peuvent pas être expliquées par les hypothèses émises précédemment. A la vue du signal d'interférences, il est évident que le deuxième interférogramme est dû à une réflexion beaucoup plus importante que celle de l'interface bille-substrat en verre (différence d'indice de 0,07). On a alors supposé que celle-ci était liée à une interface bille-air (différence d'indice de 0,45). Le signal interférométrique, ainsi que le spectre effectif, sont représentés en pointillé pour ce cas-là. On remarque alors une similarité très prononcée entre les résultats, ayant tendance à valider notre hypothèse. Les analyses précédentes ont été renouvelées avec le microscope Leitz-Linnik.



Figure 3-40 Mesures des billes de 7,75 μm en configuration Linnik. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges simulées 2 et Spectre simulé 2) sont obtenus en supposant une interface bille-eau et non une interface bille-substrat de verre.



Figure 3-41 Mesures des billes de 4,08 μm en configuration Linnik. (a)-(c) Comparaison des signaux interférométriques théoriques (courbes noires) et expérimentaux (courbes couleurs). (b)-(d) Spectres effectifs résultant du traitement des signaux en (a)-(c). Les signaux et spectres théoriques en pointillé (Franges et Spectre simulés 2) sont obtenus en supposant une interface bille-air et non une interface bille-substrat de verre.

Différentes observations peuvent être faites sur ces résultats.

On remarque pour les cas de la figure 3-41 une très nette différence entre les interférogrammes et donc sur les spectres effectifs résultants. Comme précédemment, cette différence semble indiquer une modification au niveau de la deuxième réflexion. Nous avons effectué à nouveau la simulation avec une interface bille-air, donnant lieu à une réflexion beaucoup plus importante. On note alors une correspondance beaucoup plus marquée. Pour le cas (a-b), le décalage des pics est sûrement lié au diamètre de la bille qui semble inférieur à 7,75 μ m. En effet, on note une apparition plus rapide de l'interférogramme.

On remarque également pour le cas (a-b) de la figure 3-40 une légère différence au niveau de l'amplitude du deuxième interférogramme et donc sur l'amplitude des oscillations du spectre effectif. De plus, on note que l'interférogramme expérimental est en parfaite opposition de phase avec l'interférogramme simulé (courbe noire pleine). Nous avons alors supposé que de l'eau pouvait toujours être présente sur le substrat, impliquant une réflexion silice / eau. Les simulations effectuées sous cette hypothèse sont représentées en pointillés. L'amplitude des oscillations du spectre simulé se rapproche alors davantage de celle du spectre expérimental et les interférogrammes se retrouvent quasiment parfaitement en phase (courbe bleue et en pointillés). Cette supposition aurait aussi pu être appliquée aux cas (a-b) de la figure 3-37, (a-b) et (c-d) de la figure 3-38.

Bien que les spectres expérimental et simulé soient assez ressemblants dans le cas de la figure 3-40(d), il est très difficile d'expliquer l'amplitude des signaux d'interférences. En effet, quelle que soit la nature de la seconde réflexion, l'amplitude du second interférogramme n'est jamais censée être supérieure à celle du premier.

Finalement, les expériences et les simulations sont assez semblables. On notera l'absence de résultats aberrants. Les écarts observés semblent être principalement reliés aux paramètres des billes utilisés pour les simulations. En effet, les propriétés réelles des billes (légèrement différentes de l'une à l'autre) ne correspondent pas exactement à celles utilisées dans les simulations. Les mesures spectrales étant très sensibles aux valeurs de l'indice et du diamètre de la bille, une légère variation de ces valeurs peut entraîner une modification notable dans l'emplacement et l'amplitude des pics. Les similarités obtenues entre les résultats expérimentaux et les simulations semblent toutefois suffisantes pour nous amener à conclure que l'analyse spectrale des signaux d'interférences peut être utilisée pour remonter aux propriétés morphologiques de particules sphériques.

3.7.1.2 Mesure des diamètres à partir de l'ajustement d'un modèle

Nous avons jugé que les résultats de l'analyse spectrale étaient suffisamment proches des simulations pour pouvoir les utiliser comme éléments de caractérisation morphologique. Dans cette partie, nous allons utiliser les spectres présentés sur les figures 3-37 à 3-41 pour remonter aux diamètres réels des billes. L'avantage de cette méthode comparée à celle basée sur l'espacement des interférogrammes réside dans sa précision beaucoup plus importante. De plus, elle reste applicable pour mesurer des billes de petites dimensions (ou des films fins), même lorsque les interférogrammes sont mélangés.

On rappelle que le modèle utilisé est celui des couches minces. Nous supposons l'indice des billes constant et égal à 1,45. Le spectre « modèle » S_{mod} est donné par l'Eq. 3.38.

$$|S_{\text{mod}}(\sigma)| = FTS(\sigma)\sqrt{r_{hb}^2 + r_{bb}^2 \left(1 - r_{hb}^2\right)^2 + 2r_{hb}r_{bb} \left(1 - r_{hb}^2\right) \cos(4\pi\sigma dn + \phi_{hb} - \phi_{bb})}$$
(3.38)

La *FTS* est obtenue en la mesurant sur un substrat de silicium dans les mêmes conditions expérimentales que celles de la partie précédente. Les coefficients de réflexion r_{hb} et r_{bb} sont les coefficients de réflexion au niveau du haut et du bas de la bille. Ils sont calculés en considérant, selon le cas étudié, l'indice n_2 comme égal à celui du substrat de verre, de l'eau ou de l'air. Le paramètre *d* est le paramètre que l'on cherche à optimiser pour minimiser la fonction d'erreur χ suivante :

$$\min_{d} \chi(\sigma) = \min_{d} \sum_{\sigma \in S} \left[|S_{\text{mod}}(\sigma; d)| - y_{data}(\sigma) \right]^2$$
(3.39)

Les données y_{data} sont les spectres expérimentaux représentés dans la partie 3.7.1.1. La minimisation s'effectue au sens des moindres carrés, à l'aide de l'algorithme non linéaire de Levenberg-Marquardt (LM). Cet algorithme est directement accessible dans la « Optimization toolbox » de Matlab.

En règle générale, il est nécessaire de fournir à l'algorithme de régression une estimation initiale du paramètre *d* assez proche de sa valeur réelle, puisque l'algorithme permet uniquement de retrouver des minima locaux. Le programme développé permet de s'abstenir de cette condition. En effet, nous faisons varier l'estimation initiale du paramètre *d* dans un intervalle donné (entre 6 et 9 microns dans ce cas). Pour chaque valeur prise par le paramètre initial, nous calculons le minimum local donné par l'algorithme LM, ainsi que l'écart final (l'erreur) entre le modèle et le spectre expérimental. L'itération permettant d'obtenir l'erreur la plus faible possible correspond au minimum global. Les résultats de la procédure de minimisation sont résumés dans la table 3-3.

Table 3-3Diamètres des billes (en μ m) obtenus par la minimisation de la fonction χ . Les valeurs en noir
sont obtenues en utilisant l'indice n_2 du verre « soda lime glass ». Les valeurs en rouge sont
obtenues en adaptant n_2 à l'indice de l'eau ou de l'air, selon le cas étudié. L-L, Leitz-Linnik.

Figure		Diamètre théorique (µm)	éorique (μm) Diamètre mesuré (μm) Ecart relatif	
3-37 (Mirau)	(a-b)		8,078	4,23
	(c-d)	7,75	7,571	2,31
	(e-f)		7,828	1,01
3-38 (Mirau)	(a-b)	4 08	3,441	15,66
	(c-d)	1,00	3,966	2,79
3-39 (Mirau)	(a-b)		1,598 – 1,697	6 – 0,18
	(c-d)	1,70	1,589 – <mark>1,696</mark>	6,53 – <mark>0,24</mark>
	(e-f)		1,6 - 1,7	5,88 – <mark>0</mark>
3-40	(a-b)	7 75	7,842 – 7,709	1,19 – 0,53
(L.L)	(c-d)	1,15	7,532	2,81
3-41 (a- (L.L) (c-	(a-b)	4.08	3,781 – 3,913	7,33 – 4,09
	(c-d)	7,00	4,24 – 4,106	3,92 – <mark>0,64</mark>

L'écart relatif est calculé à partir de l'Eq. 3.40 :

Ecart relatif =
$$\frac{|\text{Diamètre mesuré - Diamètre théorique}|}{\text{Diamètre théorique}} \times 100$$
 (3.40)

Le fournisseur (Cospheric) indique une précision de 3,7 %, 2,7 % et 2 % pour les billes de $7,75 \mu$ m, $4,08 \mu$ m et $1,70 \mu$ m de diamètre. Les mesures effectuées sont pour la quasi-totalité comprises dans ces marges d'erreur.

Nous pouvons remarquer que la valeur de l'indice de réfraction du substrat utilisé dans le modèle a un rôle non négligeable dans la précision de la mesure. En effet, en utilisant sa valeur « réelle », l'écart relatif entre les données expérimentales et théoriques diminue significativement.

Les figures 3-42 (a), (b) et (c) comparent les spectres expérimentaux (y_{data}) aux modèles en supposant une valeur de n_2 égale à 1,52 (substrat de verre). Ceux-ci sont calculés soit avec le diamètre théorique de la bille (« Modèle init »), soit avec le diamètre déterminé à partir de la procédure d'optimisation (« Modèle opt »). Les figures 3-42 (d), (e) et (f) comparent les mêmes spectres en utilisant la valeur plus vraisemblable de l'indice n_2 . Celui-ci est égal à 1,33 (eau) dans le cas (d) et à 1 (air) dans les cas (e) et (f).



Figure 3-42 Comparaison des spectres expérimentaux aux modèles définis par l'Eq. 3.38. Les courbes bleues utilisent un diamètre de la bille égal à sa valeur théorique de 7,75 μ m (a)-(d), 4,08 μ m (b)-(e) et 1,70 μ m (c)-(f). Les courbes rouges utilisent le diamètre obtenu à partir de la minimisation de la fonction χ . (a)-(b)-(c) n₂ = 1,52. (d) n₂ = 1,33. (e)-(f) n₂ = 1.

Dans la prochaine partie, nous nous intéresserons à des billes localisées dans une couche transparente. Cela permettra d'éviter la confusion concernant la nature de la deuxième réflexion.

3.7.2 Billes localisées dans une couche transparente

Nous allons maintenant nous intéresser à des billes qui sont localisées dans une couche de gélatine (gélatine photographique pour l'holographie). La gélatine a été mélangée dans l'eau (5% du volume total) à 50°C sous agitation magnétique. Une fois le mélange homogène, les billes ont été rajoutées dans la solution, toujours sous agitation magnétique afin de répartir équitablement les billes. La solution a été coulée sur des lames de verre préchauffées, que nous avons ensuite laissé refroidir pour solidifier le dépôt. Une mesure au profilomètre mécanique a indiqué une épaisseur d'environ 40 μ m. L'indice de la gélatine a été mesuré au réfractomètre. Nous avons obtenu un indice moyen de 1,48.

Nous disposons de plusieurs types de billes. Elles se différencient soit par le matériau (silice ou polystyrène) soit par la taille (1,70, 2, 3 et 4,08 μ m). Nous avons réalisé trois échantillons différents. Le premier ne contient que des billes de polystyrène de 2 et 3 μ m. Dans le deuxième échantillon, seules les billes de silice de 1,70 et 4,08 μ m ont été incorporées dans le milieu. Le dernier échantillon

contient un mélange de toutes les billes. Le dernier échantillon préparé permet ainsi de vérifier la capacité de discrétisation spectrale entre des billes de même nature, mais de tailles différentes ou entre des billes de même taille, mais de natures différentes.

Pour le dernier échantillon, nous ne pourrons plus supposer l'indice de réfraction des billes connu, puisque l'échantillon contient un mélange de particules composées de deux matériaux différents. L'algorithme LM dépendra alors de deux variables (le diamètre et l'indice de réfraction). Nous supposons dans le modèle que l'indice de réfraction est indépendant de la longueur d'onde. Cette hypothèse n'est pas aberrante pour cette étude puisque les billes de silice et de polystyrène sont très peu dispersives, avec un indice de réfraction moyen de 1,45 et 1,58. Toutefois, il est théoriquement possible de retrouver la dépendance de l'indice de réfraction avec la longueur d'onde. Il suffit d'exprimer l'indice du matériau à partir des lois de Cauchy ou de Sellmeier, puis d'utiliser les paramètres de ces lois comme variables de l'algorithme de LM.

Sur la figure 3-43 est tracé le spectre de rétrodiffusion théorique (donné par l'Eq. 3.41) d'une bille localisée dans une couche transparente. On considère le cas avec un indice constant et un diamètre variable, puis le cas avec un diamètre constant et un indice variable. Alors que l'influence du paramètre d se limite uniquement à la fréquence des oscillations du spectre, l'indice n_{bille} influe à la fois sur la fréquence et sur l'amplitude des oscillations. Il est donc primordial que l'amplitude des oscillations ne soit pas biaisée (ce qui est par exemple le cas lors de l'utilisation d'une grande ouverture numérique) afin que la détermination de l'indice moyen soit correcte. De plus, une erreur sur la mesure de l'indice impliquerait nécessairement une erreur sur la mesure de la taille.

Le modèle qui décrit le spectre de rétrodiffusion de la particule s'écrit théoriquement :

$$|R_{\text{mod}}(\lambda)|^{2} = (1 - r_{01}^{2})^{2} \left[r_{hb}^{2} + r_{bb}^{2} (1 - r_{hb}^{2})^{2} + 2r_{bb}r_{hb} (1 - r_{hb}^{2})\cos\left(\frac{4\pi d}{\lambda}n_{bille} + \phi_{hb} - \phi_{bb}\right) \right]$$
(3.41)

avec r_{01} le coefficient de réflexion de la surface de la couche contenant la particule. Les coefficients r_{hb} , r_{bb} , ϕ_{hb} et ϕ_{bb} dépendent bien évidemment de n_{bille} .





Figure 3-43 Réflectance spectrale théorique d'une bille contenue dans un milieu d'indice 1,6. (a) L'indice de réfraction n_{bille} de la bille est de 1,45. (b) Le diamètre **d** de la bille est de 4 μ m.

Pour simplifier l'étude, nous commençons par examiner les échantillons qui contiennent les mêmes types de bille. Pour chaque bille analysée, nous appliquons deux fois la procédure d'optimisation. La première est réalisée sur un modèle (appelé modèle (1)) supposant que, ni l'indice optique, ni le diamètre de la bille ne sont connus. Ainsi, ces paramètres sont utilisés comme variables de l'algorithme d'optimisation afin de vérifier s'il est possible de remonter précisément à leur valeur simultanément.

Dans ce cas, l'algorithme de LM dépend des deux variables d et n_{bille} :

$$\min_{d, n_{bille}} \chi(\lambda) = \min_{d, n_{bille}} \sum_{\lambda \in S} \left[\left| R_{\text{mod}}(\lambda; d, n_{bille}) \right|^2 - y_{data}(\lambda) \right]^2$$
(3.42)

Le deuxième modèle utilisé (appelé modèle (2)) ne dépend que du diamètre de la bille, l'indice des billes est obtenu à partir de la loi de Sellmeier (Eq. 3.43).

$$n_{SiO_2}^2 = 1 + \frac{0,6961663\lambda^2}{\lambda^2 - 0,0684043^2} + \frac{0,4079426\lambda^2}{\lambda^2 - 0,1162414^2} + \frac{0,8974794\lambda^2}{\lambda^2 - 9,896161^2}$$

$$n_{PS}^2 = 1 + \frac{1,4435\lambda^2}{\lambda^2 - 0,020216}$$
(3.43)

Etant donné la très faible variation d'indice optique entre le milieu (n = 1,48) et les billes (n = 1,45 ou 1,58), le contraste des franges d'interférences sera inévitablement très faible, conduisant à une analyse assez complexe.

Hilles de polystyrène

La première observation est qu'une grande majorité des billes ne sont pas exploitables car leur signal d'interférences est beaucoup trop dégradé. Les raisons sont explicitées ci-après.

Une grande partie des billes se sont retrouvées juste en dessous de la surface de la couche. Elles ne peuvent pas être mesurées car le signal revenant du haut de la bille est mélangé avec celui revenant de la surface. Etant donné qu'il n'est pas possible de séparer ces signaux, le spectre résultant est faussé et ne correspond pas du tout au spectre de rétrodiffusion de la bille (figure 3.44).



Figure 3-44 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Fenêtrage de la partie d'intérêt : les signaux issus de la bille de PS. (c) Comparaison du spectre expérimental (courbe noire) aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41. Les paramètres de la bille sont ceux déterminés à partir de la procédure d'optimisation (Eq. 3.42).

L'interférogramme le plus contrasté est un mélange entre les franges de la surface et celles du haut de la bille. Les résultats des procédures d'optimisation donnent $d = 3,6125 \ \mu\text{m}$ et $n_{bille} = 1,7174$ pour le modèle (1) et $d = 2,1525 \ \mu\text{m}$ pour le modèle (2). Ces valeurs ne sont pas cohérentes entre elles, ni avec les résultats théoriques censés être d = 2 ou 3 μm et $n_{bille} = 1,58$.

Pour la plupart des billes « correctement » enterrées dans la couche, le signal détecté est beaucoup trop faible (identique voire inférieur au bruit de mesure) et conduit généralement à un spectre aberrant.

Il était donc nécessaire de sélectionner les billes répondant aux critères suivants :

- Elles devaient être suffisamment enterrées dans la couche pour pouvoir dissocier les franges de la surface par rapport au signal du haut de la bille.
- L'amplitude des signaux d'interférences de la bille devait être légèrement supérieure à l'amplitude du bruit.

Nous montrons sur les figures suivantes, cinq mesures effectuées sur cinq billes différentes respectant les critères précédents.



Figure 3-45 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 3 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41. Les paramètres de la bille sont ceux déterminés à partir de la procédure d'optimisation (Eq. 3.42).

Un diamètre de 3,3093 μ m et un indice de 1,6173 sont obtenus à l'aide du modèle (1). Le modèle (2) nous donne un diamètre de 2,7570 μ m. Il s'agit donc d'une bille de 3 μ m. Le signal du haut de la bille est très proche de celui de la surface, pouvant expliquer en partie les écarts observés.



Figure 3-46 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Pour le modèle (1), nous obtenons : $d = 2,2489 \mu m$ et $n_{bille} = 1,5332$. Le modèle (2) nous donne : $d = 1,9547 \mu m$. Il s'agit d'une bille de 2 μm . La valeur de l'indice moyen est toujours assez éloignée de la valeur théorique.


Figure 3-47 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Pour le modèle (1), nous obtenons : $d = 1,9586 \mu m$ et $n_{bille} = 1,5787$. Le modèle (2) nous donne : $d = 1,9571 \mu m$. Il s'agit d'une bille de 2 μm . La valeur de l'indice moyen est cette fois ci totalement cohérente avec la valeur moyenne de l'indice du polystyrène (1,58). Pour chaque cas, les diamètres mesurés concordent parfaitement avec la valeur théorique. Du fait que le signal de la bille soit d'assez bonne qualité, l'analyse est beaucoup plus précise.



Figure 3-48 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Pour le modèle (1), nous obtenons : $d = 2,0801 \mu m$ et $n_{bille} = 1,5450$. Le modèle (2) nous donne : $d = 2,0275 \mu m$. Il s'agit d'une bille de 2 μm . Bien que l'indice s'éloigne légèrement de la valeur attendue, les diamètres mesurés coïncident totalement.



Figure 3-49(a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de PS de 2 μm. (c)Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Pour le modèle (1), nous obtenons : $d = 2,0561 \mu m$ et $n_{bille} = 1,5497$. Le modèle (2) nous donne : $d = 2,0091 \mu m$. Il s'agit d'une bille de 2 μm . Nous pouvons faire la même observation que pour la mesure précédente : l'indice s'éloigne légèrement de la valeur attendue mais les tailles mesurées coïncident totalement.

Les résultats sont résumés dans la table 3.4.

Table 3-4Résumé des mesures du diamètre et de	de l'indice des billes de polystyrène
---	---------------------------------------

Figure	Paramètre	Valeur théorique (µm)	Modèle (1) – Modèle (2)	Ecart relatif (%)
3-45	d	3	3,3093 - 2,7570	10,3 - 8,1
	n _{bille}	1,58	1,6173 - Ø	2,36
3-46	d	2	2,2489 - 1,9547	12,44 - 2,26
	n _{bille}	1,58	1.5332 - Ø	2,96
3-47	d	2	1,9586 – 1,9571	2,07 - 2,15
	n_{bille}	1,58	1.5787 - Ø	0,07
3-48	d	2	2,0801 - 2,0275	4 – 1,38
	n_{bille}	1,58	1,5450 - Ø	2,22
3-49	d	2	2,0561 - 2,0091	2,8-0,46
	n_{bille}	1,58	1,5497 - Ø	1,92

Billes de silice

Les mêmes remarques peuvent être faites pour l'échantillon contenant les billes de silice. Une grande majorité des billes sont localisées à la surface et la qualité médiocre des signaux d'interférences conduit le plus souvent à la mesure d'un spectre aberrant. Le deuxième aspect est encore plus important dans ce cas-là car le contraste d'indice entre la gélatine et les billes de silice est encore plus faible ($\sim 0,03$). Cinq mesures ont également été réalisées.



Figure 3-50 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO₂ de 4,08 μm. (c)
 Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Dans ce cas-là, la bille n'est pas localisée à l'intérieur de la couche, mais au niveau de la surface. Le premier interférogramme résulte de la réflexion de la lumière à l'interface air-bille, tandis que le deuxième correspond à l'interface bille-gélatine. L'expression des modèles a été modifiée pour prendre en compte cette considération. Pour le modèle (1), nous obtenons : $d = 4,5727 \mu m$ et $n_{bille} = 1,3531$. Le modèle (2) nous donne : $d = 4,2649 \mu m$.



Figure 3-51 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO₂ de 4,08 μm. (c)
 Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Comme pour le cas précédent, la bille n'est pas entièrement enterrée dans le milieu.

Modèle (1) : $d = 4,5416 \mu m$ et $n_{bille} = 1,3905$.

Modèle (2) : $d = 4,3428 \mu m$.



Figure 3-52 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO₂ de 1,70 μm. (c) Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Modèle (1) : $d = 1,7673 \mu m$ et $n_{bille} = 1,4281$.

Modèle (2) : $d = 1,7370 \,\mu\text{m}$.



Figure 3-53 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO2 de 1,70 μm. (c)
 Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Modèle (1) : $d = 1,8659 \mu m$ et $n_{bille} = 1,5393$.

Modèle (2) : $d = 1,9745 \,\mu\text{m}$.

Malgré la qualité plus importante des interférogrammes, les résultats divergent assez significativement des valeurs attendues. Il est possible que le premier interférogramme corresponde en réalité à la face arrière d'une première bille de 1,70 μ m (dont la face avant est l'interférogramme situé à environ 1 μ m sur la figure 3-53 (a)) et que le deuxième interférogramme soit celui de la face avant d'une seconde bille.



Figure 3-54 (a) Signal interférométrique total acquis. (b) Franges issues d'une bille de SiO2 de 1,70 μm. (c)
 Comparaison du spectre expérimental aux modèles (1) et (2) définis par l'Eq. 3.41.

Modèle (1) : $d = 1,7213 \ \mu m \text{ et } n_{bille} = 1,4544.$

Modèle (2) : $d = 1,7208 \,\mu\text{m}$.

Malgré la qualité médiocre du signal, on retrouve une valeur de l'indice parfaitement cohérente avec celui de la silice. De ce fait, les diamètres obtenus coïncident avec la valeur théorique.

Figure	Paramètre	Valeur théorique (μ m) Modèle (1) – Modèle (2)		Ecart relatif (%)
3-50	d	4,08	4,5727-4,2649	12,08 - 4,53
	n _{bille}	1,45	1,3531 - Ø	6,68
2 51	d	4,08	4,5416 - 4,3428	11,31 - 6,44
5-51	n _{bille}	1,45	1.3905 - Ø	4,1
3-52	d	1,70	1,7673 - 1,7370	3,96 - 2,18
	n _{bille}	1,45	1.4281 - Ø	1,51
3-53	d	1,70	1,8659 - 1,9745	9,76 - 16,15
	n_{bille}	1,45	1.5393 - Ø	6,16
3-54	d	1,70	1,7213 - 1,7208	1,25 – 1,22
	n_{bille}	1,45	1,4544 - Ø	0,3

Table 3-5Résumé des mesures du diamètre et de l'indice des billes de silice.

De manière générale, la mesure du diamètre de la bille est assez concluante. On remarquera que sa détermination est davantage précise avec le modèle (2) qui utilise les données théoriques de l'indice de réfraction. La sensibilité de ce modèle par rapport aux variations d'amplitude des oscillations est donc amoindrie. Dans les cas des figures 3-47 et 3-54, la valeur de l'indice mesuré correspond exactement à l'indice réel du matériau. On observe alors une précision sur la mesure du diamètre équivalente. Cela valide notre hypothèse exposant qu'une erreur sur la mesure de l'indice entraîne une erreur sur la mesure de la taille.

Malgré le très faible contraste d'indice entre les billes et le milieu (0,1 pour le polystyrène et 0,03 pour la silice) et la qualité assez faible des signaux d'interférences, la détermination de la taille des billes est souvent concluante. Néanmoins, lorsque l'indice de réfraction est supposé inconnu, les résultats obtenus peuvent s'éloignés davantage des résultats théoriques. A première vue, ces écarts semblent être reliés à la qualité médiocre du signal interférométrique. En effet, le bruit étant d'un niveau égal à celui des signaux d'interférences, il génère certainement des disparités dans l'amplitude des oscillations du spectre. Cette hypothèse a été vérifiée à l'aide du programme WILIS2. Nous avons simulé le signal interférométrique d'une bille de polystyrène dans des conditions bruitées (bruit blanc

gaussien), avec un RSB de 2,75 et de 2. Le signal, ainsi que le spectre de réflectance qui en découle sont représentés sur la figure 3-55.



Figure 3-55 Simulation du signal d'interférences d'une bille de polystyrène contenue dans la couche de gélatine pour un RSB de (a) 2,75 (b) 2. (c) Comparaison des spectres de réflectances obtenus sans bruit (courbe noire), avec un RSB de 2,75 (courbe rouge) et une RSB de 2 (courbe bleue).

D'après les simulations de la figure 3-55, on remarque que le bruit introduit davantage d'erreurs sur l'amplitude des oscillations que sur l'emplacement des pics. Ainsi, la précision sur la détermination de l'indice est beaucoup plus sensible au bruit que la mesure du diamètre. Ces observations vont dans le même sens que les résultats expérimentaux. Ils soulignent le besoin évident d'obtenir des signaux d'interférences de grande qualité et faiblement bruités pour les caractérisations morphologiques.

3.7.3 Effets de la diffusion sur la précision de la mesure

Dans cette partie, nous étudions, uniquement au niveau simulation, l'influence de la diffusion sur la précision des mesures morphologiques d'une particule sphérique. Comme expliqué précédemment, au regard des dimensions des particules mesurées, nous adoptons un modèle de couche mince pour simuler l'interférogramme obtenu au centre de la particule. Le programme présenté dans la section 2.1.3.2 a été repris, puis adapté, pour modéliser le signal d'interférences au niveau d'une particule sphérique plongée dans un milieu diffusant. Nous fixons le coefficient de diffusion μ_{diff} à 500 cm⁻¹ et le facteur d'anisotropie g à 0,6. Ces paramètres décrivent une couche fortement diffusante. On considère une particule sphérique de diamètre $d = 5 \ \mu m$ et d'indice $n_{bille} = 1,45$, localisée à une profondeur $e = 40 \ \mu m$ dans une couche diffusante dont on suppose l'indice égal à celui de l'eau n = 1,33.



Figure 3-56 (a) Simulation du signal d'interférences d'une bille localisée dans une couche diffusante. Le signal de la bille est zoomé et représenté dans le cadre supérieur. (b) Spectre de rétrodiffusion de la bille.

Pour calculer les propriétés des particules, nous utilisons toujours l'algorithme de Levenberg-Marquardt et la minimisation de la fonction d'erreur au travers de la méthode des moindres carrés.

3.7.3.1 Indice de réfraction et diamètre inconnus

Théoriquement, il est possible de remonter à la fois à l'indice de réfraction et au diamètre d'une particule sphérique par le biais d'une mesure spectrale. Il suffit de les utiliser en tant que variables de l'algorithme d'optimisation. Cependant, nous avons vu à travers la partie précédente que malgré

l'étude d'une couche transparente, il pouvait être compliqué de déterminer précisément la valeur de l'indice de réfraction de la particule.

Etant donné la perte d'amplitude du signal interférométrique pour l'étude d'un échantillon diffusant, les oscillations du spectre de rétrodiffusion seront notablement atténuées. Il semble alors très compliqué, voire impossible, de déterminer l'indice de réfraction de la particule lorsque celle-ci est plongée dans un milieu diffusant. Nous avons vérifié cette hypothèse en appliquant la procédure d'optimisation au modèle défini par l'Eq. 3.41. Le spectre de rétrodiffusion de la bille en milieu diffusant est illustré sur la figure 3-56(b). Même si ce spectre est issu d'une simulation, nous l'appellerons par la suite « spectre expérimental ».



Figure 3-57 Comparaison du spectre expérimental au modèle défini par l'Eq. 3.41. La courbe bleue utilise le diamètre et l'indice optique réels de la bille. La courbe rouge utilise le diamètre et l'indice obtenus à partir de la minimisation de la fonction χ .

On observe, comme attendu, un spectre de rétrodiffusion (courbe noire) dont l'amplitude est nettement atténuée comparé au spectre théorique obtenu sans diffusion (courbe bleue). Après la procédure d'optimisation, on obtient le spectre rouge qui s'ajuste correctement au spectre expérimental. Cependant, les valeurs trouvées suite à la minimisation de la fonction d'erreur χ sont d = 5,387 µm et $n_{bille} = 1,346$. Les valeurs réelles sont d = 5 µm et $n_{bille} = 1,45$.

Malgré la bonne correspondance entre le modèle et l'expérience, on obtient une valeur erronée de l'indice et par suite une valeur erronée du diamètre.

3.7.3.2 Indice connu et diamètre inconnu

En supposant la valeur de l'indice connue, la mesure du diamètre est toujours envisageable. En effet, le paramètre d'intérêt pour la détermination de la taille réside uniquement dans la fréquence de modulation du spectre.

Cette fois, l'indice de la bille est fixé à 1,45 et l'algorithme ne dépend que de *d*.



Figure 3-58 (a) Comparaison du spectre expérimental au modèle défini par l'Eq. 3.41. La courbe bleue utilise le diamètre réel de la bille. La courbe rouge utilise le diamètre obtenu à partir de la minimisation de la fonction d'erreur χ qui est représentée en (b).

Après la procédure d'optimisation, on trouve que la fonction d'erreur est minimale pour un diamètre de 2,9405 μ m. Cette valeur ne correspond pas du tout au diamètre de la bille, fixé à 5 μ m. Cet écart s'explique par l'importante différence d'amplitude des oscillations des spectres. En effet, on observe sur la figure 3-58(b) que la fonction d'erreur varie entre 8,6.10⁻³ et 9,8.10⁻³, résultant en une erreur sensiblement identique quel que soit le diamètre de la bille utilisé dans le modèle. La minimisation de cette fonction peut ainsi conduire à une valeur aberrante. Pour éviter ce problème, nous avons décidé de normaliser les spectres calculés. Cela permet de concentrer la fonction d'erreur sur le décalage des pics d'intensité et non sur leur amplitude. Le fait que chaque pic du spectre de réflectance possède une amplitude aléatoire est lié à la diffusion de la lumière qui génère du bruit dans le signal interférométrique (figure 3-56(a)).





Cette fois, la procédure d'optimisation conduit à une valeur du diamètre de 4,9979 µm. Ainsi, malgré la forte diffusion, le diamètre de la particule est retrouvé précisément.

Connaissant la valeur de l'indice de réfraction de la particule étudiée, il semble toujours possible de mesurer précisément la taille d'une particule sphérique, même si celle-ci est incluse dans un milieu

diffusant. Néanmoins, nous avons vu qu'il était nécessaire de normaliser les spectres expérimental et théorique.

3.7.3.3 Diamètre connu et indice inconnu

Le diamètre peut toujours être déterminé car il est uniquement relié à la fréquence des oscillations du spectre de rétrodiffusion. Nous avons voulu vérifier si, connaissant la taille, il était théoriquement possible de remonter à l'indice de réfraction malgré l'atténuation des oscillations du spectre.

La taille de la bille est fixée à 5 μ m et l'algorithme d'optimisation dépend uniquement de n_{bille} . Sur la figure 3-60, nous traçons les fonctions d'erreurs en fonction de l'indice de réfraction utilisé dans le modèle. Dans le cas (b), les spectres sont normalisés. Pour chaque cas, l'estimation initiale de l'indice varie entre 1,1 et 1,8.



Figure 3-60 Fonctions d'erreur représentant l'écart entre le spectre expérimental et le modèle pour différentes valeurs de l'indice de réfraction de la bille. (a) Les spectres sont non normalisés. (b) Les spectres sont normalisés.

Dans le cas (a), la minimisation de la fonction d'erreur donne $n_{bille} = 1,3374$. Dans le cas (b), on obtient un indice de 1,4474. En normalisant les spectres, les erreurs induites par la différence d'amplitude des oscillations sont minimisées. Cela permet de retrouver une valeur cohérente de l'indice de réfraction moyen.

3.8 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons présenté de manière détaillée la méthode de caractérisation spectrale à partir de données interférométriques, puis nous l'avons appliquée à différents types d'échantillons.

Cette méthode est simplement basée sur la transformée de Fourier d'une partie du signal. Cette opération permet d'obtenir le spectre effectif du système, c'est-à-dire le spectre de la source multiplié par la sensibilité spectrale du capteur, la transmittance des composants optiques et la réponse de l'objet étudié. La réponse spectrale d'une structure de l'échantillon s'effectue ensuite par une opération de calibration, destinée à extraire la fonction de transfert spectrale du système. Nous avons ultérieurement introduit l'ensemble des étapes du traitement numérique qui ont été implémentées sous LabView. A l'aide de simulations, nous avons observé que le bruit de mesure pouvait avoir un impact significatif

sur les résultats et que son influence est particulièrement importante dans les zones extrêmes de la FTS.

Les premiers résultats obtenus sur des matériaux réfléchissant ont démontré la qualité des mesures effectuées en surface. Celles-ci sont réalisées sur une surface correspondant à la tache de diffraction du système optique et possèdent donc une résolution latérale inférieure au micron. Après avoir remarqué que la qualité des mesures spectrales était fortement liée à celle du signal d'interférences, nous avons développé un protocole de correction permettant de diminuer significativement le bruit inclus dans les images acquises. L'apport de cette correction a été explicité en étudiant un film de polymère Mylar. Nous avons alors démontré la possibilité d'extraire les franges d'interférences d'un signal fortement bruité. Cet aspect est capital pour le post-traitement du signal et permet d'éviter l'obtention de résultats aberrants.

Pour la caractérisation d'échantillons transparents et la mesure de spectres résolus en profondeur, la qualité de l'analyse se dégrade à cause de l'atténuation du signal interférométrique. Nous avons donné les solutions permettant de surmonter ce problème. Dans notre cas, suite à l'impossibilité d'utiliser des objectifs à immersion et de superposer dynamiquement les plans de cohérence et de focalisation, la solution se limite à réduire l'ON effective du système. Des mesures cohérentes avec les résultats fournis par les programmes de simulations ont alors été obtenues. Des résolutions spatiales de 0,84 μ m (latéralement) et 1,01 μ m (axialement) ont été démontrées en dépit du besoin d'augmenter le degré de cohérence spatiale de l'illumination.

Nous avons ensuite appliqué la méthode d'analyse spectrale à des signaux interférométriques extraits d'une couche diffusante. Nous avons pu observer qu'il était impossible de retrouver le véritable spectre de réflectance d'une interface située en profondeur. Cela s'explique par la diffusion, qui en entraînant une atténuation du signal d'interférences, engendre des erreurs sur le spectre effectif. Néanmoins, des résultats cohérents ont été trouvés entre les mesures expérimentales et les simulations. En ajustant les paramètres du programme de simulation, nous avons alors vu qu'il était envisageable de déterminer les propriétés du milieu diffusant.

Finalement, nous avons étudié la capacité de la méthode pour la mesure des propriétés morphologiques de particules sphériques. La détermination de ces propriétés est basée sur l'ajustement d'un modèle théorique que l'on cherche à faire correspondre au maximum au spectre de réflectance de la particule. Cet ajustement est réalisé à l'aide d'un algorithme d'optimisation au sens des moindres carrés. L'algorithme non linéaire de Levenberg-Marquardt a été utilisé. La mesure du diamètre de billes de silice, localisées à la surface d'un substrat, a démontré la performance de l'analyse en termes de précision. En effet, les résultats obtenus ont été pour la quasi-totalité inclus dans les marges d'erreur indiquées par les fabricants. La même analyse spectrale a été effectuée sur des billes de silice et de polystyrène incluses dans une couche de gélatine. Deux modèles ont été utilisés pour remonter aux propriétés morphologiques des billes. Dans le premier, le diamètre et l'indice de réfraction des billes étaient utilisés simultanément comme variables afin d'étudier la capacité de la technique pour l'extraction conjointe de ces informations. Dans le deuxième, le diamètre était la seule variable d'ajustement. Le faible contraste d'indice entre le milieu et les billes a fortement complexifié l'analyse

puisque les franges d'interférences étaient peu contrastées. Malgré cette difficulté supplémentaire, les valeurs trouvées étaient pour la plupart assez proches des valeurs théoriques. En effet, pour le premier modèle, nous avons respectivement obtenu des écarts relatifs moyens de 7 % et 2,8 % pour les mesures du diamètre et de l'indice. Pour le deuxième modèle, l'écart relatif moyen sur la mesure du diamètre était de 4,5 %. Cette étude a également permis de mettre en évidence que la détermination de l'indice était plus sensible au rapport signal à bruit. Enfin, nous avons observé si la caractérisation morphologique d'une particule sphérique à l'aide d'une mesure spectrale était toujours envisageable dans un milieu diffusant. La première conclusion obtenue est qu'il est impossible de trouver à la fois les paramètres d et n. Toutefois, en normalisant les spectres (le modèle et l'expérimental), il semble possible de retrouver l'un des deux paramètres, à la condition que l'autre soit déjà connu.

Dans le travail présenté, les mesures ont été réalisées avec différents systèmes de microscopie. De ce fait, la FTS n'était pas toujours définie dans la même bande spectrale. On notera que la limitation des mesures vers les petites longueurs d'ondes était causée par la source d'illumination, tandis que la limitation vers les grandes longueurs d'ondes était reliée à la sensibilité spectrale de la caméra.

Conclusion générale

Le travail présenté dans ce manuscrit concerne l'étude approfondie de l'une des applications de la microscopie interférométrique en lumière blanche : la caractérisation spectrale spatialement résolue. Cet aspect de la microscopie interférentiel s'inscrit dans une thématique de recherche en pleine expansion et en perpétuel développement. En effet, dans de nombreux domaines, cette facette de la microscopie interférométrique représente une méthode de caractérisation extrêmement intéressante. Son utilité dans le domaine des matériaux est notamment liée au développement de nouvelles technologies qui s'accompagnent de l'émergence de nouveau micro et nanomatériaux. Les exigences au niveau des caractérisations spectrales ont alors requis de nouveaux modes opératoires, combinant la mesure spectroscopique à l'imagerie haute résolution. Dans le secteur biomédical ou dans celui de l'art, interférométrie faiblement cohérente permet de mesurer individuellement les structures incluses dans le milieu (tissus biologiques et pigments de peintures). L'analyse spectrale de celles-ci est essentielle puisqu'elle permet de remonter à leurs propriétés optiques et dans certains cas, à l'identification chimique des structures (avec des connaissances *à priori*).

Dans un premier temps, la microscopie interférométrique a été introduite d'une façon très générale en présentant ses applications historiques, qui se répartissent principalement entre la mesure de topographie, la mesure de rugosité et la mesure d'épaisseur. La microscopie interférométrique peut également être utilisée dans une configuration d'imagerie pour réaliser des analyses tomographiques de couches transparentes. On parle alors de tomographie par cohérence optique plein champ (FF-OCT en anglais). Après avoir explicité les propriétés de cette technique, certaines méthodes de caractérisation spectrale spatialement résolues, basées sur le principe de l'interférométrie, ont été introduites. Afin de situer ces méthodes par rapport à d'autres techniques optiques, certains résultats de la microscopie champ proche couplé à la spectroscopie infrarouge et de la microscopie interférométrique réside dans sa capacité à réaliser une analyse spectroscopique résolue selon les trois directions de l'espace.

Dans un second temps, l'environnement de travail dans lequel s'est effectué l'ensemble des expériences et des analyses a été présenté de manière détaillée. Durant les trois années de thèse, différents systèmes optiques ont été utilisés pour réaliser les mesures. Chaque système employé a été précisément introduit. Pour ceux qui ont été développés dans le cadre de ce projet, leur intérêt a été explicité et puis les différentes étapes de leur développement ont été détaillées. Les caractéristiques des sources d'éclairage, des capteurs et des composants optiques ont permis d'obtenir pour chaque montage optique des résolutions spatiales (latérale et axiale) inférieures au micron. Les programmes d'acquisition et de traitement des images ont été développés sous LabView 2014 et permettent une analyse simple et rapide des données.

Une partie importante de la thèse concernait également le développement de programmes de simulations pour la modélisation des phénomènes d'interférences issus de différentes configurations d'interaction lumière-matière. A partir de la comparaison entre les résultats fournis par ces simulations et les mesures expérimentales, les programmes ont permis de déceler les erreurs intervenant dans l'analyse spectrale des signaux interférométriques. Nous avons notamment remarqué que la réfraction de la lumière au niveau de la surface d'un échantillon transparent induisait des erreurs dans l'analyse spectroscopique localisée en profondeur. De plus, il a été vu que plus l'échantillon est sondé en profondeur et plus le décalage des plans de cohérence et de focalisation entraîne des erreurs dans le spectre mesuré. Nous avons alors proposé des solutions comme l'utilisation d'objectifs à immersion et d'une focalisation dynamique. Celles-ci n'étant pas encore accessibles dans les montages optiques utilisés, une autre solution a été utilisée, consistant simplement à réduire l'ouverture numérique effective du système. Toutefois, cela a entraîné une diminution de la résolution latérale d'une trentaine de nanomètres. En plus d'être utilisés en tant que « référence » pour vérifier et valider le fonctionnement de la méthode de caractérisation spectrale, les résultats fournis par les programmes de simulation ont permis de remonter aux propriétés optiques et morphologiques de certains types d'échantillon.

La méthode d'analyse spectrale des données interférométrique a été présentée et démontrée de façon théorique. Nous avons introduit les différentes étapes du traitement numérique nécessaires à l'obtention du spectre de réflectance ou de rétrodiffusion d'une structure donnée. La relative simplicité du post-traitement des signaux, qui est basé sur des transformées de Fourier, fait que la méthode n'est pas du tout onéreuse en termes de puissance de calcul. Un nouveau programme LabView, entièrement destiné à l'analyse spectrale des signaux interférométriques, a été développé puis automatisé pour optimiser le temps de calcul des spectres. Que ce soit pour une analyse en surface, pour une analyse localisée en profondeur ou pour le calcul du spectre de réflectance totale, le temps de traitement ne dépasse pas la trentaine de secondes. Il a été constaté que les résolutions spectrales atteignables à partir de cette méthode étaient entièrement liées à la taille du signal interférométrique traité. De ce fait, un compromis devait être réalisé entre la résolution axiale et la résolution spectrale, qui est un problème inhérent à tout système OCT. En raison des objectifs visés, nous avons favorisé une grande résolution axiale, résultant en une résolution spectrale de l'ordre de 30 nm.

Pour débuter avec des cas d'études simples, c'est à dire avec la mesure de spectres localisés en surface, la méthode de caractérisation a tout d'abord été appliquée à des matériaux réfléchissants. De très bons résultats ont été obtenus, en accord avec ceux fournis par un spectromètre optique standard. Ensuite, la caractérisation d'échantillons transparents a été effectuée, dont les premiers résultats ne concordaient pas du tout avec les résultats des simulations. Après avoir décelé les sources d'erreurs, il a été montré qu'il était possible de remonter au spectre de réflectance d'une interface située en profondeur. Le spectre de réflectance totale de la couche transparente a également été retrouvé, en parfait accord avec les simulations. Ayant validé le fonctionnement de la technique pour ces cas d'études, nous avons appliqué la méthode à des échantillons plus complexes. L'analyse d'une couche diffusante a démontré qu'il était impossible d'extraire le véritable spectre de réflectance d'une structure localisée en profondeur dans la couche. Néanmoins, il a été observé qu'en comparant les

résultats expérimentaux aux simulations il était envisageable de remonter aux paramètres de diffusion du milieu. Enfin, nous avons étudié des microsphères de taille calibrée, de l'ordre du micron. Le but était de voir si l'analyse spectrale des signaux issus de telles structures était d'une qualité suffisante pour permettre d'effectuer une caractérisation morphologique précise. Des mesures ont été réalisées sur des billes de silice localisées à la surface d'une lame de verre, puis sur des billes de silice et de polystyrène contenues dans une couche de gélatine. Dans le deuxième cas, l'écart d'indice entre la couche et les billes était très faible, résultant en une analyse particulièrement complexe. Cependant, cet aspect était intéressant car la valeur de ce contraste d'indice correspond à ceux que l'on retrouve habituellement entre les différentes structures d'un milieu biologique. En adaptant la méthode de traitement, il a été possible de mesurer soit le diamètre des billes, soit l'indice et le diamètre conjointement. Dans chaque cas, mis à part quelques mesures donnant des spectres aberrants, les résultats obtenus étaient cohérents avec les valeurs théoriques. Nous avons noté en moyenne, pour l'ensemble des caractérisations effectuées, un écart relatif d'environ 5 %. Cette étude a une fois de plus révélée l'intérêt d'améliorer la qualité des signaux d'interférences, qui représente incontestablement un paramètre crucial de l'analyse spectral.

Les recherches réalisées durant ces trois ans de thèse nous ont amené à réfléchir sur les perspectives de ce travail et notamment sur les prochains points à approfondir pouvant permettre d'accroître les performances de l'analyse. D'une part, comme il a été souligné tout au long de ce manuscrit, la qualité des spectres est directement liée à celle des signaux d'interférences. Dans le travail présenté, la qualité des signaux interférométriques a principalement été améliorée à l'aide de procédures de traitements post-acquisition. Il serait donc idéal de finaliser le montage sur table optique en utilisant une caméra à très haute sensibilité, qui devrait permettre d'améliorer nettement le signal d'interférences brut et donc la précision des mesures. Dans ce sens, une caméra refroidie à très large bande passante vient d'être acquise et est en cours de montage. D'autre part, l'emploi futur d'objectifs à immersion devrait être une solution de remplacement à la réduction de l'ouverture numérique effective du système lors des analyses spectrales en profondeur. Ainsi, la résolution latérale ne devrait plus être dégradée, voire même être améliorée. Enfin, nous avons vu que la détermination des paramètres morphologiques de particules sphériques se compliquait significativement dans les milieux diffusant à cause de l'atténuation du spectre de rétrodiffusion. La mesure précise de la taille de la particule devient alors plus difficile, tandis que la mesure de l'indice de réfraction devient tout simplement impossible. Cela est dû au modèle utilisé dans la procédure d'optimisation qui, ne tenant pas compte des effets de diffusion intervenant lors de la propagation de la lumière, se retrouve très différent du spectre expérimental. Il serait donc intéressant de développer un modèle de spectre de rétrodiffusion plus complet, tenant compte de la diffusion de la lumière, qui devrait permettre de s'approcher du spectre réellement mesuré.

Avec un outil de spectroscopie locale suffisamment précis, il serait alors possible de non seulement sonder de manière ponctuelle les propriétés optiques de l'échantillon, mais également d'effectuer des cartographies pour identifier les matériaux dans des plans 2D et dans des volumes. Evidemment, il serait nécessaire d'étudier d'autres aspects de la technique pour y arriver, comme la réduction du temps

de calcul. Il serait alors intéressant d'intégrer une méthode de calcul parallèle, en exploitant par exemple les avantages offerts par la parallélisation et la rapidité des calculs de la programmation GPU.

Dans cette thèse, nous avons donc étudié les applications et les limitations de la méthode d'analyse spectrale des signaux interférométriques, que ce soit à travers les différentes expériences réalisées ou à l'aide de programmes de simulation. Cette étude approfondie a permis de démontrer les performances de cette technique, notamment pour l'analyse de surfaces, de couches transparentes et de particules sphériques. Toutefois, nous avons observé et relevé les problèmes qui interviennent lors de la mesure d'échantillons diffusants. Les premières perspectives proposées nous semblent de bonnes pistes à explorer pour continuer à améliorer et à faire progresser cette technique d'analyse spectrale.

Annexes

Annexe A Calcul du degré de cohérence spatiale entre deux points dans le cas d'une source spatialement incohérente

Le calcul du degré de cohérence spatiale d'une vibration lumineuse au niveau de deux points P_1 et P_2 espacés de z est donné à l'aide du théorème de Van Cittert-Zernike :

$$\mu_{12}(z) = \frac{\int_{\Sigma} I(S) \exp[ik(R_1 - R_2)] dS}{\int_{\Sigma} I(S) dS}$$
(A.1)

avec Σ la surface d'émission de la source, $R_1 = [SP_1]$ et $R_2 = [SP_2]$. Le point S est un point source situé sur une onde émergente de l'objectif et convergente vers les points P_1 et P_2 . Nous avons repris le schéma proposé par Biegen et al. (Biegen, 1994) pour plus de compréhension. Même si le schéma est donné pour une configuration Mirau, le principe reste identique pour un interféromètre de Linnik.



Figure A-1 Notation utilisée pour le calcul du degré de cohérence spatiale entre deux points P₁ et P₂. OM, objectif de microscope ; O.E, ouverture d'entrée.

On note *f* la distance focale de l'objectif. Les coordonnées des points S, P_1 et P_2 dans le repère $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ sont :

$$S = \begin{vmatrix} x_s \\ y_s \\ 0 \end{vmatrix} \qquad P_1 = \begin{vmatrix} 0 \\ 0 \\ z_1 \end{vmatrix} \qquad P_2 = \begin{vmatrix} 0 \\ 0 \\ z_2 \end{vmatrix}$$
(A.2)

Le calcul de R_1 donne :

$$R_{1} = \sqrt{x_{s}^{2} + y_{s}^{2} + z_{1}^{2}} = z_{1} \sqrt{\left(\frac{x_{s}^{2} + y_{s}^{2}}{z_{1}^{2}}\right) + 1}$$
(A.3)

La distance z_1 étant bien supérieure à la dimension spatiale de la source, on peut effectuer un développement limité de l'expression précédente, qui conduit à :

$$R_1 = z_1 + \frac{x_s^2 + y_s^2}{2z_1} \tag{A.4}$$

On applique le même procédé au point P_2 et on obtient finalement :

$$R_1 - R_2 = (z_1 - z_2) + \frac{2(x_s^2 + y_s^2)(z_2 - z_1)}{4z_1 z_2} \simeq -z + \frac{(x_s^2 + y_s^2)z}{2f^2}$$
(A.5)

avec $k = 2\pi/\lambda_0$, le degré de cohérence spatiale se résume à :

$$\mu_{12}(z) = \frac{\sum_{\Sigma} I(S) \exp[ik(R_1 - R_2)] dS}{\int_{\Sigma} I(S) dS} = \exp(-ikz) \times \frac{\iint_{\Sigma} I(x_s, y_s) \exp\left[i\frac{\pi(x_s^2 + y_s^2)z}{\lambda_0 f^2}\right] dx_s dy_s}{\iint_{\Sigma} I(x_s, y_s) dx_s dy_s}$$
(A.6)

On considère que la source est spatialement uniforme, émet une intensité constante I_0 et est limitée par une ouverture circulaire de rayon r_0 . Pour plus de simplicité, on passe en coordonnées polaires :

$$I(r) = \begin{cases} I_0 \text{ si } r < r_0 \\ 0 \text{ si } r > r_0 \end{cases} \begin{vmatrix} r = \sqrt{x_s^2 + y_s^2} \\ dx_s dy_s = r dr d\alpha \end{cases}$$
(A.7)
$$|\mu_{12}(z)| = \begin{vmatrix} \frac{2\pi}{0} \frac{d\alpha}{0} \frac{r_0}{0} \exp\left[i\frac{\pi z}{\lambda_0 f^2} r^2\right] r dr}{\int_{0}^{2\pi} \frac{d\alpha}{0} \int_{0}^{\pi} r dr} \end{vmatrix} = \left| \frac{\left[\lambda_0 f^2 \exp\left(i\frac{\pi z}{\lambda_0 f^2} r^2\right) / 2i\pi z\right]_{0}^{r_0}}{r_0^2 / 2} \end{vmatrix} = \left| \frac{\exp\left(i\frac{\pi z}{\lambda_0 f^2} r_0^2\right) - 1}{\frac{ir_0^2 \pi z}{\lambda_0 f^2}} \end{vmatrix}$$
$$= \left| \exp\left(i\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right) \times \frac{\exp\left(i\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right) - \exp\left(-i\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right)}{\frac{ir_0^2 \pi z}{\lambda_0 f^2}} \right| = \left| \frac{2i\sin\left(\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right)}{\frac{ir_0^2 \pi z}{\lambda_0 f^2}} \right|$$
$$= \left| \frac{\sin\left(\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right)}{\frac{r_0^2 \pi z}{2\lambda_0 f^2}} \right| = \left| \sec\left(\frac{\pi z}{2\lambda_0 f^2} r_0^2\right) \right|$$
(A.8)

Lorsque la source est limitée par l'ouverture de l'objectif, on a :

$$\frac{r_0}{f} = \tan(\theta_{\max}) \simeq \sin(\theta_{\max}) = ON_{obj}$$
(A.9)

Si la source est limitée par le diaphragme qui possède une ouverture plus faible que l'objectif :

$$\frac{r_0}{f} = \tan\left(\tilde{\theta}_{\max}\right) \simeq \sin\left(\tilde{\theta}_{\max}\right) = ON_{eff} \tag{A.10}$$

175

Annexe B Développement du signal interférométrique dans un multicouche

Cette annexe détaille le calcul du signal interférométrique dans le cas d'une couche transparente. Pour rappel, la couche traversée pouvant être absorbante, on caractérise le milieu à partir de son indice complexe $n = \eta + j\kappa$. Le terme de phase s'écrit alors en incidence normale :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2en) = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2e(\eta + j\kappa)) = \frac{2\pi}{\lambda} (\delta_1 + 2e\eta) + j\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa$$

$$\varphi = \varphi_2 + j\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa$$
(B.1)

avec δ_1 la distance optique parcourue par l'onde réfléchie à la surface. On ne prend pas encore en compte l'ouverture numérique de l'objectif dans le calcul. Les trois ondes, respectivement réfléchies par le miroir de référence, la première interface et la seconde interface, s'écrivent alors :

$$E_{ref}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{ref}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{ref}(\omega,z)]$$

$$E_{1}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}r_{e_{1}}(\omega)E(\omega,t,z)\exp[j\varphi_{1}(\omega,z)]$$

$$E_{2}(\omega,t,z) = \frac{1}{2}t^{2}r_{e_{2}}(\omega)E(\omega,t,z)\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\exp[j\varphi_{2}(\omega,z)]$$
(B.2)

avec r_{e_1} et r_{e_2} les coefficients de réflexion en amplitude sur chaque interface et t le coefficient de transmission en amplitude de la surface. Le terme $\exp(-4\pi/\lambda e\kappa)$ caractérise l'atténuation du champ électrique due à l'absorption de la couche durant la propagation de l'onde.

L'intensité résultante de l'interférence de ces trois champs s'écrit :

$$I(\omega, z) = |\exp(j\omega t)|^{2} |E_{ref}(\omega, z) + E_{1}(\omega, z) + E_{2}(\omega, z)|^{2}$$

$$I(\omega, z) = \frac{1}{4} \left[|r_{ref}(\omega)s(\omega)|^{2} + |r_{e_{1}}(\omega)s(\omega)|^{2} + |t^{2}(\omega)r_{e_{2}}(\omega)\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)s(\omega)|^{2} \right]$$

$$+ \frac{1}{2} \operatorname{Re} \left[|s(\omega)|^{2} r_{ref}(\omega)r_{e_{1}}^{*}(\omega)\exp\left[j\left(\varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_{1}(\omega, z)\right)\right] \right]$$

$$+ \frac{1}{2} \operatorname{Re} \left[|s(\omega)|^{2} r_{ref}(\omega)t^{2}(\omega)r_{e_{2}}^{*}(\omega)\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\exp\left[j\left(\varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_{2}(\omega, z)\right)\right] \right]$$

$$+ \frac{1}{2} \operatorname{Re} \left[|s(\omega)|^{2} r_{e_{1}}(\omega)t^{2}(\omega)r_{e_{2}}^{*}(\omega)\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\exp\left[j\left(\varphi_{1}(\omega, z) - \varphi_{2}(\omega, z)\right)\right] \right]$$
(B.3)

On note toujours :

 $R_{ref}(\omega) = \left| \left| r_{ref} \right| \exp(j\phi_{ref}) \right|^2, \quad R_{e_1}(\omega) = \left| \left| r_{e_1} \right| \exp(j\phi_{e_1}) \right|^2 \text{ et } R_{e_2}(\omega) = \left| \left| r_{e_2} \right| \exp(j\phi_{e_2}) \right|^2 \text{ les coefficients de réflexion en intensité, } S(\omega) = |s(\omega)|^2 \text{ la densité spectrale de puissance de la source et } \Delta\varphi(\omega, z) = \varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_1(\omega, z) \text{ le déphasage entre l'onde de référence et l'onde objet réfléchie par$

la surface. On introduit également $T(\omega) = ||t| \exp(j\phi_t)|^2$, le coefficient de transmission en intensité de la surface, $\phi_1 = \phi_{ref} - \phi_{e_1}$, $\phi_2 = \phi_{ref} - \phi_{e_2}$ et $\phi_3 = \phi_{e_1} - \phi_{e_2}$, les déphasages introduits aux réflexions.

Dans le cas de couches métalliques, le coefficient de transmission en amplitude t est complexe, ce qui signifie qu'il y a un déphasage lors de la traversée de l'interface. Dans le cas d'une séparation entre deux milieux transparents, t est réel et il n'y a pas de déphasage. Ainsi, pour notre cas d'étude, ϕ_t est nul et nous avons $T = T^*$.

En développant l'équation, nous obtenons :

$$I(\omega, z) = \frac{1}{4}S(\omega) \left[R_{ref}(\omega) + R_{e_1}(\omega) + T^2(\omega)R_{e_2}(\omega)\exp\left(-\frac{8\pi}{\lambda}e\kappa\right) \right] + \frac{1}{2}S(\omega) \left[\sqrt{R_{ref}(\omega)}\sqrt{R_{e_1}(\omega)}\cos(\Delta\varphi(\omega, z) + \phi_1) + \sqrt{R_{ref}(\omega)}T(\omega)\sqrt{R_{e_2}(\omega)}\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\cos(\varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_2(\omega, z) + \phi_2) + \sqrt{R_{e_1}(\omega)}T(\omega)\sqrt{R_{e_2}(\omega)}\exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda}e\kappa\right)\cos(\varphi_1(\omega, z) - \varphi_2(\omega, z) + \phi_3) \right]$$
(B.4)

La conversation de l'énergie totale permet d'écrire au niveau de la surface : $R_{e_1} + T = 1$

Le calcul du signal d'interférences dans le cas d'étude d'un échantillon multicouche nécessite donc de connaître le déphasage introduit par la traversée de la couche à un angle d'incidence donné. Les déphasages sont calculés suivant les notations de la figure suivante :



Figure B-1 Calcul des différences de marche dans une couche transparente pour un angle d'incidence θ_1 .

Pour la différence de marche entre le miroir et la surface, on retrouve la formule bien connue (Dubois et al., 2000) :

$$\delta = (OC) + (CD) - (OI) = \frac{2z}{\cos(\theta_1)} - \sin(\theta_1) \times OD$$

$$\delta = \frac{2z}{\cos(\theta_1)} - 2z \tan(\theta_1) \sin(\theta_1)$$

$$\delta = 2z \cos(\theta_1)$$
(B.5)

177

La différence de marche entre le miroir et la seconde interface est :

$$\delta = (OA) + (AB) + (BJ) - (OC) - (CD) = n \frac{2e}{\cos(\theta_2)} + \sin(\theta_1) \times BD - \frac{2z}{\cos(\theta_1)}$$
$$= \frac{2en}{\cos(\theta_2)} + \sin(\theta_1)(OD - OB) - \frac{2z}{\cos(\theta_1)}$$
$$= \frac{2en}{\cos(\theta_2)} + \sin(\theta_1)(2z\tan(\theta_1) - 2e\tan(\theta_2)) - \frac{2z}{\cos(\theta_1)}$$
$$= \frac{2en}{\cos(\theta_2)} + 2z \frac{\sin^2(\theta_1)}{\cos(\theta_1)} - 2e \frac{\sin(\theta_1)\sin(\theta_2)}{\cos(\theta_2)} - \frac{2z}{\cos(\theta_1)}$$
(B.6)

Or, d'après les lois de Snell-Descartes, $sin(\theta_1) = n sin(\theta_2)$

$$\delta = \frac{2en}{\cos(\theta_2)} \left(1 - \sin^2(\theta_2) \right) + \frac{2z}{\cos(\theta_1)} \left(\sin^2(\theta_1) - 1 \right)$$

$$\delta = 2en\cos(\theta_2) - 2z\cos(\theta_1)$$

(B.7)

Les termes de phases s'écrivent donc :

$$\Delta \varphi(\omega, z) = 2kz \cos(\theta_1)$$

$$\varphi_{ref}(\omega, z) - \varphi_2(\omega, z) = 2kz \cos(\theta_1) - 2ke\eta \cos(\theta_2)$$

$$\varphi_1(\omega, z) - \varphi_2(\omega, z) = -2ke\eta \cos(\theta_2)$$

(B.8)

En sommant sur l'ensemble des longueurs d'ondes présentes dans le spectre, on obtient :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \left\{ \frac{S(\lambda)}{4} \left[R_{ref}(\lambda) + R_{e_1}(\lambda) + (1 - R_{e_1}(\lambda))^2 R_{e_2}(\lambda) \exp\left(-\frac{8\pi}{\lambda} \frac{e\kappa}{\cos(\theta_2)}\right) \right] \right. \\ \left. + \frac{S(\lambda)}{2} \sqrt{R_{ref}(\lambda)} \sqrt{R_{e_1}(\lambda)} \cos(2kz\cos(\theta_1) + \phi_1) \right. \\ \left. + \frac{S(\lambda)}{2} \sqrt{R_{ref}(\lambda)} (1 - R_{e_1}(\lambda)) \sqrt{R_{e_2}(\lambda)} \exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda} \frac{e\kappa}{\cos(\theta_2)}\right) \cos(2kz\cos(\theta_1) - 2ke\eta\cos(\theta_2) + \phi_2) \right. \\ \left. + \frac{S(\lambda)}{2} \sqrt{R_{e_1}(\lambda)} (1 - R_{e_1}(\lambda)) \sqrt{R_{e_2}(\lambda)} \exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda} \frac{e\kappa}{\cos(\theta_2)}\right) \cos(-2ke\eta\cos(\theta_2) + \phi_3) \right\} d\lambda$$

$$(B.9)$$

Pour le calcul exact du signal d'interférences, il faut sommer sur l'ensemble de l'ouverture angulaire de l'objectif. La première interface est éclairée par un cône de faisceaux dont l'incidence maximale est $\theta_{max} = \arcsin(ON)$. En raison du phénomène de réfraction, la deuxième interface est éclairée avec une incidence maximale $\theta'_{max} = \arcsin(1/n\sin(\theta_{max}))$. Donc, en supprimant les termes constants (indépendants de z) et en notant $I_1(\lambda, z, \theta)$ et $I_2(\lambda, z, \theta)$ les interférogrammes liés aux interfaces 1 et 2, on obtient :

$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \int_{0}^{\theta_{\max}} \left\{ I_1(\lambda, z, \theta) \cos(\theta) \sin(\theta) + I_2(\lambda, z, \theta) \cos\left[\arcsin\left(\frac{\sin\theta}{n}\right) \right] \sin\left[\arcsin\left(\frac{\sin\theta}{n}\right) \right] \right\} d\theta d\lambda$$
(B.10)

Le changement de variable suivant est effectué :

$$\theta' \leftrightarrow \arcsin\left(\frac{1}{n}\sin(\theta)\right) \qquad d\theta \leftrightarrow \frac{n\cos(\theta')}{\sqrt{1 - n^2\sin^2(\theta')}}d\theta' \tag{B.11}$$
$$I(z) = \int_{0}^{+\infty} \left[\int_{0}^{\theta_{\max}} I_1(z,\lambda,\theta)\cos(\theta)\sin(\theta)d\theta + \int_{0}^{\theta'_{\max}} I_2(z,\lambda,\theta')\frac{n\cos^2(\theta')\sin(\theta')}{\sqrt{1 - n^2\sin^2(\theta')}}d\theta'\right]d\lambda \tag{B.12}$$

où :

$$\theta' = \arcsin(1/n\sin(\theta))$$

$$I_{1}(z,\lambda,\theta) = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)} \sqrt{R_{e_{1}}(\lambda)} \cos(2kz\cos(\theta) + \phi_{1})$$

$$I_{2}(z,\lambda,\theta') = \pi S(\lambda) \sqrt{R_{ref}(\lambda)} (1 - R_{e_{1}}(\lambda)) \sqrt{R_{e_{2}}(\lambda)} \exp\left(-\frac{4\pi}{\lambda} \frac{e\kappa}{\cos(\theta')}\right)$$

$$\cos(2kz\cos(\theta) - 2ke\eta\cos(\theta') + \phi_{2})$$
(B.13)

Annexe C Génération des variables aléatoires $\{\alpha_i\}$ à l'aide de la méthode du rejet

Généralement, afin de simuler une variable aléatoire réelle suivant une loi de probabilité donnée, il suffit d'inverser la fonction de répartition liée à ladite loi. Il s'agit de la méthode de la transformée inverse qui est utilisée pour générer les variables $\{d_i\}$ dans la partie 2.1.3.2.2. Lorsque la fonction de répartition est trop compliquée ou qu'elle est impossible à inverser, la méthode du rejet est alors utilisée puisqu'elle permet de simuler des variables aléatoires sans connaître la fonction de répartition de la loi de probabilité.

Dans notre cas, nous cherchons à simuler la variable aléatoire α qui suit la loi de densité p_{HG} :

$$p_{HG}(\theta) = \frac{1}{4\pi} \frac{1 - g^2}{\left(1 + g^2 - 2g\cos\theta\right)^{3/2}}$$
(C.1)

Bien qu'il soit possible de calculer la fonction de répartition de cette densité, puis de l'inverser, nous n'utilisons pas cette méthode car cela génèrerait uniquement des angles compris entre 0 et π à cause de la fonction arc cosinus. En effet, le cosinus de l'angle de diffusion donné par la fonction d'HG se simule par (Hanrahan and Krueger, 1993) :

$$\cos \alpha = \frac{1}{|2g|} \left[1 + g^2 - \left(\frac{1 - g^2}{1 - g + 2gr} \right)^2 \right] r \sim U([0, 1])$$
(C.2)

L'intensité diffusée par une particule est symétrique par rapport à la direction $\alpha = 0$, cette méthode est donc suffisante lorsque seule la valeur de l'intensité diffusée est recherchée. Dans notre cas, une diffusion dans la direction + α ou dans la direction - α n'aura pas la même incidence sur la phase. Il est donc nécessaire de distinguer les angles de diffusion positifs des angles négatifs, justifiant l'utilisation d'angles orientés.

L'idée de la méthode du rejet est de simuler une variable aléatoire de densité f en utilisant une variable aléatoire auxiliaire que l'on sait simplement simuler. Le théorème repose sur l'hypothèse qu'il existe une densité de probabilité h et une constante positive M tel que :

$$\exists M \in \mathbb{R}_+ / \forall x, \ f(x) \le Mh(x) \tag{C.3}$$

où h représente la densité de la v.a. que l'on sait simuler. L'algorithme permettant d'obtenir les variables aléatoires de densité f est résumé ci-après :

- 1) on tire une v.a. X suivant la loi de h à l'aide de la méthode de la transformée inverse : $X = H^{-1}(Z)$ avec $Z \sim U([0,1])$
- 2) on tire une variable aléatoire Y qui suit la loi uniforme U([0, Mh(X)]) : Y = Mh(X)U avec $U \sim U([0,1])$
- 3) si $Y \le f(X)$ on garde X

4) sinon on tire un nouveau couple de variables (X, Y) jusqu'à ce que la condition soit vérifiée.

Les variables X conservées suivent alors la loi de densité f que l'on cherche à simuler.

L'objectif était d'utiliser cet algorithme afin d'obtenir la distribution des angles de diffusion { α_i } dans l'intervalle [- π,π] pour une fonction de phase donnée. La première étape était de trouver une densité de probabilité et une constante satisfaisant l'Eq. C.3. De plus, la densité d'HG étant paramétrée par le facteur d'anisotropie g, la densité majorante se devait de toujours vérifier l'Eq. C.3 quelle que soit la valeur du facteur d'anisotropie. Bien évidemment, il est toujours possible de choisir la densité de la loi uniforme sur [- π,π], puis de sélectionner la constante $M = 2\pi \max_{\alpha \in [-\pi,\pi]} p_{HG}(\alpha)$ comme illustré sur la figure. Cependant, plus la valeur du facteur g sera grande, plus la zone de rejet sera importante, ce qui augmentera de manière considérable le temps de calcul avant d'obtenir un couple de v.a. satisfaisant la condition 3) de l'algorithme. Nous avons finalement opté pour la densité de la loi de Cauchy (Eq. C.4) qui permet de majorer la densité d'HG quelle que soit la valeur de g tout en limitant la taille de la zone de rejet.

$$p_C(\alpha;a) = \frac{1}{\pi} \frac{a}{\alpha^2 + a^2}; \ M = \frac{\max_{\alpha \in [-\pi,\pi]} p_{HG}(\alpha)}{\max_{\alpha \in [-\pi,\pi]} p_C(\alpha)}$$
(C.4)

Les variables aléatoires X et Y sont tirées de la manière suivante :

$$X = a \tan\left[\pi\left(r - \frac{1}{2}\right)\right] \qquad r \sim U([0,1])$$

$$Y = M \frac{a}{\pi\left(X^2 + a^2\right)} u \qquad u \sim U([0,1])$$
(C.5)

où le paramètre a est relié au facteur d'anisotropie g de façon à limiter la zone de rejet.

Table C-1Correspondance entre les valeurs des paramètres a et g pour la majoration de la densité d'HG
par la densité de Cauchy.

g	$0,1 \le g$	$0,2 \le g$	$0,3 \le g$	$0,4 \le g$	$0,5 \le g$	$0,6 \le g$	$0,7 \le g$	$0,8 \le g$	$0,9 \le g$
а	35 <i>g</i>	11 <i>g</i>	5 <i>g</i>	2,5 <i>g</i>	1,25 <i>g</i>	0,75 <i>g</i>	0,45 <i>g</i>	0,25 <i>g</i>	0,1 <i>g</i>



Figure C-1 Majoration de la densité d'HG par la densité uniforme et par la densité de Cauchy pour les cas (a) g = 0,2, (b) g = 0,9. Les zones de rejet sont représentées par les zones colorées en rouge (cas de la densité uniforme) et en bleu (cas de la densité de Cauchy). La zone d'acceptance est en blanc.

Annexe D Correction du décalage des plans de cohérence et de focalisation en configuration Linnik

Lorsque l'on étudie un échantillon en profondeur, les plans de focalisation (plan où l'image est nette) et de cohérence (plan où la différence de marche est nulle) se décalent l'un par rapport à l'autre. Ceci est dû à l'indice optique de l'échantillon qui est différent de celui du milieu environnant. En effet, une partie du chemin optique dans « l'air » est remplacée par le chemin optique dans l'échantillon.

Les notations sont :

- d est la distance initiale entre le cube séparateur et la surface de l'échantillon (égale à la distance cube séparateur-miroir de référence). Les plans de focalisation et de cohérence sont donc initialement superposés au niveau de la surface.
- n et n' sont respectivement les indices de réfraction du milieu environnant et de l'échantillon.
- *z* est la hauteur dont on élève l'échantillon.



Figure D-1 Décalage des plans de cohérence et de focalisation (en rouge) lors de l'étude d'un échantillon en profondeur. Les plans ne coïncident plus : ceci est à l'origine d'une perte de contraste du signal interférométrique.

Démonstration :

- Plan de cohérence

Les franges apparaissent lorsque les chemins optiques dans les deux bras sont égaux, soit : $\delta_1 = \delta_2 = d.n.$

Soit X la profondeur à laquelle se situe le plan de cohérence (à partir de la surface). On obtient :

$$d \times n = (d - z) \times n + X \times n' \tag{D.1}$$

D'où :

$$X = z \frac{n}{n'} \tag{D.2}$$

Plan de focalisation

On utilise la loi de réfraction de Descartes et on se place dans l'approximation paraxiale :

$$n\sin(i) = n'\sin(r)$$
 et $\tan(\alpha) \sim \sin(\alpha)$ (D.3)



On cherche *X* qui correspond à la position du plan de focalisation :

$$\sin(\theta_i) \sim \tan(\theta_i) = \frac{x}{z} \quad \text{et} \quad \sin(\theta_r) \simeq \frac{x}{X}$$
$$n\sin(\theta_i) = n'\sin(\theta_r) \Leftrightarrow n\frac{x}{z} = n'\frac{x}{X}$$
$$n'$$

Figure D-2 Recherche de la position du plan de focalisation

Pour améliorer le contraste du signal, il est donc nécessaire de superposer les plans de cohérence et de focalisation.

X =

Si la structure étudiée se situe à une profondeur z, deux options sont envisageables pour superposer les deux plans à cette position précise :

- en focalisant dans un premier temps à la position z en élevant l'échantillon de zn/n', puis en jouant sur le bras de référence,
- en élevant l'échantillon de z n'/n pour positionner le plan de cohérence à la profondeur z, puis en déplaçant l'objectif du bras objet.

Modification du bras de référence :



Figure D-3 Allongement du bras de référence pour faire coïncider le plan de cohérence avec le plan de focalisation.

Pour savoir de quelle distance X il faut déplacer l'ensemble {objectif + miroir}, on raisonne sur l'égalité des chemins optiques :

$$\begin{pmatrix} d - z \frac{n}{n'} \end{pmatrix} \times n + z \times n' = (d + X) \times n$$

$$X = \frac{1}{n} \begin{pmatrix} n' - \frac{n^2}{n'} \end{pmatrix} z$$

$$X = z \begin{pmatrix} \frac{n'}{n} - \frac{n}{n'} \end{pmatrix}$$
(D.4)

En déplaçant l'ensemble {objectif + miroir} de X, on fait alors coïncider les deux plans à la position z de la structure étudiée.

Modification du bras objet

Cette fois, l'échantillon a été élevé de telle sorte que ce soit le plan de cohérence qui coïncide avec la position de la structure.



Figure D-4 Modification du bras objet pour faire coïncider le plan de focalisation avec le plan de cohérence.

On cherche à calculer comment est décalé le plan de focalisation en fonction du décalage X introduit :





$$\frac{n'^2}{n^2}z - b = X\frac{n'}{n}\frac{a-c}{a-c}$$

Et donc :

$$x = \frac{n'}{n}X$$
 (D.5)

On cherche à faire coïncider la focalisation avec le plan de cohérence situé à z en-dessous de la surface de l'échantillon.

$$\frac{{n'}^2}{n^2}z - \frac{n'}{n}X = z (D.6)$$

Ce qui donne :

$$X = z \left(\frac{n'}{n} - \frac{n}{n'}\right) \tag{D.7}$$

En élevant l'objectif du bras objet de X, on fait alors coïncider les deux plans à la position z de la structure étudiée.

Références bibliographiques

Adler, D.C., Ko, T.H., Herz, P.R., and Fujimoto, J.G. (2004). Optical coherence tomography contrast enhancement using spectroscopic analysis with spectral autocorrelation. Opt. Express *12*.

Akhremitchev, B.B., Sun, Y., Stebounova, L., and Walker, G.C. (2002). Monolayer-Sensitive Infrared Imaging of DNA Stripes Using Apertureless Near-Field Microscopy. Langmuir *18*, 5325–5328.

Amarie, S., Ganz, T., and Keilmann, F. (2009). Mid-infrared near-field spectroscopy. Opt. Express 17, 2174–21801.

Amarie, S., Zaslansky, P., Kajihara, Y., Griesshaber, E., Schmahl, W.W., and Keilmann, F. (2012). Nano-FTIR chemical mapping of minerals in biological materials. Beilstein J. Nanotechnol. *3*, 312–323.

Amenabar, I., Poly, S., Nuansing, W., Hubrich, E.H., Govyadinov, A.A., Huth, F., Krutokhvostov, R., Zhang, L., Knez, M., Heberle, J., et al. (2013). Structural analysis and mapping of individual protein complexes by infrared nanospectroscopy. Nat. Commun. *4*, 2890.

Askoura, M.L., Vaudelle, F., and L'Huillier, J.-P. (2016). Multispectral measurement of scatteringangular light distribution in apple skin and flesh samples. Appl. Opt. 55, 9217.

Ayers, F., Grant, A., Kuo, D., Cuccia, D.J., and Durkin, A.J. (2008). Fabrication and characterization of silicone-based tissue phantoms with tunable optical properties in the visible and near infrared domain. In Proc SPIE, The International Society for Optical Engineering, pp. 687007–687009.

Badireddy, A.R., Wiesner, M.R., and Liu, J. (2012). Detection, Characterization, and Abundance of Engineered Nanoparticles in Complex Waters by Hyperspectral Imagery with Enhanced Darkfield Microscopy. Environ. Sci. Technol. *46*, 10081–10088.

Bashkatov, A.N., Genina, E.A., Kochubey, V.I., and Tuchin, V.V. (2005). Optical properties of human skin, subcutaneous and mucous tissues in the wavelength range from 400 to 2000 nm. J. Phys. Appl. Phys. *38*, 2543–2555.

Bashkatov, A.N., Genina, E.A., and Tuchin, V.V. (2011). Optical properties of skin, subcutaneous, and muscle tissues: a review. J. Innov. Opt. Health Sci. 04, 9–38.

Beadie, G., Brindza, M., Flynn, R.A., Rosenberg, A., and Shirk, J.S. (2015). Refractive index measurements of poly(methyl methacrylate) (PMMA) from 04–16 µm. Appl. Opt. 54, F139.

Beaurepaire, E., Boccara, A.C., Lebec, M., Blanchot, L., and Saint-Jalmes, H. (1998). Full-field optical coherence microscopy. Opt. Lett. 23, 244–246.

Betzig, E., and Trautman, J.K. (1992). Near-Field Optics: Microscopy, Spectroscopy, and Surface Modification Beyond the Diffraction Limit. Science 257.

Biegen, J.F. (1989). Calibration requirements for Mirau and Linnik microscope interferometers. Appl. Opt. 28, 1972–1974.

Biegen, J.F. (1994). Determination of the phase change on reflection from two-beam interference. Opt. Lett. 19, 1690–1692.

de Boer, J.F., Cense, B., Park, B.H., Pierce, M.C., Tearney, G.J., and Bouma, B.E. (2003). Improved signal-to-noise ratio in spectral-domain compared with time-domain optical coherence tomography. Opt. Lett. 28, 2067.

Bohren, C.F., and Huffman, D.R. (2008). Absorption and Scattering of Light by Small Particles (John Wiley & Sons).

Bordier, C. (2007). Diffusion de la lumière par des tissus biologiques : Etude expérimentale et modélisation par l'équation de transfert radiatif vectorielle. Thèse. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.

Born, M., and Wolf, E. (1999). Partially coherent light. In Principles of Optics, (Cambridge University Press), pp. 595–599.

Born, M., and Wolf, E. (2013). Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light (Elsevier).

Brehm, M., Taubner, T., Hillenbrand, R., and Keilmann, F. (2006). Infrared Spectroscopic Mapping of Single Nanoparticles and Viruses at Nanoscale Resolution. Nano Lett. *6*, 1307–1310.

Caber, P.J. (1993). Interferometric profiler for rough surfaces. Appl. Opt. 32, 3438–3441.

Centurioni, E. (2005). Generalized matrix method for calculation of internal light energy flux in mixed coherent and incoherent multilayers. Appl. Opt. *44*, 7532–7539.

Chinn, S.R., Swanson, E.A., and Fujimoto, J.G. (1997). Optical coherence tomography using a frequency-tunable optical source. Opt. Lett. 22, 340.

Choi, J., Kim, T.H., Kong, H.J., and Lee, J.U. (2006). Zoom lens design for a novel imaging spectrometer that controls spatial and spectral resolution individually. Appl. Opt. 45, 3430–3441.

Choma, M.A., Sarunic, M.V., Yang, C., and Izatt, J.A. (2003). Sensitivity advantage of swept source and Fourier domain optical coherence tomography. Opt. Express *11*, 2183–2189.

Cornette, W.M., and Shanks, J.G. (1992). Physically reasonable analytic expression for the single-scattering phase function. Appl. Opt. *31*, 3152–3160.

Creath, K. (1988). V Phase-Measurement Interferometry Techniques. In Progress in Optics, E. Wolf, ed. (Elsevier), pp. 349–393.

Dalimier, E., Bruhat, A., Grieve, K., Harms, F., Martins, F., and Boccara, C. (2014). High resolution in-vivo imaging of skin with full field optical coherence tomography. In SPIE BiOS, (International Society for Optics and Photonics), p. 89260P–89260P.

Deirmendjian, D. (1963). Tables of Mie scattering cross sections and amplitudes.

Deutsch, B., Hillenbrand, R., and Novotny, L. (2008). Near-field amplitude and phase recovery using phase-shifting interferometry. Opt. Express *16*, 494–501.

Dong, J., and Lu, R. (2012). Sensitivity analysis of thin-film thickness measurement by vertical scanning white-light interferometry. Appl. Opt. 51, 5668–5675.

Dubois, A. (2004). Effects of phase change on reflection in phase-measuring interference microscopy. Appl. Opt. *43*, 1503–1507.

Dubois, A., Selb, J., Vabre, L., and Boccara, A.-C. (2000). Phase measurements with wide-aperture interferometers. Appl. Opt. 39.

Dubois, A., Vabre, L., Boccara, A.-C., and Beaurepaire, E. (2002). High-Resolution Full-Field Optical Coherence Tomography with a Linnik Microscope. Appl. Opt. *41*, 805.

Dubois, A., Grieve, K., Moneron, G., Lecaque, R., Vabre, L., and Boccara, C. (2004). Ultrahigh-Resolution Full-Field Optical Coherence Tomography. Appl. Opt. 43, 2874.

Dubois, A., Moneron, G., and Boccara, C. (2006). Thermal-light full-field optical coherence tomography in the 1.2µm wavelength region. Opt. Commun. *266*, 738–743.

Dubois, A., Moreau, J., and Boccara, C. (2008). Spectroscopic ultrahigh-resolution full-field optical coherence microscopy. Opt. Express *16*, 17082–17091.

Fauver, M., Seibel, E., Rahn, J.R., Meyer, M., Patten, F., Neumann, T., and Nelson, A. (2005). Threedimensional imaging of single isolated cell nuclei using optical projection tomography. Opt. Express *13*, 4210–4223.

Federici, A., and Dubois, A. (2015). Full-field optical coherence microscopy with optimized ultrahigh spatial resolution. Opt. Lett. *40*, 5347.

Federici, A., Gutierrez da Costa, H.S., Ogien, J., Ellerbee, A.K., and Dubois, A. (2015). Wide-field, full-field optical coherence microscopy for high-axial-resolution phase and amplitude imaging. Appl. Opt. *54*, 8212.

Feldchtein, F.I., Gelikonov, G.V., Gelikonov, V.M., Iksanov, R.R., Kuranov, R.V., Sergeev, A.M., Gladkova, N.D., Ourutina, M.N., Warren, J.A., and Reitze, D.H. (1998). In vivo OCT imaging of hard and soft tissue of the oral cavity. Opt. Express *3*, 239.

Fercher, A.F., Hitzenberger, C.K., Kamp, G., and El-Zaiat, S.Y. (1995). Measurement of intraocular distances by backscattering spectral interferometry. Opt. Commun. *117*, 43–48.

Fercher, A.F., Drexler, W., Hitzenberger, C.K., and Lasser, T. (2003). Optical coherence tomography - principles and applications. Rep. Prog. Phys. *66*, 239.

Fleming, C.P., Eckert, J., Halpern, E.F., Gardecki, J.A., and Tearney, G.J. (2013). Depth resolved detection of lipid using spectroscopic optical coherence tomography. Biomed. Opt. Express 4, 1269.

Françon, M. (1970). Vibrations lumineuses. Optique cohérente (Paris).

Fujimoto, J.G. (2001). Optical coherence tomography. Comptes Rendus Académie Sci. - Ser. IV - Phys. 2, 1099–1111.

Fujimoto, J.G., Boppart, S.A., Tearney, G.J., Bouma, B.E., Pitris, C., and Brezinski, M.E. (1999). High resolution in vivo intra-arterial imaging with optical coherence tomography. Heart *82*, 128–133.

Gianto, G., Salzenstein, F., and Montgomery, P. (2016a). Comparison of envelope detection techniques in coherence scanning interferometry. Appl. Opt. 55, 6763–6774.

Gianto, G., Montgomery, P., Salzenstein, F., and Leong-Hoï, A. (2016b). Study of robustness of 2D fringe processing in coherence scanning interferometry for the characterization of a transparent

polymer film. In 2016 International Conference on Instrumentation, Control and Automation (ICA), pp. 60-65.

Green, M.A. (2008). Self-consistent optical parameters of intrinsic silicon at 300K including temperature coefficients. Sol. Energy Mater. Sol. Cells *92*, 1305–1310.

Grieve, K., Dubois, A., Simonutti, M., Paques, M., Sahel, J., Le Gargasson, J.-F., and Boccara, C. (2005). In vivo anterior segment imaging in the rat eye with high speed white light full-field optical coherence tomography. Opt. Express *13*, 6286.

Groot, P. de, and Deck, L. (1993). Three-dimensional imaging by sub-Nyquist sampling of white-light interferograms. Opt. Lett. *18*, 1462–1464.

Groot, P. de, and Deck, L. (1995). Surface Profiling by Analysis of White-light Interferograms in the Spatial Frequency Domain. J. Mod. Opt. *42*, 389–401.

de Groot, P.J. (2015). 31 Interference Microscopy for Surface Structure Analysis. Handb. Opt. Metrol. Pinciples Appl.

de Groot, P., and de Lega, X.C. (2004). Signal modeling for low-coherence height-scanning interference microscopy. Appl. Opt. 43, 4821–4830.

Grulkowski, I., Gora, M., Szkulmowski, M., Gorczynska, I., Szlag, D., Marcos, S., Kowalczyk, A., and Wojtkowski, M. (2009). Anterior segment imaging with Spectral OCT system using a high-speed CMOS camera. Opt. Express *17*, 4842.

Guo, T., Wu, J., Ni, L., Fu, X., and Hu, X. (2016). Initial estimation of thin film thickness measurement based on white light spectral interferometry. Thin Solid Films *612*, 267–273.

Hall, G., Jacques, S.L., Eliceiri, K.W., and Campagnola, P.J. (2012). Goniometric measurements of thick tissue using Monte Carlo simulations to obtain the single scattering anisotropy coefficient. Biomed. Opt. Express *3*, 2707–2719.

Halter, E., Montgomery, P., Montaner, D., Barillon, R., Del Nero, M., Galindo, C., and Georg, S. (2010). Characterization of inhomogeneous colloidal layers using adapted coherence probe microscopy. Appl. Surf. Sci. *256*, 6144–6152.

Hanrahan, P., and Krueger, W. (1993). Reflection from Layered Surfaces Due to Subsurface Scattering. In Proceedings of the 20th Annual Conference on Computer Graphics and Interactive Techniques, (New York, NY, USA: ACM), pp. 165–174.

Hariharan, P., Oreb, B.F., and Eiju, T. (1987). Digital phase-shifting interferometry: a simple error-compensating phase calculation algorithm. Appl. Opt. *26*, 2504–2506.

Healey, G.E., and Kondepudy, R. (1994). Radiometric CCD camera calibration and noise estimation. IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell. *16*, 267–276.

Hecht, E. (2002). Optics (Addison-Wesley).

Hee, M.R., Puliafito, C.A., Wong, C., Duker, J.S., Reichel, E., Schuman, J.S., Swanson, E.A., and Fujimoto, J.G. (1995). Optical Coherence Tomography of Macular Holes. Ophthalmology *102*, 748–756.

Henry, M. (1982). Optique ondulatoire: Interférences. Diffraction. Polarisation. Tech. Ing. Sci. Fondam. AF3, A191-1.

Hermann, B., Bizheva, K., Unterhuber, A., Povazay, B., Sattmann, H., Schmetterer, L., Fercher, A., and Drexler, W. (2004). Precision of extracting absorption profiles from weakly scattering media with spectroscopic time-domain optical coherence tomography. Opt. Express *12*.

Hode, L. Microsoft Word - Penetration of light in tissue.doc - Penetration.pdf.

Huang, D., Swanson, E.A., Lin, C.P., Schuman, J.S., Stinson, W.G., Chang, W., Hee, M.R., Flotte, T., Gregory, K., Puliafito, C.A., et al. (1991). Optical Coherence Tomography. Science 254, 1178–1181.

Hughes, C., Henderson, A., Kansiz, M., Dorling, K.M., Jimenez-Hernandez, M., Brown, M.D., Clarke, N.W., and Gardner, P. (2015). Enhanced FTIR bench-top imaging of single biological cells. The Analyst *140*, 2080–2085.

Huth, F., Govyadinov, A., Amarie, S., Nuansing, W., Keilmann, F., and Hillenbrand, R. (2012). Nano-FTIR Absorption Spectroscopy of Molecular Fingerprints at 20 nm Spatial Resolution. Nano Lett. *12*, 3973–3978.

Ishigure, T., Nihei, E., and Koike, Y. (1996). Optimum refractive-index profile of the graded-index polymer optical fiber, toward gigabit data links. Appl. Opt. *35*, 2048–2053.

Izatt, J.A., Swanson, E.A., Fujimoto, J.G., Hee, M.R., and Owen, G.M. (1994). Optical coherence microscopy in scattering media. Opt. Lett. 19, 590–592.

Jellison, G.E. (1992). Optical functions of silicon determined by two-channel polarization modulation ellipsometry. Opt. Mater. *1*, 41–47.

Ji, Y., Jianmin, G., and Xu, L. (2009). Analyzing absorption and scattering spectra of micro-scale structures with spectroscopic optical coherence tomography. Opt. Express 17.

Jo, T., Kim, K., Kim, S., and Pahk, H. (2014). Thickness and Surface Measurement of Transparent Thin-Film Layers using White Light Scanning Interferometry Combined with Reflectometry. J. Opt. Soc. Korea *18*, 236–243.

Kanseri, B., Bisht, N., and Kandpal, H. (2007). Observation of the Fresnel and Arago laws using the Mach-Zehnder interferometer. Am. J. Phys. *76*, 39–42.

Katsidis, C.C., and Siapkas, D.I. (2002). General transfer-matrix method for optical multilayer systems with coherent, partially coherent, and incoherent interference. Appl. Opt. *41*, 3978–3987.

Kim, S.-W., and Kim, G.-H. (1999). Thickness-profile measurement of transparent thin-film layers by white-light scanning interferometry. Appl. Opt. *38*, 5968–5973.

Kim, S.W., and Kim, G.H. (2003). Method for measuring a thickness profile and a refractive index using white-light scanning interferometry and recording medium therefor. Brevet. US 6545763 B1.

Kirschner, J. (1977). On the influence of backscattered electrons on the lateral resolution in scanning auger microscopy. Appl. Phys. 14, 351–354.

Ko, D.Y.K., and Sambles, J.R. (1988). Scattering matrix method for propagation of radiation in stratified media: attenuated total reflection studies of liquid crystals. JOSA A *5*, 1863–1866.

Krenz, P.M., Olmon, R.L., Lail, B.A., Raschke, M.B., and Boreman, G.D. (2010). Near-field measurement of infrared coplanar strip transmission line attenuation and propagation constants. Opt. Express *18*, 21678–21686.
Labiau, S., David, G., Gigan, S., and Boccara, A.C. (2009). Defocus test and defocus correction in full-field optical coherence tomography. Opt. Lett. *34*, 1576–1578.

Larkin, K.G. (1996). Efficient nonlinear algorithm for envelope detection in white light interferometry. JOSA A 13, 832–843.

Larsson, M., Nilsson, H., and Strömberg, T. (2003). In vivo determination of local skin optical properties and photon path length by use of spatially resolved diffuse reflectance with applications in laser Doppler flowmetry. Appl. Opt. *42*, 124–134.

Latour, G., Moreau, J., Elias, M., and Frigerio, J.-M. (2010). Micro-spectrometry in the visible range with full-field optical coherence tomography for single absorbing layers. Opt. Commun. *283*, 4810–4815.

Leavesley, S.J., Annamdevula, N., Boni, J., Stocker, S., Grant, K., Troyanovsky, B., Rich, T.C., and Alvarez, D.F. (2012). HyperSpectral imaging microscopy for identification and quantitative analysis of fluorescently-labeled cells in highly autofluorescent tissue. J. Biophotonics *5*, 67–84.

Lee, B.S., and Strand, T.C. (1990). Profilometry with a coherence scanning microscope. Appl. Opt. 29, 3784–3788.

Leitgeb, R., Wojtkowski, M., Kowalczyk, A., Hitzenberger, C.K., Sticker, M., and Fercher, A.F. (2000). Spectral measurement of absorption by spectroscopic frequency-domain optical coherence tomography. Opt. Lett. *25*, 820–822.

Leitgeb, R., Hitzenberger, C., and Fercher, A. (2003). Performance of fourier domain vs time domain optical coherence tomography. Opt. Express *11*, 889.

Leitgeb, R.A., Drexler, W., Unterhuber, A., Hermann, B., Bajraszewski, T., Le, T., Stingl, A., and Fercher, A.F. (2004). Ultrahigh resolution Fourier domain optical coherence tomography. Opt. Express *12*, 2156.

Leong-Hoi, A., Montgomery, P.C., Serio, B., Twardowski, P., and Uhring, W. (2016). High-dynamicrange microscope imaging based on exposure bracketing in full-field optical coherence tomography. Opt. Lett. *41*, 1313.

Leong-Hoï, A., Claveau, R., Montgomery, P.C., Serio, B., Uhring, W., Anstotz, F., and Flury, M. (2016). High-resolution full-field optical coherence tomography using high-dynamic range image processing. p. 98900E–98900E–11.

Li, M.-C., Wan, D.-S., and Lee, C.-C. (2012a). Application of white-light scanning interferometer on transparent thin-film measurement. Appl. Opt. *51*, 8579–8586.

Li, Y.L., Seekell, K., Yuan, H., Robles, F.E., and Wax, A. (2012b). Multispectral nanoparticle contrast agents for true-color spectroscopic optical coherence tomography. Biomed. Opt. Express *3*, 1914–1923.

Liang, H., Cid, M.G., Cucu, R.G., Dobre, G.M., Podoleanu, A.G., Pedro, J., and Saunders, D. (2005). En-face optical coherence tomography - a novel application of non-invasive imaging to art conservation. Opt. Express *13*, 6133.

Liu, X., Zhang, K., Huang, Y., and Kang, J.U. (2011). Spectroscopic-speckle variance OCT for microvasculature detection and analysis. Biomed. Opt. Express *2*, 2995–3009.

Liu, Y., Li, X., Kim, Y.L., and Backman, V. (2005). Elastic backscattering spectroscopic microscopy. Opt. Lett. *30*, 2445–2447.

Lukas, J., Fridrich, J., and Goljan, M. (2006). Digital camera identification from sensor pattern noise. IEEE Trans. Inf. Forensics Secur. *1*, 205–214.

Magnain, C., Elias, M., and Frigerio, J.-M. (2007). Skin color modeling using the radiative transfer equation solved by the auxiliary function method. JOSA A 24, 2196–2205.

Matthews, T.E., Medina, M., Maher, J.R., Levinson, H., Brown, W.J., and Wax, A. (2014). Deep tissue imaging using spectroscopic analysis of multiply scattered light. Optica 1, 105.

Mätzler, C. (2002). MATLAB functions for Mie scattering and absorption, version 2. IAP Res Rep 8, 1–24.

Michel, R., Fordham, J., and Kawakami, H. (1997). Fixed pattern noise in high-resolution, CCD readout photon-counting detectors. Mon. Not. R. Astron. Soc. 292, 611–620.

Mie, G. (1908). Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen. Ann. Phys. 330, 377–445.

Mishchenko, M.I., Travis, L.D., and Lacis, A.A. (2002). Scattering, Absorption, and Emission of Light by Small Particles (Cambridge University Press).

Mitsas, C.L., and Siapkas, D.I. (1995). Generalized matrix method for analysis of coherent and incoherent reflectance and transmittance of multilayer structures with rough surfaces, interfaces, and finite substrates. Appl. Opt. *34*, 1678–1683.

Moneron, G., Boccara, A.C., and Dubois, A. (2005). Stroboscopic ultrahigh-resolution full-field optical coherence tomography. Opt. Lett. *30*, 1351–1353.

Moneron, G., Boccara, A.-C., and Dubois, A. (2007). Polarization-sensitive full-field optical coherence tomography. Opt. Lett. *32*, 2058.

Montaner D, Montgomery P.C, Pramatarova L, and Pecheva E (2008). Analyses locales de couches épaisses complexes par modélisation de la sonde optique en microscopie interférométrique. (Orléans), p.

Montgomery, P.C., and Fillard, J.-P. (1993). Peak fringe scanning microscopy: submicron 3D measurement of semiconductor components. (International Society for Optics and Photonics), pp. 12–24.

Montgomery, P.C., and Leong-Hoi, A. (2015). Emerging optical nanoscopy techniques. Nanotechnol. Sci. Appl. 31.

Montgomery, P.C., and Montaner, D. (1999). Deep submicron 3D surface metrology for 300 mm wafer characterization using UV coherence microscopy. Microelectron. Eng. 45, 291–297.

Montgomery, P., Montaner, D., Manzardo, O., Flury, M., and Herzig, H. (2004). The metrology of a miniature FT spectrometer MOEMS device using white light scanning interference microscopy. Thin Solid Films *450*, 79–83.

Montgomery, P., Anstotz, F., Johnson, G., and Kiefer, R. (2008). Real time surface morphology analysis of semiconductor materials and devices using 4D interference microscopy. J. Mater. Sci. Mater. Electron. *19*, 194–198.

Montgomery, P., Salzenstein, F., Montaner, D., Anstotz, F., Serio, B., and Pfeiffer, P. (2013a). Application d'opérateurs d'énergie Teager-Kaiser en interférométrie en lumière blanche pour la mesure de rugosité. (Orléans: Société Française d'Optique (Eds.)), p.

Montgomery, P.C., Fillard, J.-P., Tchandjou, N., and Ardisasmita, S.M. (1991). Three-dimensional nanoprofiling of semiconductor surfaces. (International Society for Optics and Photonics), pp. 515–525.

Montgomery, P.C., Fillard, J.-P., and Artzner, G.E. (1993). Verification of the form of microlens arrays for atmospheric wavefront sensors using phase-stepping microscopy. (International Society for Optics and Photonics), pp. 76–85.

Montgomery, P.C., Montaner, D., and Salzenstein, F. (2012). Tomographic analysis of medium thickness transparent layers using white light scanning interferometry and XZ fringe image processing. In SPIE Photonics Europe, (International Society for Optics and Photonics), pp. 843014-843014–843019.

Montgomery, P.C., Serio, B., Anstotz, F., and Montaner, D. (2013b). Far field optical nanoscopy: How far can you go in nanometric characterization without resolving all the details? Appl. Surf. Sci. 281, 89–95.

Montgomery, P.C., Salzenstein, F., Montaner, D., Serio, B., and Pfeiffer, P. (2013c). Implementation of a fringe visibility based algorithm in coherence scanning interferometry for surface roughness measurement. (International Society for Optics and Photonics), p. 87883G.

Mookherjea, S., and Grant, H.R. (2012). High dynamic range microscope infrared imaging of silicon nanophotonic devices. Opt. Lett. *37*, 4705.

Moreno, C., Alda, J., Kinzel, E., and Boreman, G. (2017). Phase imaging and detection in pseudoheterodyne scattering scanning near-field optical microscopy measurements. Appl. Opt. 56, 1037– 1045.

Morgner, U., Drexler, W., Kärtner, F.X., Li, X.D., Pitris, C., Ippen, E.P., and Fujimoto, J.G. (2000). Spectroscopic optical coherence tomography. Opt. Lett. 25, 111.

Morin, A. (2012). Tomographie par cohérence optique spectroscopique en plein champ : application à l'analyse des pigments des couches picturales. Thèse. Pierre et Marie Curie.

Morin, A., and Frigerio, J.-M. (2012). Aperture effect correction in spectroscopic full-field optical coherence tomography. Appl. Opt. 51, 3431–3438.

Mujat, M., Dogariu, A., and Wolf, E. (2004). A law of interference of electromagnetic beams of any state of coherence and polarization and the Fresnel–Arago interference laws. JOSA A *21*, 2414–2417.

Mullikin, J.C., van Vliet, L.J., Netten, H., Boddeke, F.R., van der Feltz, G., and Young, I.T. (1994). Methods for CCD camera characterization. In Proc SPIE, Image Acquisition and Scientific Imaging Systems, pp. 73–84.

Novotny, L., and Stranick, S.J. (2006). Near-field optical microscopy and spectroscopy with pointed probes. Annu. Rev. Phys. Chem. 57, 303–331.

Ocelic, N., Huber, A., and Hillenbrand, R. (2006). Pseudoheterodyne detection for background-free near-field spectroscopy. Appl. Phys. Lett. 89, 101124.

Oh, W.Y., Bouma, B.E., Iftimia, N., Yun, S.H., Yelin, R., and Tearney, G.J. (2006). Ultrahigh-resolution full-field optical coherence microscopy using InGaAs camera. Opt. Express 14, 726–735.

Ohta, K., and Ishida, H. (1990). Matrix formalism for calculation of the light beam intensity in stratified multilayered films, and its use in the analysis of emission spectra. Appl. Opt. 29, 2466–2473.

Patskovsky, S., Bergeron, E., and Meunier, M. (2013). Hyperspectral darkfield microscopy of PEGylated gold nanoparticles targeting CD44-expressing cancer cells. J. Biophotonics *8*, 162–167.

Patskovsky, S., Bergeron, E., Rioux, D., Simard, M., and Meunier, M. (2014). Hyperspectral reflected light microscopy of plasmonic Au/Ag alloy nanoparticles incubated as multiplex chromatic biomarkers with cancer cells. Analyst *139*, 5247–5253.

Patskovsky, S., Bergeron, E., Rioux, D., and Meunier, M. (2015). Wide-field hyperspectral 3D imaging of functionalized gold nanoparticles targeting cancer cells by reflected light microscopy. J. Biophotonics δ , 401–407.

Pecheva, E., Montgomery, P., Montaner, D., and Pramatarova, L. (2007). White Light Scanning Interferometry Adapted for Large-Area Optical Analysis of Thick and Rough Hydroxyapatite Layers. Langmuir 23, 3912–3918.

Petrou, M., and Petrou, C. (2010). Image Processing: The Fundamentals (John Wiley & Sons).

Pettersson, L.A.A., Roman, L.S., and Inganäs, O. (1999). Modeling photocurrent action spectra of photovoltaic devices based on organic thin films. J. Appl. Phys. 86, 487.

Ponpon, J.P., Montgomery, P.C., Sieskind, M., and Amann, M. (2000). Photoetching effects in mercuric iodide. Appl. Surf. Sci. 165, 233-240.

Pyhtila, J.W., and Wax, A. (2004). Rapid, depth-resolved light scattering measurements using Fourier domain, angle-resolved low coherence interferometry. Opt. Express *12*, 6178–6183.

Pyhtila, J.W., Graf, R.N., and Wax, A. (2003). Determining nuclear morphology using an improved angle-resolved low coherence interferometry system. Opt. Express *11*, 3473–3484.

Pyhtila, J.W., Boyer, J.D., Chalut, K.J., and Wax, A. (2006). Fourier-domain angle-resolved low coherence interferometry through an endoscopic fiber bundle for light-scattering spectroscopy. Opt. Lett. *31*, 772–774.

Reynolds, L.O., and McCormick, N.J. (1980). Approximate two-parameter phase function for light scattering. JOSA 70, 1206–1212.

Robles, F., Graf, R.N., and Wax, A. (2009). Dual window method for processing spectroscopic optical coherence tomography signals with simultaneously high spectral and temporal resolution. Opt. Express *17*, 6799–6812.

Russ, J.C. (2016). The Image Processing Handbook, Seventh Edition (CRC Press).

Sandoz, P. (1997). Wavelet transform as a processing tool in white-light interferometry. Opt. Lett. 22, 1065–1067.

Santbergen, R., Smets, A.H.M., and Zeman, M. (2013). Optical model for multilayer structures with coherent, partly coherent and incoherent layers. Opt. Express *21*, A262–A267.

Seibert, J.A., Boone, J.M., and Lindfors, K.K. (1998). Flat-field correction technique for digital detectors. In Proc SPIE, Medical Imaging: Physics of Medical Imaging, pp. 348–354.

Sheppard, C.J., and Larkin, K. (1995). Effect of numerical aperture on interference fringe spacing. Appl. Opt. 34.

Stefanon, I., Blaize, S., Bruyant, A., Aubert, S., Lerondel, G., Bachelot, R., and Royer, P. (2005). Heterodyne detection of guided waves using a scattering-type scanning near-field optical microscope. Opt. Express *13*, 5553–5564.

Tearney, G.J., Swanson, E.A., Fujimoto, J.G., Bouma, B.E., Boppart, S.A., and Golubovic, B. (1996). Rapid acquisition of in vivo biological images by use of optical coherence tomography. Opt. Lett. *21*, 1408–1410.

Thovsen, K.B. (2013). Evaluation of Mie scatter approximation formulas for the scattering of infrared light at biological cells. Thèse. Norwegian University of Life Sciences.

Tomlins, P.H., and Wang, R.K. (2005). Theory, developments and applications of optical coherence tomography. J. Phys. Appl. Phys. *38*, 2519–2535.

Toublanc, D. (1996). Henyey–Greenstein and Mie phase functions in Monte Carlo radiative transfer computations. Appl. Opt. *35*, 3270–3274.

Troparevsky, M.C., Sabau, A.S., Lupini, A.R., and Zhang, Z. (2010). Transfer-matrix formalism for the calculation of optical response in multilayer systems: from coherent to incoherent interference. Opt. Express *18*, 24715–24721.

Ughi, G.J., Gora, M.J., Swager, A.-F., Soomro, A., Grant, C., Tiernan, A., Rosenberg, M., Sauk, J.S., Nishioka, N.S., and Tearney, G.J. (2016). Automated segmentation and characterization of esophageal wall in vivo by tethered capsule optical coherence tomography endomicroscopy. Biomed. Opt. Express 7, 409–419.

Vabre, P. (1995). Adaptation de nouveaux algorithmes de MGF pour l'étude submicronique des semiconducteurs. Thèse. Montpellier II.

Vobornik, D., Margaritondo, G., Sanghera, J.S., Thielen, P., Aggarwal, I.D., Ivanov, B., Tolk, N.H., Manni, V., Grimaldi, S., Lisi, A., et al. (2005). Spectroscopic infrared scanning near-field optical microscopy (IR-SNOM). J. Alloys Compd. *401*, 80–85.

Vuye, G., Fisson, S., Van, V.N., Wang, Y., Rivory, J., and Abeles, F. (1993). Temperature dependence of the dielectric function of silicon using in situ spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 233, 166–170.

Wan, D.-S. (2009). Measurements of thin films using fourier amplitude. Brevet. US 7612891 B2.

Wax, A., Yang, C., Dasari, R.R., and Feld, M.S. (2001). Measurement of angular distributions by use of low-coherence interferometry for light-scattering spectroscopy. Opt. Lett. *26*, 322–324.

Wax, A., Yang, C., and Izatt, J.A. (2003). Fourier-domain low-coherence interferometry for light-scattering spectroscopy. Opt. Lett. 28, 1230–1232.

Wax, A., Graf, R.N., and Robles, F.E. (2013). Dual window processing schemes for spectroscopic optical coherence tomography (oct) and fourier domain low coherence interferometry. Brevet. US 20130176560 A1.

Wessel, J.M., Horn, F.K., Tornow, R.P., Schmid, M., Mardin, C.Y., Kruse, F.E., Juenemann, A.G., and Laemmer, R. (2013). Longitudinal Analysis of Progression in Glaucoma Using Spectral-Domain Optical Coherence Tomography. Investig. Opthalmology Vis. Sci. 54, 3613.

Wiscombe, W.J. (1980). Improved Mie scattering algorithms. Appl. Opt. 19, 1505–1509.

Wolkers, W.F., and Oldenhof, H. (2015). Use of In Situ Fourier Transform Infrared Spectroscopy to Study Freezing and Drying of Cells. In Cryopreservation and Freeze-Drying Protocols, W.F. Wolkers, and H. Oldenhof, eds. (New York, NY: Springer New York), pp. 147–161.

Woolliams, P.D., and Tomlins, P.H. (2011). Estimating the resolution of a commercial optical coherence tomography system with limited spatial sampling. Meas. Sci. Technol. 22, 065502.

Xu, C., Marks, D., Do, M., and Boppart, S. (2004). Separation of absorption and scattering profiles in spectroscopic optical coherence tomography using a least-squares algorithm. Opt. Express *12*, 4790–4803.

Xu, C., Scott Carney, P., and Boppart, S.A. (2005). Wavelength-dependent scattering in spectroscopic optical coherence tomography. Opt. Express *13*.

Yeh, P. (1988). Optical waves in layered media (New York: Wiley).

Zdenek Knittel (1976). Optics of Thin Films (New York: John Wiley & Sons).

Zeylikovich, I. (2008). Short coherence length produced by a spatial incoherent source applied for the Linnik-type interferometer. Appl. Opt. 47, 2171.

Zhang, R., Verkruysse, W., Choi, B., Viator, J.A., Jung, B., Svaasand, L.O., Aguilar, G., and Nelson, J.S. (2005). Determination of human skin optical properties from spectrophotometric measurements based on optimization by genetic algorithms. J. Biomed. Opt. *10*, 024030.

Zhou, H., Midha, A., Mills, G., Donaldson, L., and Weaver, J.M.R. (1999). Scanning near-field optical spectroscopy and imaging using nanofabricated probes. Appl. Phys. Lett. 75, 1824–1826.

Zonios, G., and Dimou, A. (2009). Light scattering spectroscopy of human skin in vivo. Opt. Express 17, 1256–1267.

Publications et communications de l'auteur

Revues internationales avec comité de lecture

<u>R. Claveau</u>, P. Montgomery, M. Flury, et D. Montaner, « Depth-resolved local reflectance spectra measurements in full-field optical coherence tomography », *Opt. Express*, vol. 25, n° 17, p. 20216-20232.

<u>R. Claveau</u>, P. Montgomery, et M. Flury, « Spatially-resolved spectroscopic characterization of reflective and transparent materials at a micro-meter scale using coherence scanning interferometry », *Phys. Status Solidi C Curr. Top. Solid State Phys*, 1700157. doi:10.1002/pssc.201700157.

Communications internationales avec actes

A. Leong-Hoï, <u>R. Claveau</u>, M. Flury, W. Uhring, B. Serio, F. Anstotz, et P. C. Montgomery, « Detection of defects in a transparent polymer with high resolution tomography using white light scanning interferometry and noise reduction », in *SPIE Optical Metrology*, 2015, vol. 9528, p. 952807-952807-12.

<u>R. Claveau</u>, P. C. Montgomery, M. Flury, et D. Montaner, « Local reflectance spectra measurements of surfaces using coherence scanning interferometry », in *SPIE Photonics Europe*, 2016, vol. 9890, p. 98900Q-98900Q-12.

A. Leong-Hoï, <u>R. Claveau</u>, P. C. Montgomery, B. Serio, W. Uhring, F. Anstotz, et M. Flury, «High-resolution full-field optical coherence tomography using high-dynamic range image processing », in *SPIE Photonics Europe*, 2016, vol. 9890, p. 98900E-98900E-11.

F. Le Normand, F. Antoni, F. Aweke, D. Muller, S. Zafeiratos, W. Luo, J. Hulik, P. Pfeiffer, A. Leong-Hoi, <u>R. Claveau</u>, M. Abdesselam, et P. Montgomery, «Graphene-based films on Diamond Like Carbon: preparation, characterization and optoelectronics », présenté à E-MRS Spring Meeting Symposium EE: Carbon- and Nitrogen-Containing Nanostructured Thin Films, Lille, France, 2016.

<u>R. Claveau</u>, P. C. Montgomery, et M. Flury, « Spatially-resolved spectroscopic characterization of reflective and transparent materials at a micro-meter scale using coherence scanning interferometry », E-MRS Spring Meeting Symposium, Strasbourg, France, 2017, Présentation poster.

Communications internationales sans actes

H. Mukhtar, A. Leong-Hoi, <u>R. Claveau</u>, P. Montgomery, et F. Anstotz, « Performance comparison of air and immersion Linnik objectives in coherence scanning interferometry », présenté à The International Conference on Nanophotonics (ICNP), Taiwan, 2016.

P. Montgomery, A. Leong-Hoi, <u>R. Claveau</u>, M. Flury, F. Anstotz, H. Liu, B. Simon, M. Debailleul, et O. Haeberlé, « Label-free far field optical nanoscopy techniques for the characterization of

nanomaterials », présenté à Energy, Materials, Nanotechnology (EMN) 2D Materials Meeting, Spain, 2016.

Communications nationales ou francophones avec actes

<u>R. Claveau</u>, A. Leong-Hoi, M. Flury, W. Uhring, B. Serio, et P. Montgomery, « Algorithmes de réduction de bruit en tomographie interférométrique à haute résolution pour la détection de pores dans un polymère transparent », présenté à Club CMOI, Lannion, 2015.

P. Montgomery, A. Leong-Hoi, <u>R. Claveau</u>, et F. Salzenstein, « Amélioration des performances en Full-Field OCT par traitement d'images pour la caractérisation d'un film de polymère », présenté à Journées Imagerie Optique Non Conventionnelle (JIONC), GDR ISIS & GDR ONDES, Paris, 2016.