

Réalisation de composants optiques asphériques

Les études décrites dans le chapitre 3 nous ont permis d'optimiser les procédés d'élaboration des multicouches, afin de pouvoir les déposer sur des composants optiques asphériques.

Ce chapitre a pour but de détailler les différentes étapes de la fabrication de composants optiques asphériques. Dans un premier temps, nous expliciterons pourquoi nous avons besoin de réaliser ce type de composants. Puis, l'étude préliminaire menée au LCFIO ayant pour objectif de vérifier la faisabilité du procédé de dépôt à gradient de période avant de transférer ce procédé chez Xenocs pour la réalisation de prototypes sera détaillée. Finalement, les résultats de la caractérisation complète d'un prototype réalisée avec le rayonnement synchrotron seront présentés. Toute cette étude a été effectuée avec des multicouches Cr/Sc conçues pour réfléchir la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote ($E = 392,4$ eV).

1. Description générale de la problématique

Les composants optiques courbés revêtus de multicouches réfléchives sont largement utilisés dans le domaine des rayons X pour différentes applications, afin de conditionner et monochromatiser le faisceau. Cette idée de fabriquer des miroirs courbés revêtus de multicouches à gradient de période a été suggérée par H. Göbel en 1992 [1, 2, 3]. L'idée est de compenser la variation d'angle des différents faisceaux arrivant sur l'optique par une variation correspondante de la période de la multicouche, pour que la loi de Bragg soit satisfaite à une énergie donnée en tout point de l'optique. A l'aide de miroirs courbés paraboliquement ou elliptiquement, le faisceau incident de rayons X peut être transformé en faisceau collimaté ou focalisé respectivement (cf. figure1).

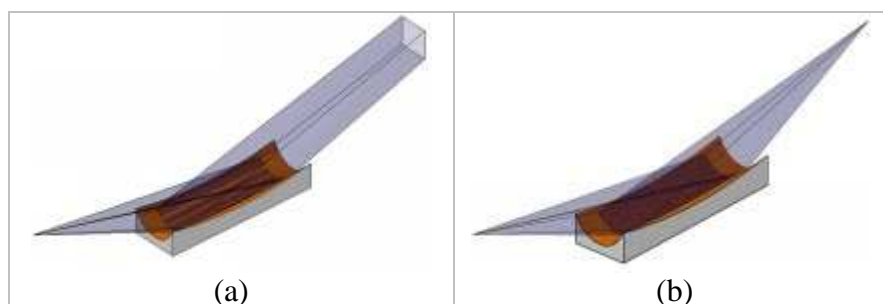


Figure 1 : Exemple de miroirs courbés. (a) miroir collimatant courbé paraboliquement. (b) miroir focalisant courbé elliptiquement.

Dans l'application décrite dans le présent manuscrit (EPMA), le rôle de l'optique asphérique est de focaliser le faisceau de rayons X émis par l'échantillon à analyser sur le détecteur (cf. figure 2(a)), tout en sélectionnant la raie d'émission étudiée. L'idée de Xenocs a été d'utiliser une optique ayant une courbure bidimensionnelle, afin de pouvoir focaliser le faisceau incident en 2 dimensions. La forme idéale pour focaliser le faisceau de rayons X du point source (spot illuminé par le faisceau électronique) sur le diaphragme placé devant le détecteur est un ellipsoïde de révolution. Sur une vue en coupe, cette forme idéale est alors une ellipse (cf. figure 2(b)). L'ellipsoïde de révolution permet d'obtenir l'image du point source sur le détecteur, en focalisant le faisceau incident en deux dimensions.

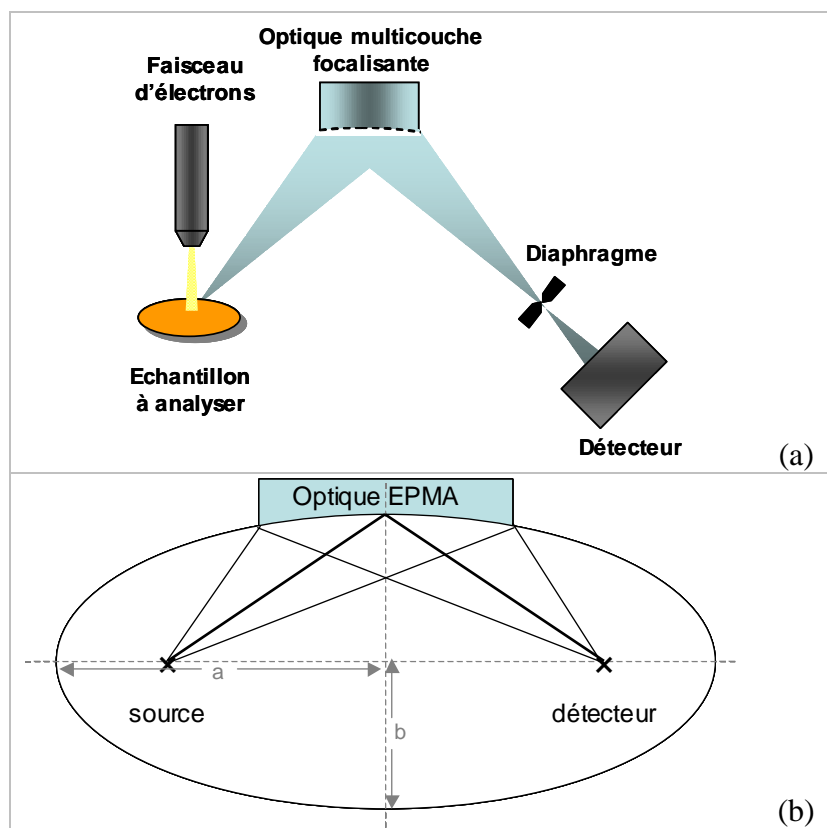


Figure 2 : (a) Principe général d'un système EPMA. (b) Coupe 2D de l'optique EPMA dans son montage : le point source et son image au niveau du diaphragme devant le détecteur sont placés aux deux foyers de l'ellipse. a et b sont les deux paramètres définissant l'ellipse.

La géométrie utilisée induit une variation de l'angle des différents faisceaux arrivant sur l'optique. Au chapitre 3, nous avons optimisé la période de la multicouche Cr/Sc à l'énergie $E = 392.4$ eV, uniquement pour l'angle d'incidence correspondant au centre de l'optique ($x = 0$). Une optimisation de la période de la multicouche est nécessaire en tout point de l'optique pour tenir compte de cette variation d'angle d'incidence. L'optimisation du gradient de période s'est faite en deux étapes. Dans un premier temps l'étude du gradient de période a été effectuée sur une optique 1D (cf. figure 3(a)), étape intermédiaire permettant de valider la faisabilité de ce type de dépôt sur

une optique courbée. Dans un second temps, l'optimisation du gradient de période a été faite pour une optique 3D (cf. figure 3(b)) dans le but de pouvoir fabriquer un prototype de l'optique réelle.

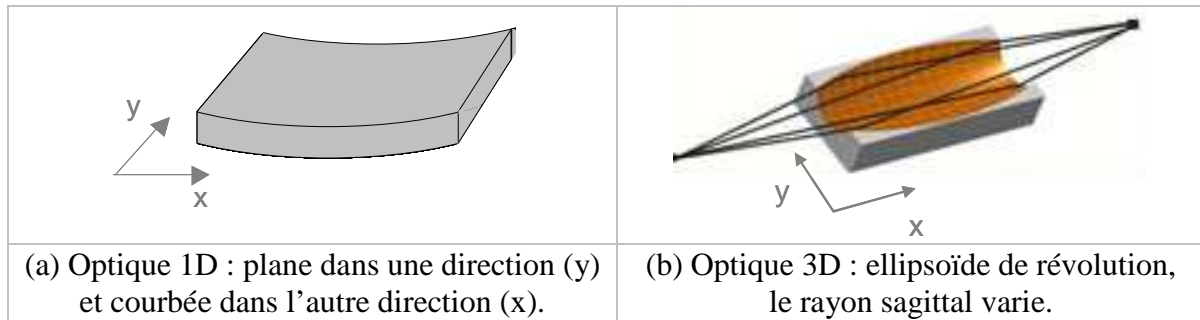


Figure 3 : Schéma représentant les optiques 1D (a) et 3D (b).

Le dépôt de la multicouche réfléchive se fait sur une contre forme (mandrin) revêtue d'un matériau permettant de l'en séparer. Puis par une méthode de réplique (cf. annexe 2), la multicouche est transférée sur un support qui constitue l'optique finale. La forme du mandrin est "le négatif" de l'optique finale (le mandrin est convexe et l'optique finale est concave).

2. Développement du procédé de dépôt à gradient de période

Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, la mise au point du procédé de dépôt à gradient de période pour la fabrication d'une optique asphérique pour l'EPMA s'est déroulé en plusieurs étapes. Elle a débuté par une étude de faisabilité sur une optique 1D, réalisée sur la machine de dépôt à géométrie radiale du LCFIO (cf. Chapitre 2). Puis, avant de transférer ce procédé de dépôt à gradient chez Xenocs, les spécifications du gradient ont été affinées et adaptés au cas des optiques 3D. La mise au point du dépôt à gradient de période réalisée sur la machine de dépôt à géométrie linéaire de Xenocs (cf. Chapitre 2), a nécessité différentes études préliminaires avant de pouvoir être utilisée pour fabriquer des prototypes.

2.1. Etude de faisabilité sur une optique 1D avec un dépôt à uniformité radiale

Cette première étude est une étape intermédiaire permettant d'optimiser le gradient de période sur une optique 1D avec une machine de dépôt à géométrie radiale (les lignes d'iso épaisseur sont des cercles centrés sur l'optique), afin d'en vérifier la faisabilité. La difficulté de ce développement est d'obtenir un gradient conforme aux spécifications, avec un profil de dépôt radial, alors que les spécifications ont des profils d'épaisseurs théoriques inversés selon les deux axes de l'optique.

Cette étude a été effectuée avec les multicouches Cr/Sc conçues pour réfléchir la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote, déposées au LCFIO.

2.1.1 Spécifications sur le gradient de période

Si on considère une coupe du système optique (cf. figure 2(b)), la forme idéale de l'optique est une ellipse dont les foyers coïncident avec les positions respectives de la source et du diaphragme placé devant le détecteur. L'optique 1D est une portion de cylindre à section elliptique, dont l'ellipse a les mêmes caractéristiques que celle décrivant le système optique, et dont l'équation est la suivante :

$$y = \frac{x^2}{R \left(1 + \sqrt{1 - \frac{(\kappa + 1)x^2}{R^2}} \right)} \quad \text{ou} \quad \frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \quad (4.1) \text{ et } (4.2)$$

Avec R , le rayon de courbure au sommet : $R = \frac{a^2}{b}$ et $\kappa = \frac{a^2}{b^2} - 1$

L'optique 1D a une longueur de 50 mm ($-25 \text{ mm} < x < +25 \text{ mm}$) et une largeur de 22 mm ($-11 \text{ mm} < y < +11 \text{ mm}$). L'angle de rasance du faisceau au centre de l'optique est de $23,26^\circ$. Toutes les caractéristiques géométriques nous ont permis de définir la valeur des angles des différents faisceaux incidents en tout point de l'optique. La figure 4 représente les variations d'angle d'incidence en fonction de la position le long de l'optique.

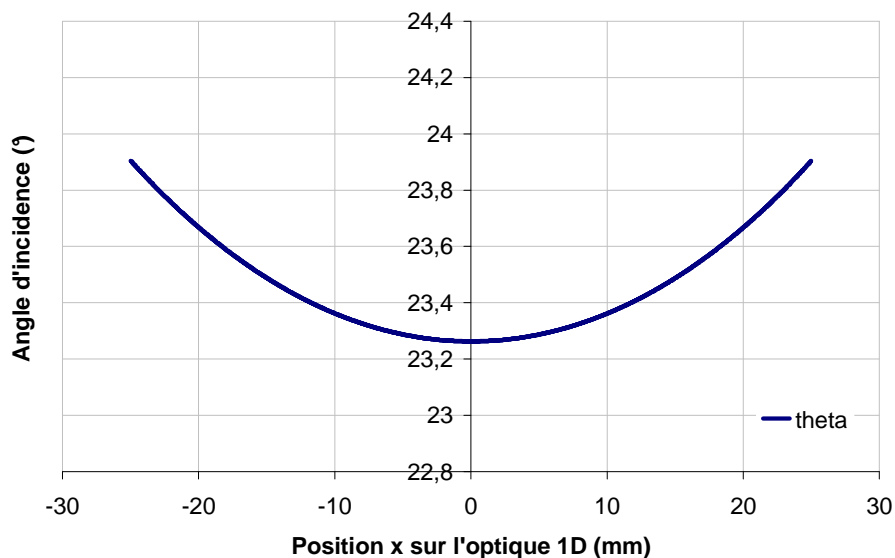


Figure 4 : Spécifications sur les angles d'incidence rasants le long de l'optique 1D.

A partir des valeurs des angles d'incidence en tout point de l'optique et du couple de matériaux choisi (Cr/Sc), nous pouvons remonter aux valeurs de périodes en tout point de l'optique. Les différentes valeurs de période sont calculées à partir de la loi de Bragg à l'ordre 1, corrigée pour tenir compte de l'indice optique, dont la formule est la suivante :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \times \left(1 - \frac{2\delta}{\sin^2 \theta}\right)^{-1/2} \quad (4.3)$$

Pour conserver une réflectivité proche de l'optimal, la période en tout point du miroir doit être aussi proche que possible de la valeur théorique. La tolérance sur la valeur de la période a été calculée de manière à conserver une réflectivité supérieure à 50% de la réflectivité optimale (R_{\max}) au point considéré (cf. figure 5). En pratique, une tolérance est calculée en chaque point de l'optique. Les tolérances sur la période de la multicouche sont représentées en figure 7. Les figures 7(a) et 7(b) représentent le gradient de période longitudinal (selon l'axe x de l'optique 1D : cf. figure 6), et les figure 7(c) et 7(d) le gradient de période sagittal (selon l'axe y de l'optique 1D).

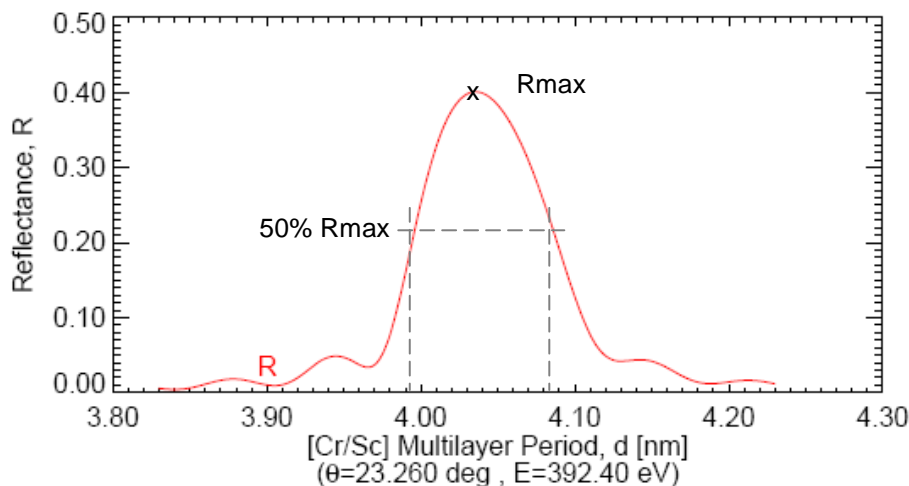


Figure 5 : Courbe de la réflectivité calculée de la multicouche Cr/Sc à 392.4 eV en fonction de sa période d, pour un angle de 23.26°. Les pointillés représentent les périodes d correspondant à 50% de la réflectivité maximale calculée.

L'axe x de l'optique représente le sens longitudinal de l'optique, et l'axe y représente l'axe sagittal de l'optique (cf. figure 6).

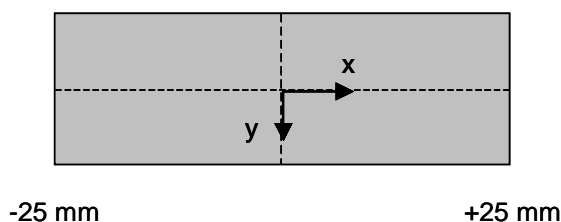


Figure 6 : Schéma représentant une vue de dessus de l'optique 1D.

La forme du gradient longitudinal au centre et aux extrémités de l'optique 1D (cf. figures 7(a) et (b)), est identique. La période est plus grande sur les bords de l'optique ($y = \pm 11$ mm) qu'au centre, et est due à la forme de l'optique. Nous pouvons mieux visualiser cet effet sur la figure 7(c). Concernant la figure 7(d), la composante sagittale de l'angle de l'optique étant plus important à l'entrée ($x=-25$ mm) qu'à la sortie ($x=+25$ mm) de l'optique, les périodes sont alors plus grandes à l'entrée qu'à la sortie de l'optique 1D.

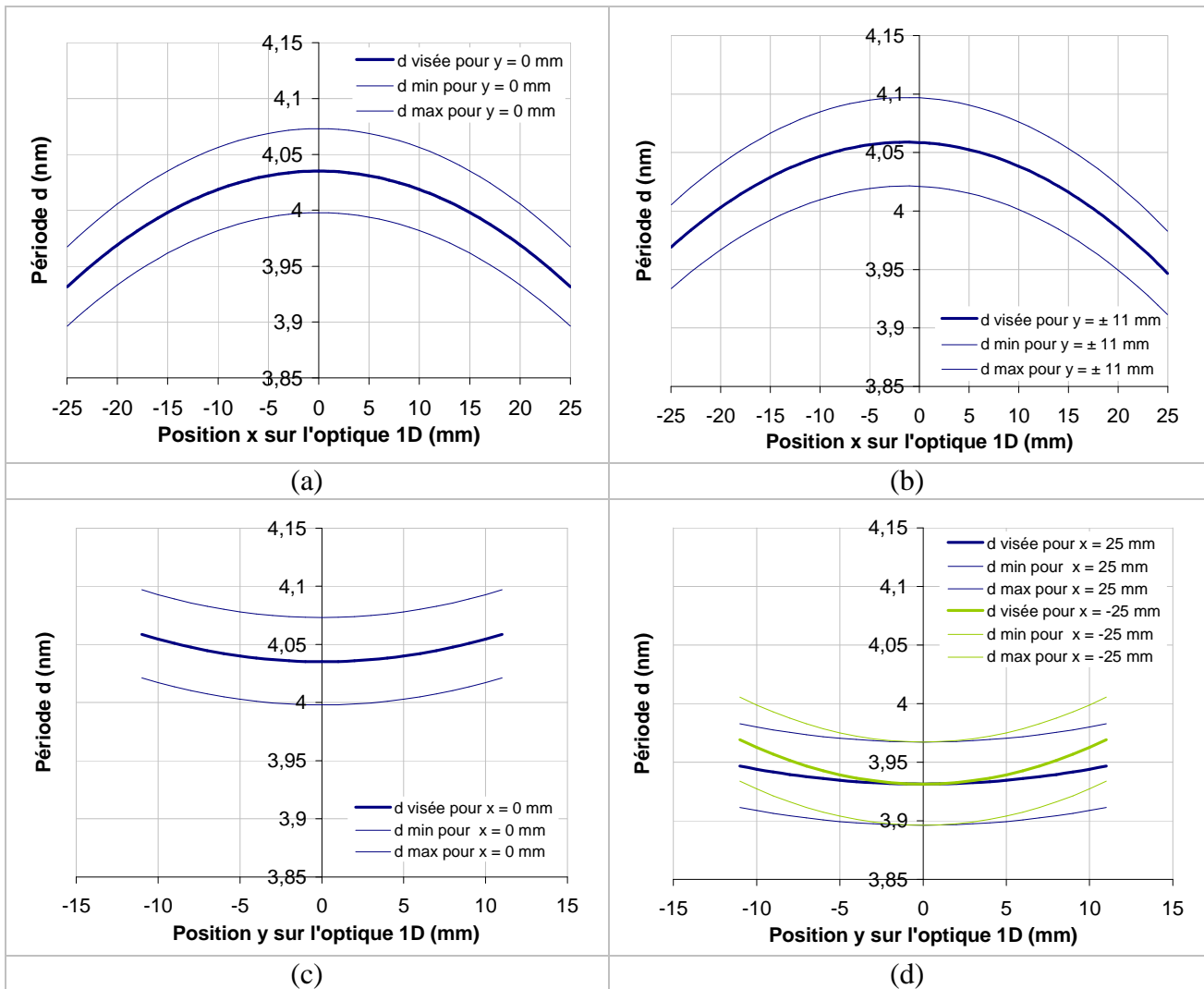


Figure 7 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour $y = 0$ (a) et $y = \pm 11$ mm (b). Spécifications sur le gradient de période selon y , pour $x = 0$ (c) et $x = \pm 25$ mm (d).

2.1.2 Optimisation du procédé de dépôt à gradient de période

Cette étude a pour objectif de vérifier la faisabilité du gradient de période défini au paragraphe précédent, avec la machine de dépôt MP800 à géométrie radiale. Cette géométrie engendre une symétrie de révolution des épaisseurs déposées (cf. chapitre 2), ce qui ne semble a priori pas favorable pour obtenir un gradient conforme aux spécifications selon l'axe y de l'optique 1D.

Nous avons débuté cette étude par des simulations ayant pour but de vérifier que la forme du mandrin est favorable ou non à la réalisation d'un tel dépôt. Puis nous avons réalisé les premiers dépôts sur des substrats plans, et nous avons ensuite travaillé avec un fantôme de la contre-forme de l'optique, appelé faux mandrin, plus représentatif de la configuration réelle.

2.1.2.1 Simulations

Dans un premier temps, des simulations ont été effectués sous Matlab, afin de prévoir le profil d'épaisseur en fonction du rayon de l'optique, et ainsi de voir si la forme de cette dernière est favorable ou non à la réalisation d'un tel dépôt avec la machine du LCFIO. Ces simulations prennent en compte le profil d'émission du plasma ainsi que la forme du mandrin [4]. Pour tenir compte de l'effet de la forme du mandrin (i.e. le fait que la distance cible-échantillon varie en fonction de la position sur le mandrin), nous avons utilisé la formule suivante, déterminée expérimentalement sur la machine de dépôt du LCFIO :

$$d_{\text{mandrin}} = d_{\text{plan}} + (0,0086 \times h / \text{centre}) \quad (4.4)$$

Les simulations ont été réalisées sans correction d'uniformité (l'échantillon passe à vitesse constante au dessus des cibles), et sont représentées en figure 8.

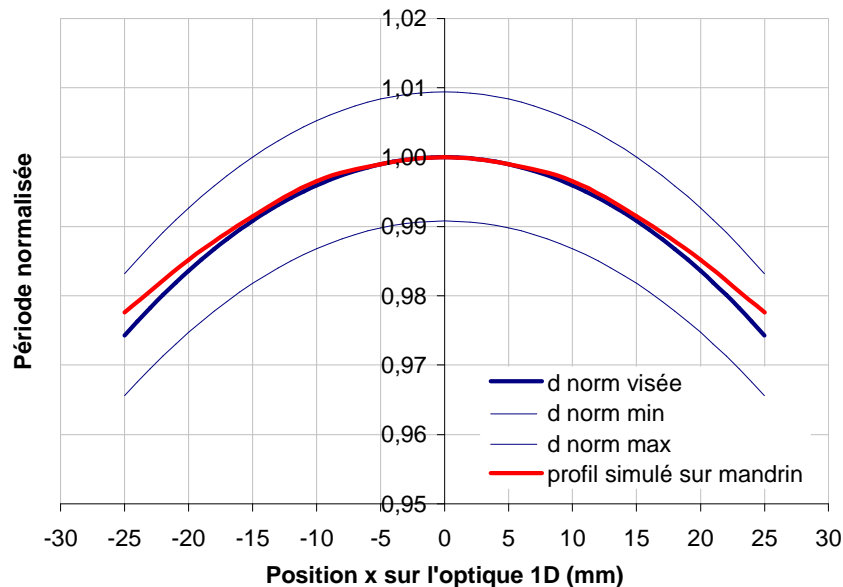


Figure 8 : Profil d'épaisseur normalisé selon x (en y=0) simulé sur le mandrin, avec le profil à visée et ses tolérances ($d_{\text{norm min}}$ et $d_{\text{norm max}}$).

Ces simulations montrent que le profil simulé semble assez favorable pour les dépôts. Seul le profil selon l'axe x de l'optique 1D est représenté, mais compte tenu de la géométrie radiale du dépôt, il est identique selon l'axe y . Nous pouvons alors remarquer que la variation de période entre ± 11 mm est faible et que le profil simulé du gradient est conforme aux tolérances selon l'axe y de l'optique. L'étude expérimentale nous permettra de vérifier ces résultats et déterminer si une correction d'uniformité est nécessaire pour rentrer dans les spécifications.

2.1.2.2 Etude sur substrats plans

Le premier dépôt a été réalisé sur des substrats plans en silicium (cf. figure 9), sans utiliser de variation de vitesse du plateau porte échantillon au dessus des cibles. Les conditions de ce dépôt sont les mêmes que celles détaillées dans le chapitre 3 : $I_{Cr} = 0,09A$, $I_{Sc} = 0,18A$, $v = 2^\circ/s$, $p = 0,7$ mTorr, $N = 30$. Les résultats des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante sont représentés en figure 10.

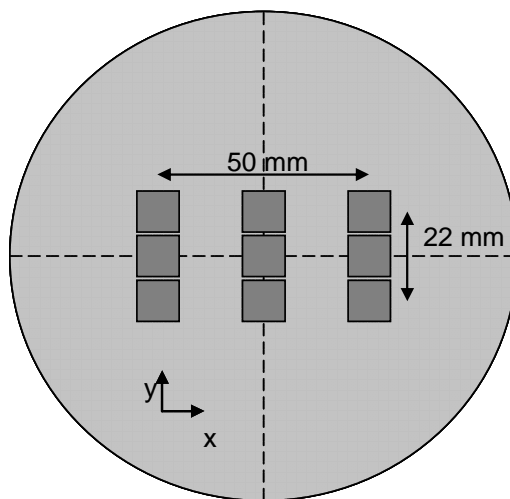


Figure 9 : Schéma représentant le positionnement des substrats en silicium sur le porte-échantillon.

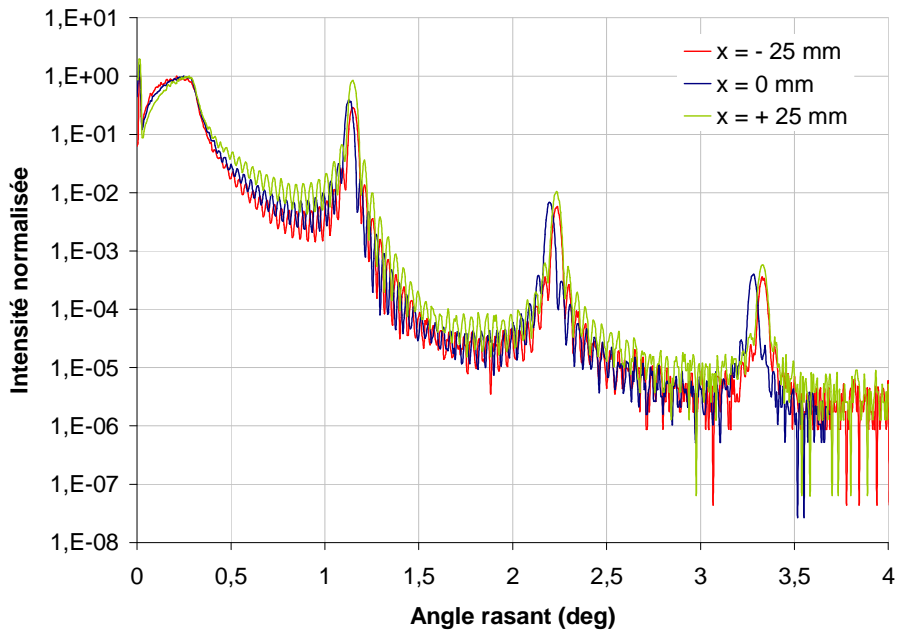


Figure 10 : Courbes de réflectométrie des rayons X rasants pour trois échantillons situés sur la ligne centrale de l'optique ($y = 0$ mm, $x = -25$ mm, 0 mm et $+25$ mm).

La figure 10 montre d'une part que la période de la multicouche en $x = +25$ mm semble être égale à celle en $x = -25$ mm ($d_{x=\pm 25\text{mm}} = 3,99$ nm), les pics de Bragg des deux courbes étant superposés, et d'autre part, que la période de la multicouche est plus faible en $x = \pm 25$ mm qu'en $x = 0$ mm ($d_{x=0\text{mm}} = 4,06$ nm), les pics de Bragg étant décalés vers les grands angles pour $x = \pm 25$ mm.

Ces résultats montrent que le flux de matière pulvérisée est favorable au type de dépôt que nous voulons effectuer. De plus, compte tenu de la forme du mandrin et de la géométrie du dépôt, les bords du mandrin ($x = \pm 25$ mm) seront plus éloignés de la cible que le centre ($x = 0$ mm), et de ce fait, l'épaisseur déposée en $x = \pm 25$ mm sera d'autant plus faible. Afin d'illustrer ceci, les profils d'épaisseurs obtenus après avoir corrigé les valeurs des périodes mesurées pour les ramener à celles des périodes estimées sur mandrin (cf. équation 4.2) dans les différentes dimensions de l'optique ont été représentés en figure 11.

Les résultats de la figure 11 montrent que l'utilisation de la rotation satellitaire de l'échantillon ne pose pas de problème, puisque après avoir corrigé les valeurs des périodes mesurées pour les ramener aux périodes estimées sur mandrin, le profil obtenu rentre dans les spécifications. Il reste maintenant à vérifier que ces estimations sont exactes, en élaborant une multicouche à gradient de période sur le faux mandrin.

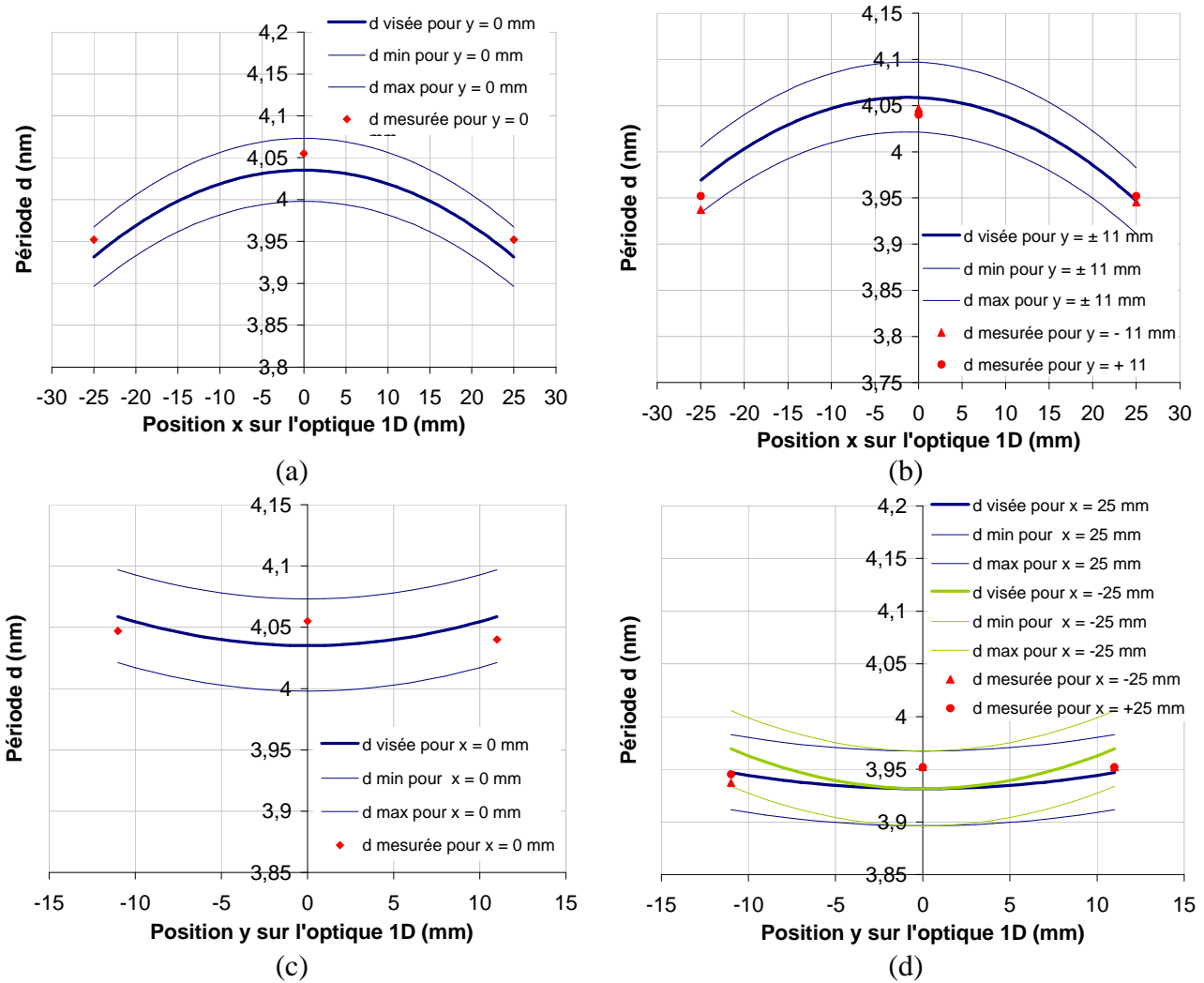


Figure 11 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur substrat plan, sans utiliser de variation de vitesse. (a) période mesurée selon x , pour $y=0$ mm, (b) période mesurée selon x , pour $y=\pm 11$ mm, (c) période mesurée selon y , pour $x=0$ mm, (d) période mesurée selon y , pour $x=\pm 25$ mm.

2.1.2.3 Etude sur faux mandrins

Cette étude a été effectuée en fixant des échantillons en silicium de 1 cm^2 sur le faux mandrin. Le premier dépôt effectué a été réalisé dans les mêmes conditions que celles de l'étude sur substrats plans : $I_{Cr} = 0,09A$, $I_{Sc} = 0,18A$, $v = 2^\circ/s$, $p = 0,7 \text{ mTorr}$, $N = 30$. Les périodes mesurées par réflectométrie des rayons X en incidence rasante sont représentées en figure 12.

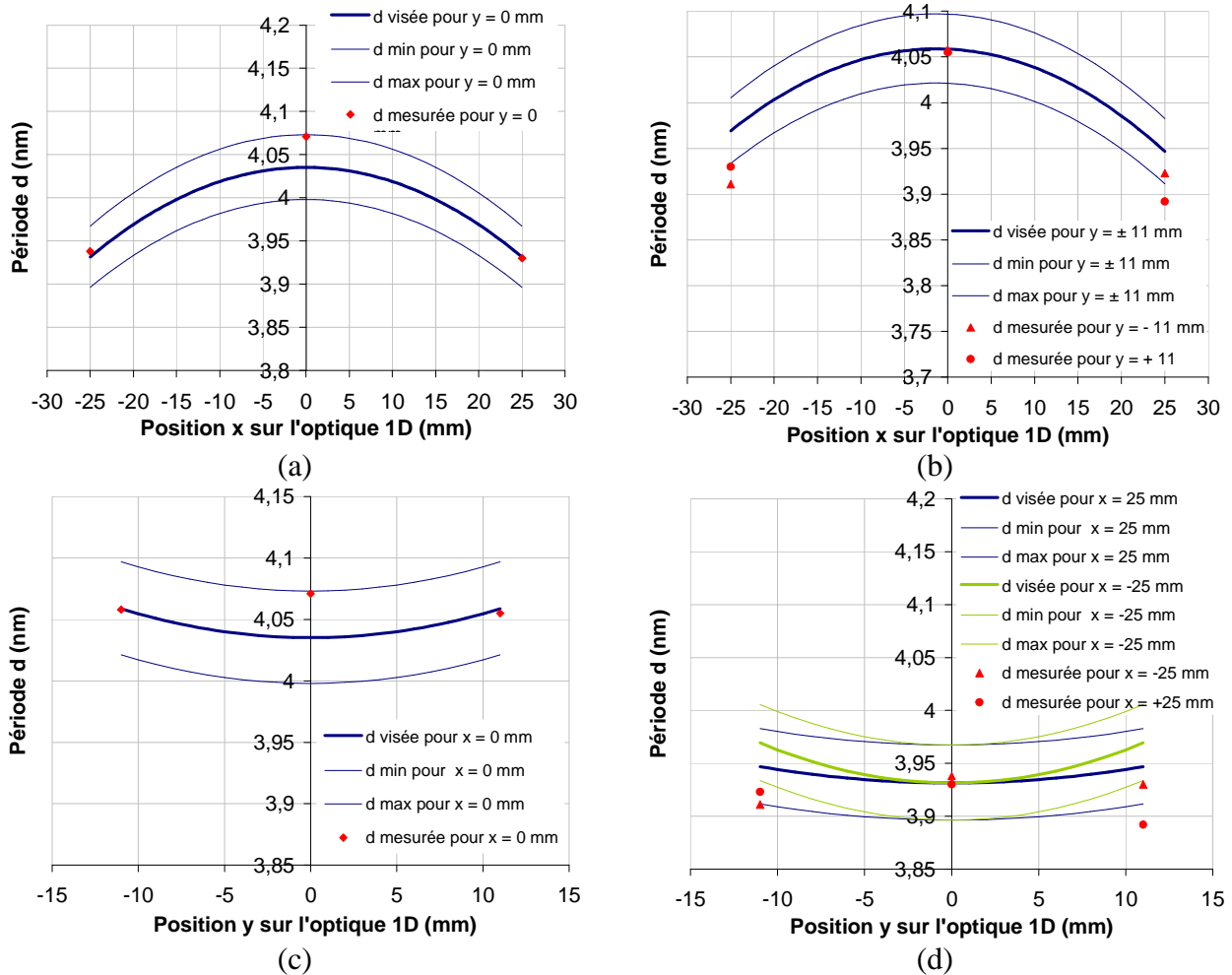


Figure 12 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur faux mandrin, sans utiliser de variation de vitesse. (a) période mesurée selon x , pour $y = 0$ mm, (b) période mesurée selon x , pour $y = \pm 11$ mm, (c) période mesurée selon y , pour $x = 0$ mm, (d) période mesurée selon y , pour $x = \pm 25$ mm.

La forme du gradient obtenu est relativement proche des spécifications :

- Selon l'axe x du mandrin (cf. figures 12(a) et 12(b)), la courbure du gradient est légèrement trop importante. Il serait alors nécessaire que les vitesses d'approche et de sortie du planétaire soient plus faibles que la vitesse nominale, pour obtenir le profil d'épaisseur désiré.
- La valeur de période au centre du mandrin ($x = 0$; $y = 0$) est en limite haute, mais rentre malgré tout dans les spécifications (cf. figure 12(a)).
- Les valeurs de période aux bords du mandrin ($x = \pm 25$ mm ; $y = \pm 11$ mm) sortent légèrement des spécifications (cf. figure 12(b)). Il ne faudrait alors pas trop diminuer la valeur de période au centre du mandrin pour ne pas sortir complètement des spécifications aux bords.
- Selon l'axe y du mandrin, les problèmes sont identiques à ceux de l'axe x .

Une correction de vitesse a été effectuée lors du dépôt suivant pour que la forme du gradient rentre dans les spécifications en tout point de l'optique. Le procédé de dépôt réalisé avec une variation de vitesse est le suivant : $I_{Cr} = 0,092$ A, $I_{Sc} = 0,182$ A, $v = 2^\circ/s$, $p = 1$ mTorr, $N = 30$ (la pression du dépôt a été augmentée suite à des problèmes de stabilité du plasma constatés sur la cible de scandium, et les valeurs des courants sur les deux cibles ont été modifiées afin de compenser l'effet de la pression sur les épaisseurs déposées). La variation de vitesse du planétaire utilisée lors de ce dépôt est de 10%, ce qui correspond à : $v_{nominale} = 2^\circ/s$, $v_{approche} = v_{sortie} = 1,8^\circ/s$. Elle a été fixée par simulation et à l'aide d'une calibration expérimentale réalisée avec une variation de vitesse de 30%. Les résultats sur la forme du gradient obtenu sont représentés en figure 13.

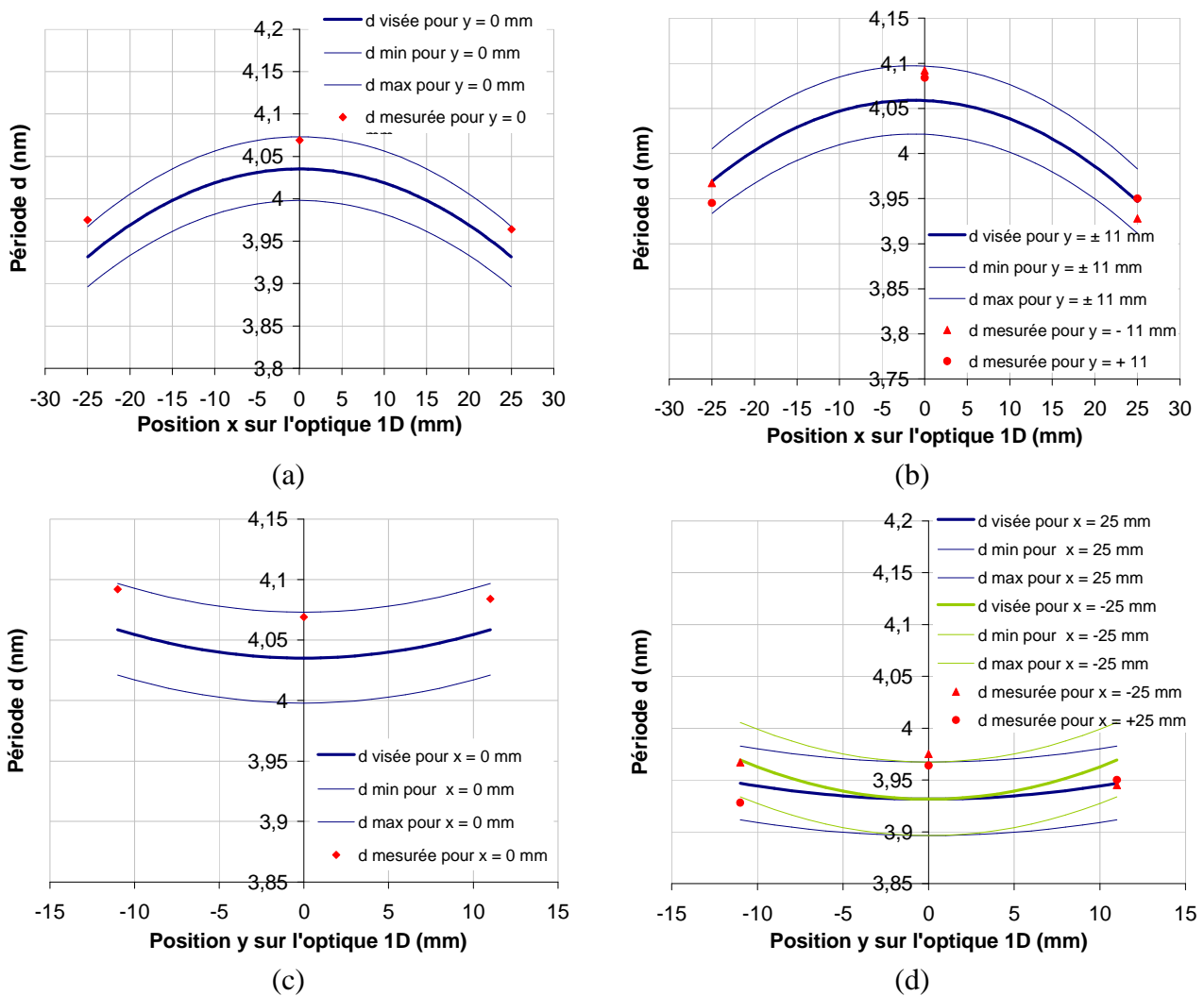


Figure 13 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur faux mandrin, avec une variation de vitesse de 10%. (a) période mesurée selon x , pour $y=0$ mm, (b) période mesurée selon x , pour $y=\pm 11$ mm, (c) période mesurée selon y , pour $x=0$ mm, (d) période mesurée selon y , pour $x=\pm 25$ mm.

Les résultats présentés en figure 13 montrent que le profil du gradient d'épaisseur à une forme acceptable : les valeurs de période rentrent quasiment toutes dans les spécifications, à l'exception d'un ou deux points qui sont sur la limite. La variation de vitesse utilisée (10%) est donc adaptée à cette géométrie d'optique.

Cette étude nous a permis de montrer la faisabilité de la réalisation d'un dépôt multicouche Cr/Sc à gradient adapté à la forme de l'optique spécifiée, sur le bâti du LCFIO à géométrie radiale.

2.2. Spécifications sur le gradient de période pour une optique 3D

Avant de transférer le procédé de dépôt chez Xenocs, les spécifications du gradient ont été adaptées au cas des dépôts pour des optiques 3D. La forme et la longueur de l'optique 3D (ellipsoïde de révolution de 90 mm de long) sont différentes de celles de l'optique 1D, et les tolérances ont été resserrées, afin d'augmenter le flux total réfléchi par l'optique, des calculs ayant montré que le flux réfléchi par une optique 1D n'était pas suffisant.

Le nouveau système optique est décrit par un ellipsoïde de révolution où le point source est placé au premier foyer et le diaphragme placé devant le détecteur au second foyer de l'ellipse (cf. figure 14). Il existe une symétrie axiale selon l'axe décrit par la source et le détecteur. L'équation de l'ellipse est la même que celle décrite au paragraphe 2.1.1.

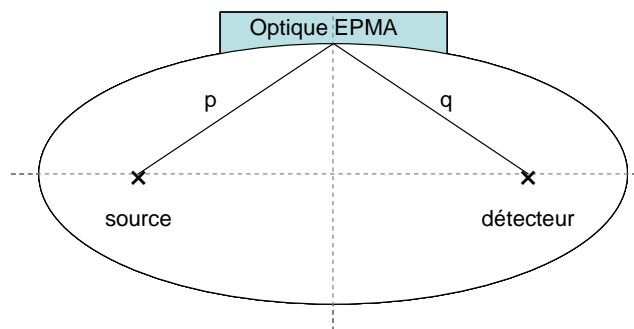


Figure 14 : Coupe 2D de l'optique EPMA dans son montage.

L'optique 3D est un ellipsoïde de révolution, dont l'ellipse a les mêmes caractéristiques que celle décrivant le système optique. L'optique a une longueur de 90 mm (de -40 mm à +50 mm) et une largeur de 21 mm. L'angle de rasance du faisceau au centre de l'optique est de $23,26^\circ$.

Toutes ces caractéristiques géométriques nous ont permis de définir les spécifications sur les angles des différents faisceaux incidents en tout point de l'optique. La figure 15 représente les variations d'angle d'incidence en fonction de la position le long de l'optique.

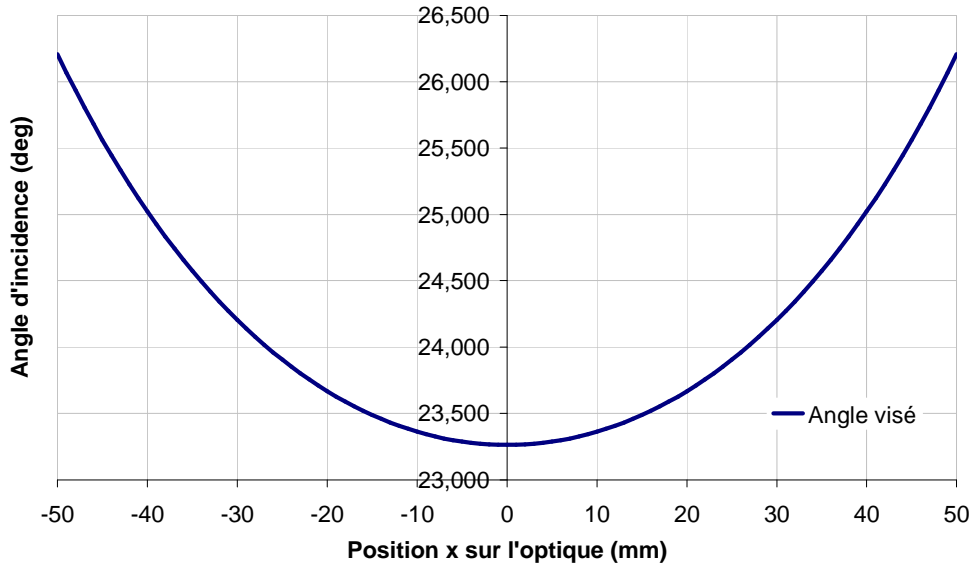


Figure 15 : Spécifications sur les angles d'incidence le long de l'optique 3D.

La démarche utilisée pour calculer les valeurs de période à partir des angles d'incidence sur l'optique est la même que celle utilisée au paragraphe 2.1.1 de ce chapitre.

Pour conserver une réflectivité proche de l'optimal, l'angle de Bragg en tout point du miroir doit être aussi proche que possible de la valeur théorique, avec une tolérance calculée à partir des angles correspondants à une réflectivité de 80% de la réflectivité optimale au point considéré. Les résultats sur les tolérances obtenues sont représentés en figure 16.

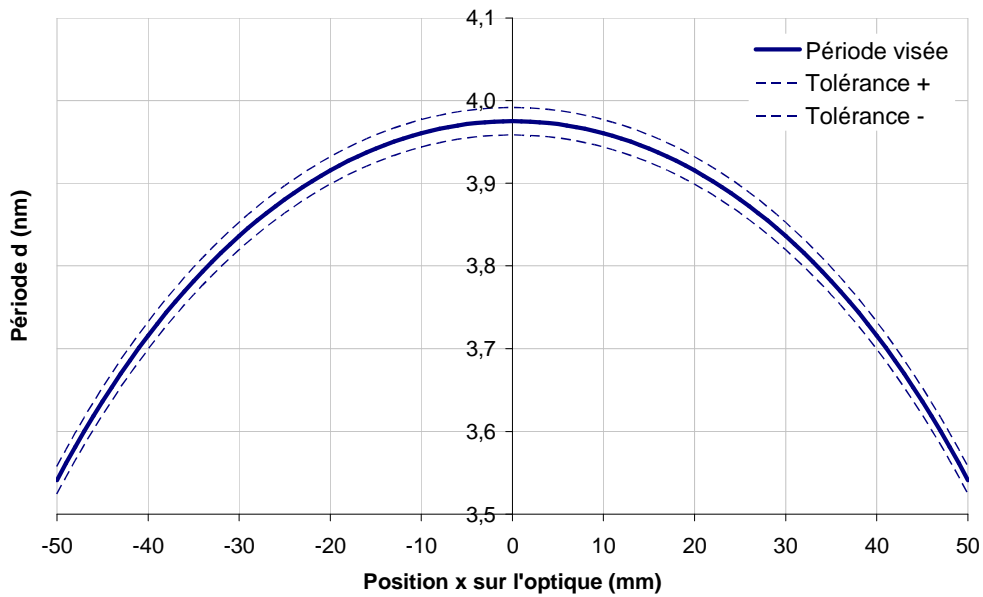


Figure 16 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour y = 0.

Le contrôle des optiques se faisant par réflectométrie des rayons X en incidence rasante à 8050.6 eV, nous avons choisi, par commodité, de représenter les positions en angle des pics de Bragg d'ordre 1, au lieu des valeurs de période. Les valeurs d'angle des pics de Bragg d'ordre 1 à viser ainsi que les limites de tolérances sont représentées en figure 17.

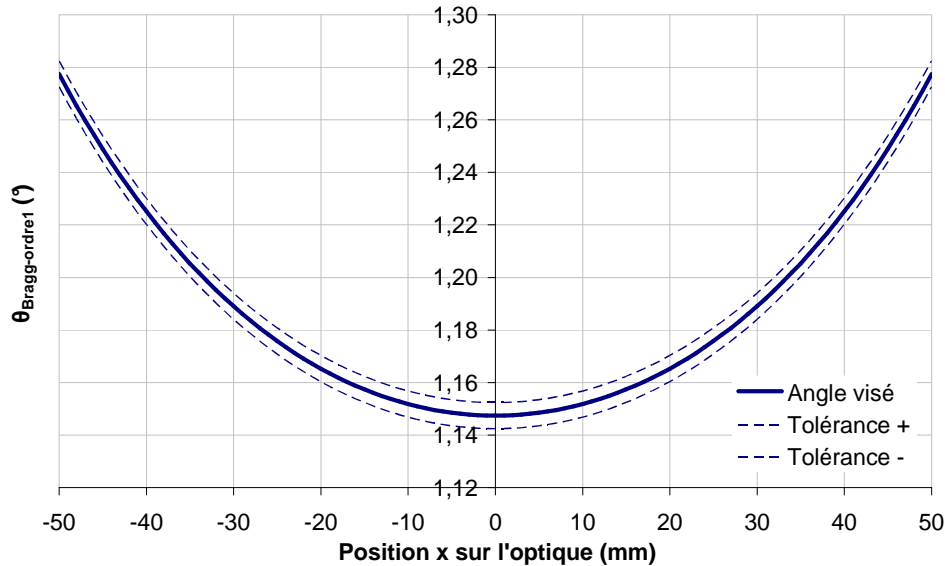


Figure 17 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour y = 0, représentées en angle des pics de Bragg d'ordre 1.

2.3. Réalisation du dépôt à gradient de période sur une optique 3D

Cette étude a été réalisée sur la machine de dépôt à géométrie linéaire de Xenocs (les lignes d'iso épaisseur sont sagittales). Différentes études préliminaires ont été nécessaires au développement du procédé de dépôt à gradient. Une première étude relative à l'uniformité des dépôts en fonction de la position des substrats a permis de définir les dimensions maximales de zone utile sur le plateau de dépôt, l'objectif étant de déterminer le nombre d'optiques pouvant être traitées simultanément. Puis, une étude de calibration en énergie nous a permis d'optimiser le gradient de période expérimentalement afin de réfléchir au mieux la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote. Finalement, après avoir obtenu un gradient de période conforme aux spécifications, plusieurs prototypes d'optiques 3D ont été fabriqués, caractérisés et testés.

2.3.1 Etude d'uniformité

Trois études d'uniformité ont été menées sur le bâti de dépôt de Xenocs. La première étude a été effectuée avec un dépôt Cr/Sc périodique, afin de déterminer la zone maximale du plateau sur laquelle les dépôts sont uniformes. La deuxième étude consiste à élaborer un dépôt Cr/Sc

périodique à gradient longitudinal, afin de déterminer la plage en y sur laquelle le gradient est uniforme. La dernière étude consiste à évaluer l'uniformité de la période de la multicouche Cr/Sc en fonction de la position sagittale sur l'optique 3D.

2.3.1.1 Evaluation de l'uniformité d'un dépôt sans variation de vitesse

Un dépôt Cr/Sc périodique de 60 périodes a été élaboré sur des échantillons plans en silicium, positionnés selon l'axe y du plateau de dépôt entre +70 mm et +430 mm, et selon l'axe x du plateau entre +120 mm et + 380 mm. Le schéma représentant le positionnement des échantillons sur le plateau est représenté en figure 18.

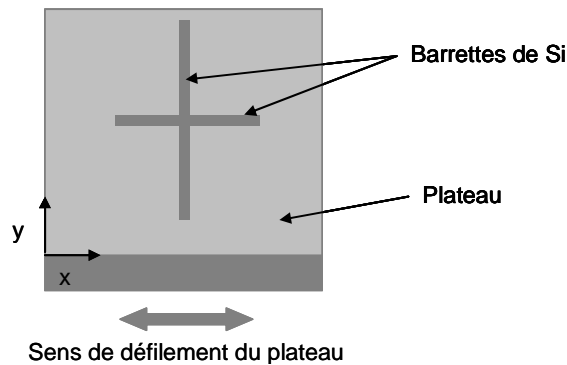


Figure 18 : Schéma représentant le placement des échantillons de silicium sur le plateau de dépôt, pour l'étude de l'uniformité d'un dépôt effectué sans variation de vitesse.

Les périodes mesurées par réflectométrie des rayons X en incidence rasante en différentes positions selon les axes x et y du substrat sur le plateau de dépôt ont déjà été présentées au chapitre 2 (figure 8). Le tableau 1 représente la synthèse des données d'uniformité selon les axes x et y du plateau. Les résultats d'uniformité ont été calculés pour $180 \text{ mm} \leq y \leq 360 \text{ mm}$ et pour $-110 \text{ mm} \leq x \leq +120 \text{ mm}$.

Données d'uniformité	Axe x du plateau	Axe y du plateau
Moyenne μ sur la période (nm)	4,08	4,09
3σ (nm)	0,04	0,03
$3\sigma/2\mu$ (%)	0,49	0,43
Δx ou Δy (mm)	230	180
Uniformité meilleure que :	$\pm 0,49\%$ sur 230 mm	$\pm 0,43\%$ sur 180 mm

Tableau 1 : Synthèse des données d'uniformité selon l'axe x et y du plateau.

D'après les résultats présentés dans le tableau 1, l'uniformité obtenue selon l'axe x du plateau est meilleure que $\pm 0,5\%$ sur 230 mm et l'uniformité obtenue selon l'axe y du plateau est de $\pm 0,43\%$ sur 180 mm (valeurs à 3σ nécessaires pour que les optiques EPMA soient conformes aux spécifications).

En conclusion, la zone d'uniformité sur le plateau de dépôt dans le cas de multicouches périodiques sans gradient est la suivante : $-110 \text{ mm} \leq x \leq +120 \text{ mm}$, $180 \text{ mm} \leq y \leq 360 \text{ mm}$.

2.3.1.2 Evaluation de l'uniformité d'un dépôt à gradient

Pour cette étude, un dépôt Cr/Sc de 60 périodes à gradient a été élaboré sur des échantillons plans. Le profil du gradient de période visé est proche du gradient théorique. Le gradient est obtenu par variation de la vitesse de passage du plateau au dessus des cibles de matériaux à déposer (cf. figure 25). Dix barrettes de silicium (de 140 mm de long, et de 20 mm de large) ont été positionnées les unes au-dessus des autres selon l'axe y du plateau (de +140 mm à + 320 mm). Un schéma représentatif du positionnement des échantillons sur le plateau est donné en figure 19.

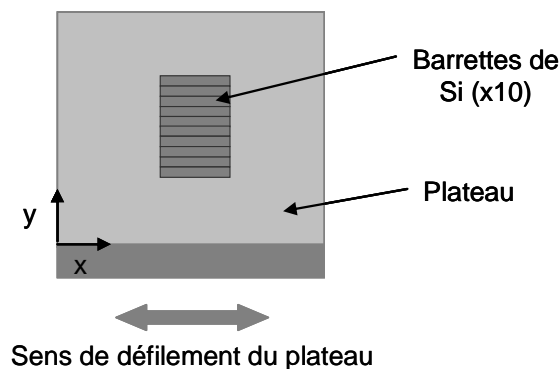


Figure 19 : Schéma représentatif du placement des échantillons de silicium sur le plateau de dépôt, pour l'étude de l'uniformité d'un dépôt à gradient.

Les périodes mesurées par réflectométrie des rayons X en incidence rasante, en différents points de chaque échantillon et ceci pour différentes positions selon l'axe y du plateau de dépôt sont représentées en figure 20.

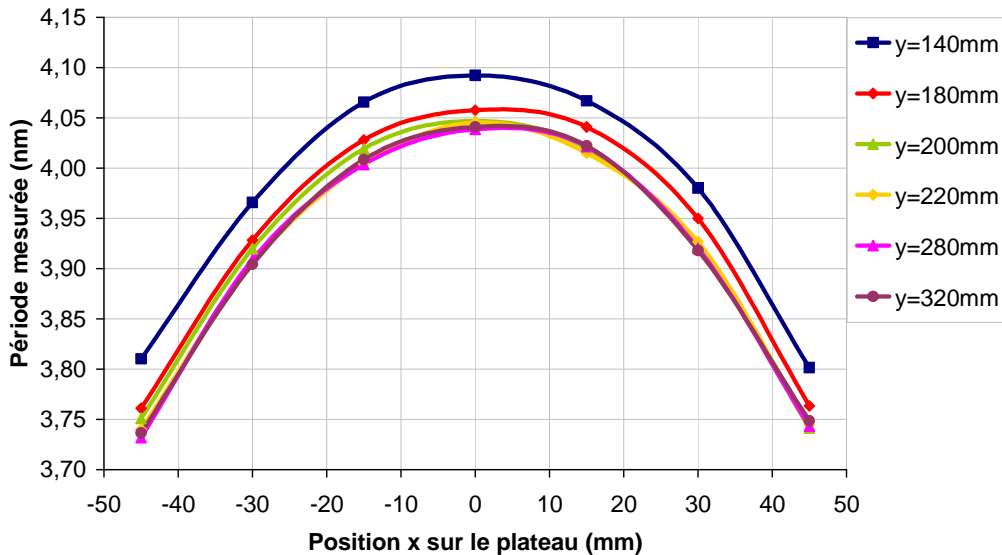


Figure 20 : Périodes d mesurées en fonction de la position x sur le plateau, pour différentes positions selon l'axe y du plateau de dépôt.

Les mesures représentées en figure 20 montrent que les courbes $d(x)$ des différents substrats sont, aux incertitudes de mesure près, superposées sur une plage en y de 100 mm ($220 \text{ mm} \leq y \leq 320 \text{ mm}$). Nous pouvons également remarquer que, du côté des $y > 320 \text{ mm}$, la période mesurée ne décroît pas encore, et de ce fait, la zone d'uniformité est certainement plus importante de ce côté ci.

Ces résultats et ceux présentés au paragraphe précédent montrent donc que la plage utile en y est comprise entre 180 et 360 mm. Il nous sera alors possible de déposer simultanément 2 mandrins, disposés de part et d'autre d'un faux mandrin de contrôle selon l'axe y du plateau (cf. figure 21).

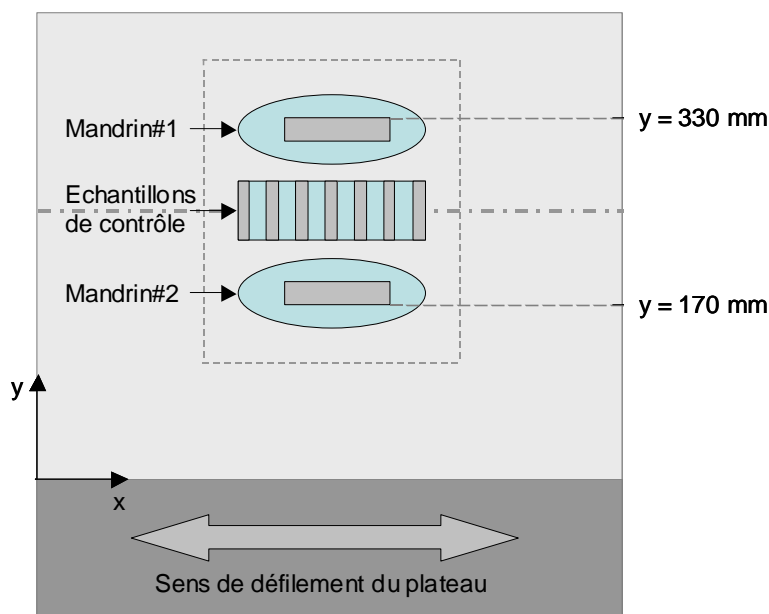


Figure 21 : Position des mandrins et du faux mandrin de contrôle sur le plateau de dépôts. La zone grise sur les mandrin représente la zone utile de l'optique 3D.

2.3.1.3 Evaluation de l'uniformité sagittale sur faux mandrin

Pour finaliser cette étude d'uniformité, nous avons voulu évaluer l'uniformité de la période de la multicouche Cr/Sc en fonction de la position sagittale sur l'optique 3D. Pour cela, nous avons réalisé un dépôt de 60 périodes sur un faux mandrin de forme cylindrique et ayant le même rayon sagittal que l'optique 3D en $x = 0$ mm. Les résultats de réflectométrie des rayons X en incidence rasante sont représentés en figure 22.

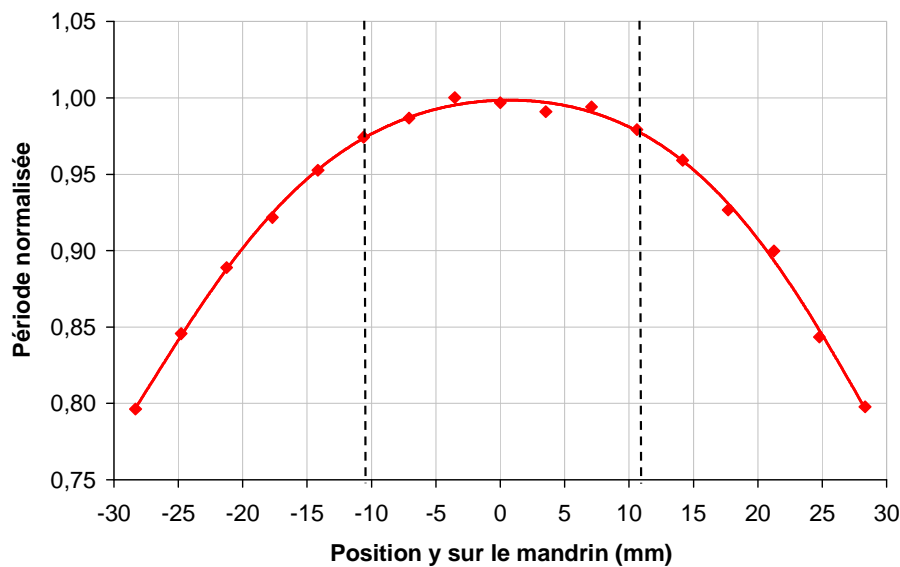


Figure 22 : Périodes mesurées normalisées selon l'axe sagittal du faux mandrin, en $x = 0$ mm. Les limites en pointillées ($y = \pm 11$ mm) représentent les bords de l'optique 3D.

Etant donné la géométrie de la machine de dépôt, il ne nous est pas possible de contrôler la variation d'épaisseur selon l'axe y du plateau. Nous pouvons néanmoins remarquer que la variation de période selon l'axe sagittal de l'optique 3D varie de moins de 0,1 nm sur la totalité de la largeur de l'optique ($y = \pm 11$ mm). Ce profil d'épaisseur nous permet de rester dans les spécifications pour $-5,5 \text{ mm} < y < +5,5 \text{ mm}$. De ce fait, il y aura des pertes de flux sur les bords de l'optique. Pour compenser ce gradient d'épaisseur en sagittal, une solution pourrait être de réoptimiser la forme des masques d'uniformité devant les cibles.

2.3.2 Calibration en énergie

L'objectif des multicouches Cr/Sc pour l'EPMA est d'avoir la meilleure réflectivité possible pour la raie $K\alpha$ de l'azote ($E = 392,4$ eV), pour un angle donné. Pour cela, la valeur de période théorique d à viser au centre de l'optique est de 4,03 nm.

Les mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation ($E = 392,4 \text{ eV}$) ont montré que la valeur de période optimisée par le calcul ($d = 4,03 \text{ nm}$) ne correspondait pas au bon angle visé ($23,26^\circ$), ce qui peut s'expliquer par des différences entre les valeurs d'indice théoriques et celles des couches élaborées. De ce fait, il nous était difficile de trouver, par la simulation, une corrélation entre les mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante (à $E = 8050,6 \text{ eV}$) et les mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation (rayonnement synchrotron). Nous avons donc choisi de réaliser une multicouche Cr/Sc à gradient linéaire de 60 périodes (longueur du substrat de 140 mm), et de mesurer la réflectivité à $E = 392,4 \text{ eV}$ en fonction de l'angle d'attaque du rayonnement θ sur la multicouche, en différents points du gradient (mesures effectuées sur une plage de 90 mm, par pas de 15 mm). Ces mesures sont représentées en figure 23. Des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante ont préalablement été effectuées, aux mêmes points de mesure que celles effectuées avec le rayonnement synchrotron.

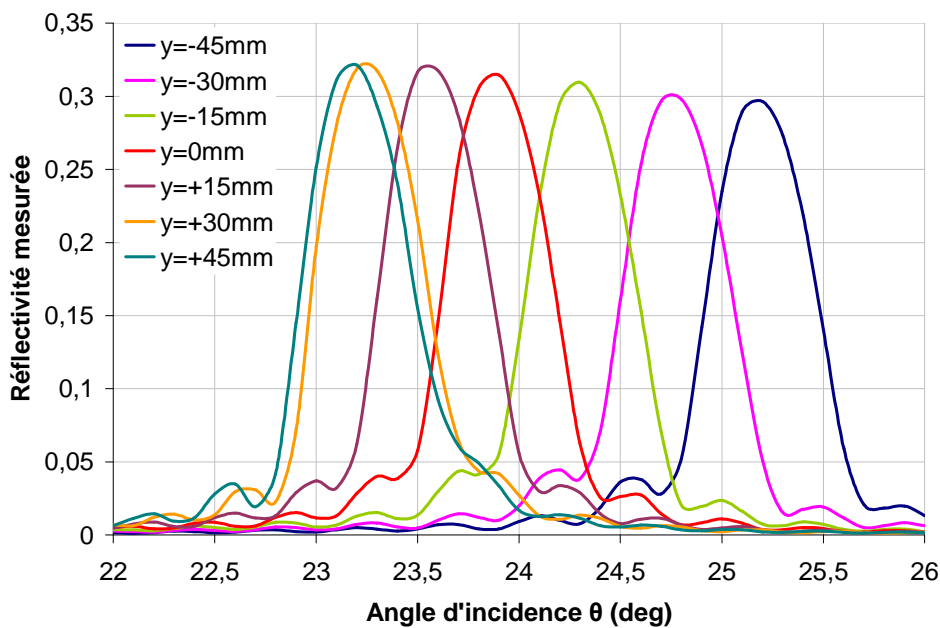


Figure 23 : Courbes de réflectivité mesurées à l'énergie d'utilisation, en fonction de l'angle d'attaque θ sur une multicouche à gradient linéaire de 60 périodes.

Le tableau 2 et la figure 24 représentent les valeurs de période mesurées par réflectométrie des rayons X en incidence rasante, pour différentes positions de mesure sur le substrat, en fonction de l'angle d'incidence θ sur la multicouche lors des mesures de réflectivité à la l'énergie d'utilisation.

y (mm)	-45	-30	-15	0	15	30	45
θ (°)	25,20	24,75	24,30	23,90	23,55	23,25	23,20
$d_{Cr/Sc}$ (nm)	3,70	3,75	3,82	3,88	3,92	3,98	4,00

Tableau 2 : Valeurs de période mesurées par réflectométrie des rayons X en incidence rasante, pour différentes positions de mesure sur le substrat, en fonction de l'angle d'incidence θ sur la multicouche lors des mesures de réflectivité à la longueur d'onde d'utilisation.

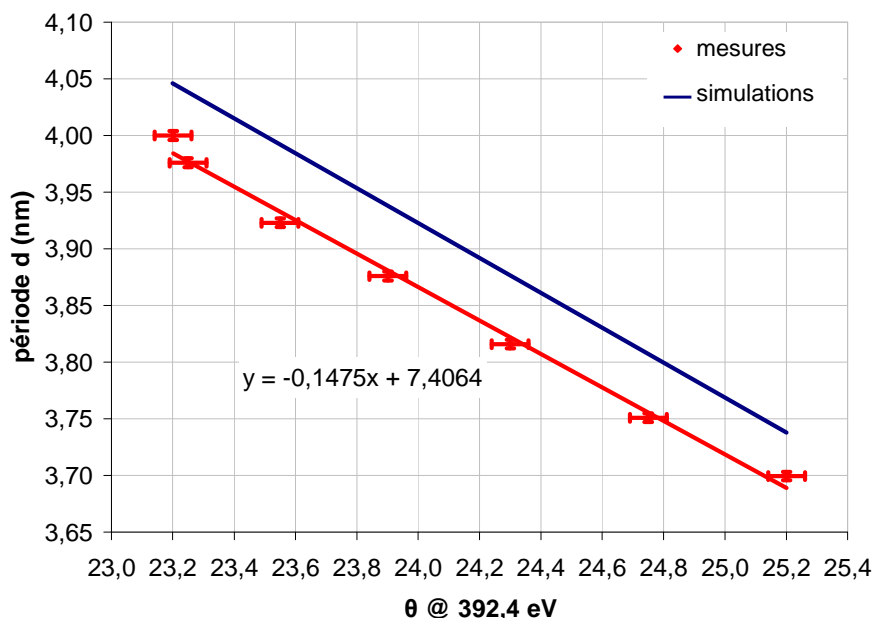


Figure 24 : Droite de calibration des valeurs de période en fonction de l'angle d'incidence θ sur la multicouche lors des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation.

A partir des résultats la figure 24, nous pouvons tirer l'équation de la droite de calibration qui est la suivante :

$$d = (-0,1475 \times \theta_{@392,4\text{eV}}) + 7,4064 \quad (4.5)$$

A partir de l'équation (4.5), nous pouvons déduire la valeur de période à viser pour obtenir une multicouche qui réfléchit à 392,4 eV, pour un angle d'incidence de $\theta = 23,26^\circ$. Cette valeur optimale de période est de : $d = 3,98$ nm. Cet écart est faible mais non négligeable par rapport aux spécifications. En effet une erreur de 0,05 nm sur la période, suffirait à faire perdre plus de la moitié de la réflectivité à 392,4 eV pour un angle donné. Cet écart est probablement dû aux différences d'indices entre ceux des couches déposées et ceux tabulés (théoriques).

2.3.3 Réalisation d'un prototype d'optique pour l'EPMA

Compte tenu de la difficulté à maîtriser l'élaboration de multicouches à gradient sur des surfaces courbes, et de la nouveauté de tels types de gradient chez Xenocs, leur mise au point a débuté sur une optique 1D, avant de réaliser des prototypes d'optiques 3D. Nous avons voulu vérifier dans un premier temps la faisabilité d'un tel gradient sur une optique 1D de longueur 50 mm. De plus, compte tenu des limitations géométriques de la réflectométrie et de la différence de géométrie des deux types d'optiques, une optique 1D (cylindre à section elliptique) peut être caractérisée par réflectométrie des rayons X en incidence rasante afin de vérifier la conformité du gradient d'épaisseur, alors que de telles mesures sont plus difficilement réalisables sur une optique 3D (ellipsoïde de révolution).

2.3.3.1 Mise au point du gradient sur une optique 1D

Comme le montrent les spécifications du dépôt (cf. § 2.2), le gradient de période à réaliser a une forme dite « en cloche ». Ce type de gradient n'avait encore jamais été effectué chez Xenocs, et sa mise au point s'est avérée plus difficile que celle d'un gradient monotone « décroissant », habituellement réalisé. La mise en place d'un nouveau type de correction de vitesse a été nécessaire pour élaborer ces gradients sur une multicouche Cr/Sc.

Les témoins utilisés pour contrôler le gradient de période sur l'optique 1D consistent en une lame de silicium plane de 140 mm de long et de 20 mm de large. La flèche sur la zone utile de l'optique 1D étant faible, il ne nous a pas semblé utile, dans un premier temps, d'utiliser le faux mandrin.

Grâce à la nouvelle méthode de correction de vitesse nous avons pu obtenir un gradient conforme aux spécifications en 4 dépôts de calage. Les paramètres utilisés pour la réalisation de ce dépôt sont les suivants : $P_{Cr} = P_{Sc} = 750 \text{ W}$, $N = 60$. Les profils de vitesse sur les cibles de Cr et de Sc sont représentés en figure 25.

Le profil du gradient ainsi élaboré est représenté en figure 26 : il a été obtenu à partir de mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante effectuées directement sur le mandrin 1D et point par point sur la lame en silicium.

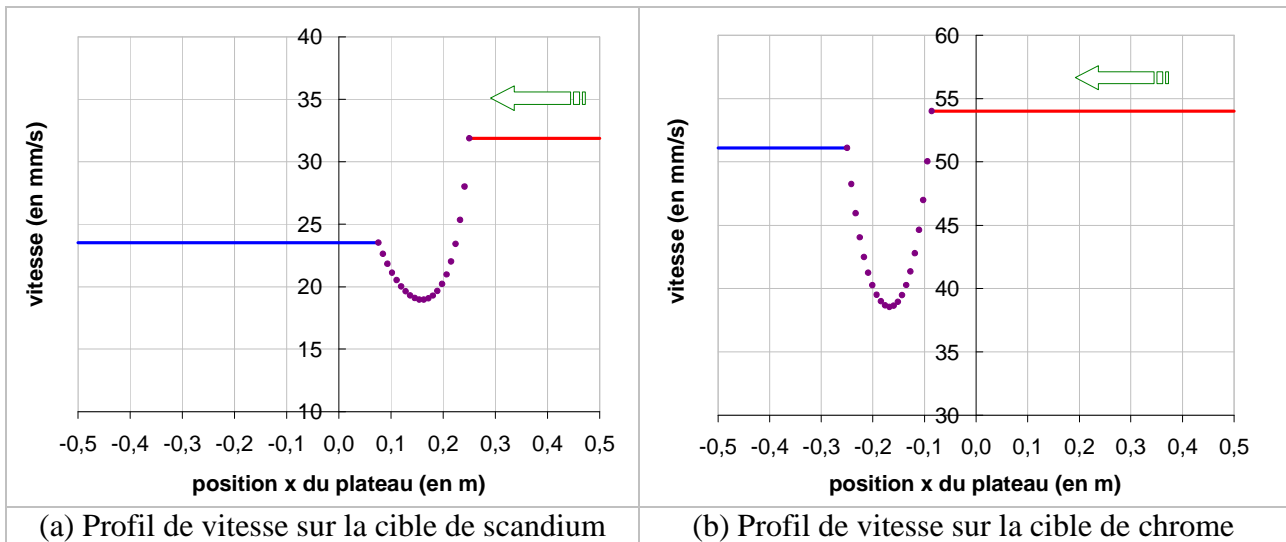


Figure 25 : Profils de vitesse du plateau au-dessus des cibles de scandium (a) et de chrome (b), utilisés pour la réalisation d'un dépôt à gradient.

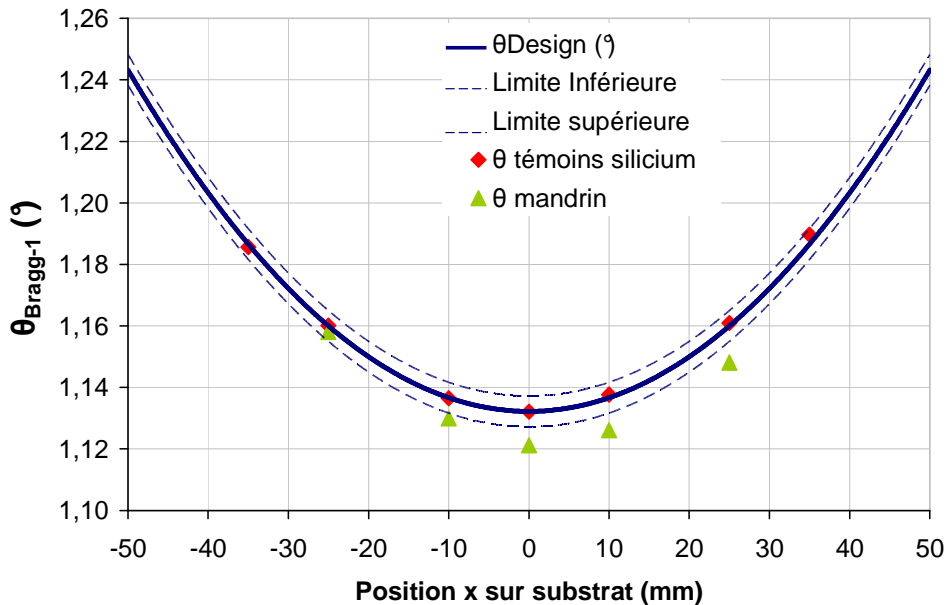


Figure 26 : Résultats des courbes de réflectométrie des rayons X en incidence rasante, représentant l'angle du pic de Bragg d'ordre 1 en fonction de la position sur le substrat de silicium (rouge) et sur le mandrin (vert), ainsi que les spécifications à viser.

Les résultats présentés en figure 26 montrent d'une part que le profil du gradient mesuré sur le témoin de silicium rentre bien dans les spécifications, et d'autre part, que le profil du gradient sur le mandrin est différent de celui sur le témoin de silicium. Le dépôt réalisé sur le mandrin, issu du même « run » que le témoin de silicium, est en dehors des spécifications à viser. Cet écart est significatif puisque l'incertitude sur l'angle du 1^{er} pic de Bragg est de $\pm 0.004^\circ$. La différence de profil du gradient peut s'expliquer par le fait que la forme courbée de l'optique affecte de manière non négligeable les épaisseurs déposées du fait de la variation de distance cible / échantillon, même si la flèche totale du mandrin 1D est faible (flèche = 1,2 mm sur 50 mm).

La différence observée entre le profil du gradient obtenu sur le mandrin et sur le témoin en silicium montre qu'une correction sur les vitesses de passage du plateau au-dessus de cibles de chrome et de scandium devra être effectuée pour que le profil du gradient sur le mandrin rentre dans les spécifications. Néanmoins, cette étude a montré la faisabilité d'un tel gradient d'épaisseur sur une optique de 50 mm.

2.3.3.2 Dépôt sur des optiques 3D

La suite de ce développement a été effectuée sur des optiques 3D. La longueur de l'optique étant plus grande, le gradient est plus difficile à maîtriser, puisque les tolérances sont resserrées et que la pente du gradient ($\Delta\theta/\Delta x$) est bien plus grande qu'auparavant. Au total, huit dépôts ont été nécessaires pour obtenir un gradient conforme aux spécifications.

Les paramètres utilisés pour la réalisation de ce dépôt sont les suivants : $P_{Cr} = P_{Sc} = 750$ W, $N = 60$. Les profils de vitesse sur les cibles de Cr et de Sc sont représentés en figure 27. Le profil du gradient, obtenu à partir des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante effectuées sur les témoins en silicium, sont représentés en figure 28. Ces témoins consistent en 7 lames de silicium planes de 50 mm de long et 10 mm de large fixées sur un faux mandrin, de $x = -75$ mm à $+75$ mm par pas de 25 mm. Ce faux mandrin est un cylindre à section elliptique dont l'ellipse est la même que celle du vrai mandrin.

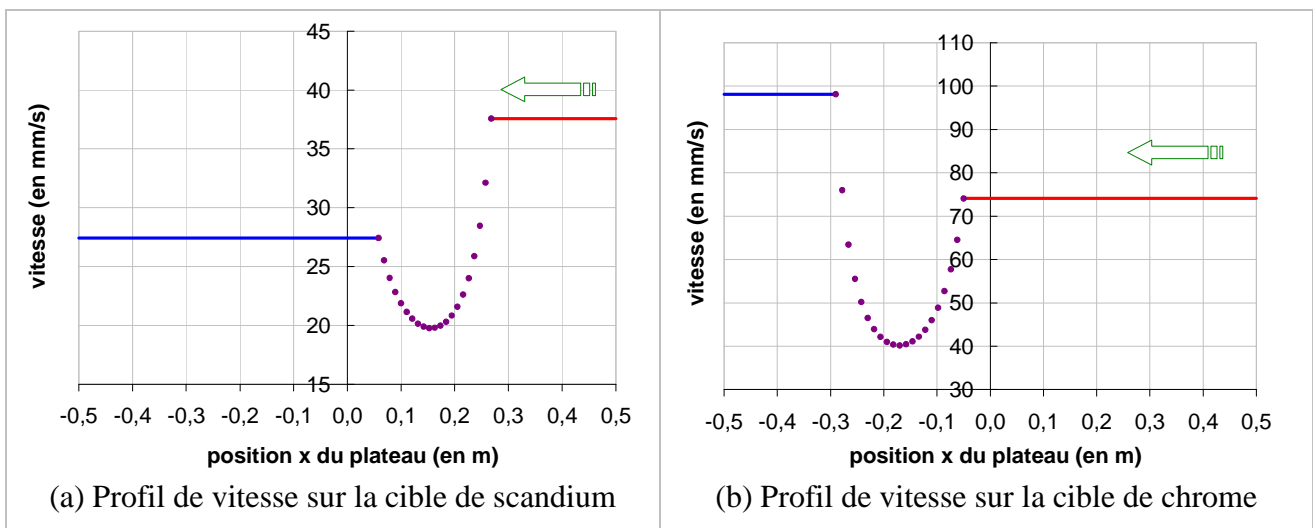


Figure 27 : Profils de vitesse du plateau au-dessus des cibles de scandium (a) et de chrome (b), utilisés pour la réalisation d'un dépôt à gradient.

Malgré les spécifications très serrées, le profil du gradient obtenu sur les témoins en silicium est très satisfaisant (cf. figure 28). Nous pouvons néanmoins remarquer un léger décalage entre le résultat de la mesure en $x = 0$ mm effectuée sur le témoin en silicium et celle effectuée sur le mandrin. La mesure de réflectométrie des rayons X en incidence rasante effectuée sur le mandrin a une incertitude plus importante que celle effectuée sur le témoin, compte tenu de sa géométrie vis-à-vis de la réflectométrie. En effet, pour obtenir des mesures sur ce type de mandrin, les réglages sont plus difficiles à effectuer (problèmes liés à l'alignement de l'échantillon), et les résultats obtenus sont à prendre avec précaution.

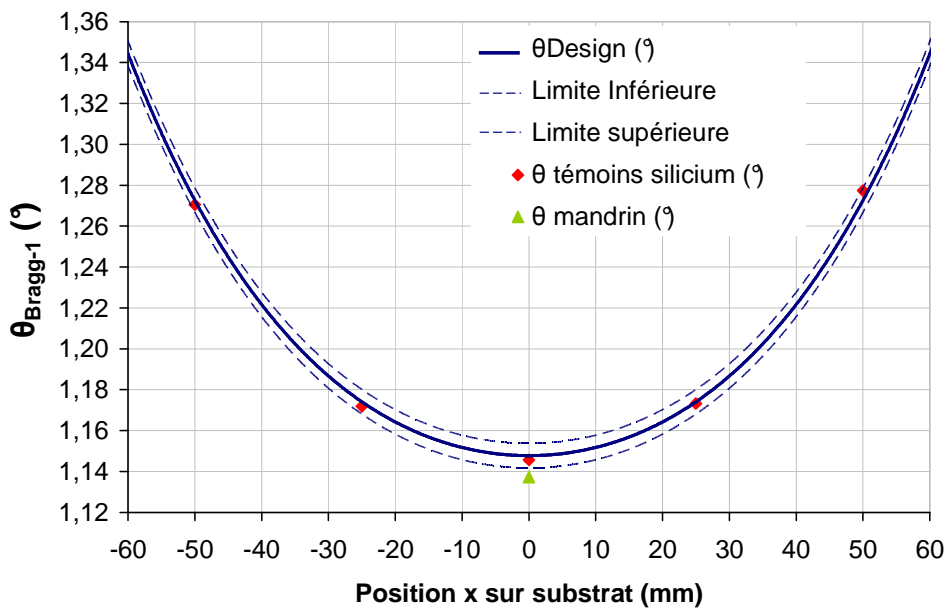


Figure 28 : Résultats des courbes de réflectométrie des rayons X en incidence rasante pour le dépôt TOM-1127, représentant l'angle du pic de Bragg d'ordre 1 en fonction de la position sur le substrat de silicium (rouge) et sur le mandrin (vert), ainsi que les spécifications à viser.

Grâce à ces développements, plusieurs prototypes d'optiques pour l'EPMA destinés à réfléchir la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote ont été fabriqués (cf. figure 29) et deux d'entre eux ont été testés et acceptés par le client. Le rendement d'optiques ayant le profil du gradient conforme aux spécifications est de 100% pour les dépôts effectués sur les six dernières optiques 3D fabriquées, et une répétabilité meilleure que 0,85 % (valeur à 3σ sur l'ensemble des points du gradient et sur les 6 dépôts effectués) a été obtenue.

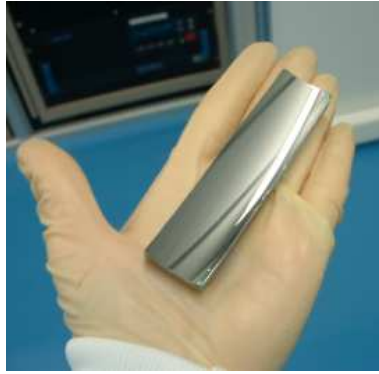


Figure 29 : Photo représentant une optique 3D (prototype d'optique pour l'EPMA).

3. Caractérisation complète d'un prototype d'optique pour l'EPMA

Une optique 3D (1127#1) a été caractérisée avec le rayonnement synchrotron, sur la ligne 6.3.2. à l'ALS (Berkeley, Etats-Unis). Dans un premier temps, nous comparerons les mesures effectuées sur l'optique avec celles effectuées sur un échantillon témoin. Puis, seront décrites les mesures effectuées à proximité de la ligne centrale de l'optique ($y=0$), et enfin nous détaillerons les mesures effectuées sur les bords de l'optique ($y \neq 0$). Une cartographie de réflectivité a été réalisée afin d'évaluer le flux total réfléchi par cette optique.

3.1. Mesures comparatives entre l'optique 3D et son témoin

Dans un premier temps, nous avons voulu quantifier les pertes de réflectivité dues au procédé de fabrication des optiques. Pour cela, nous avons comparé deux mesures, l'une effectuée au centre de l'optique 3D et l'autre sur l'échantillon témoin en silicium (cf. figure 21). Les résultats de ces mesures sont représentés en figure 30.

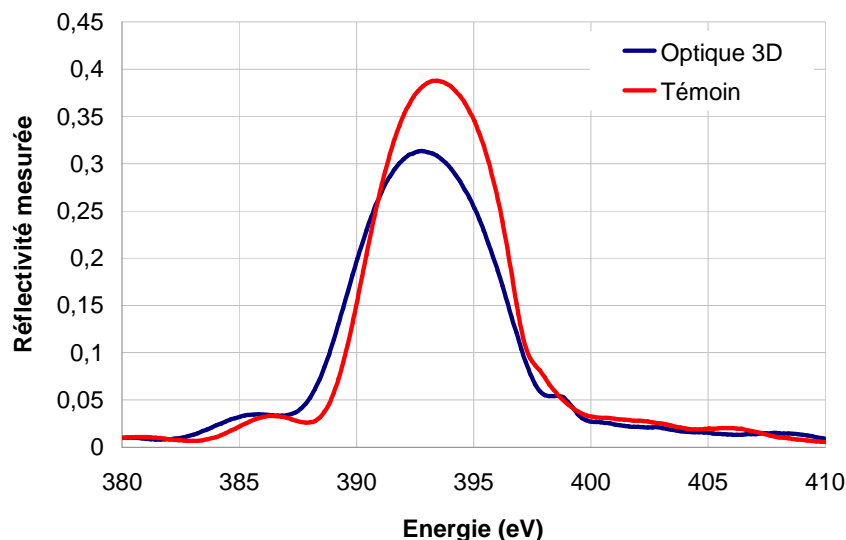


Figure 30 : Mesures de réflectivité effectuées au centre de l'optique 3D et sur le témoin en Si.

La réflectivité à 392,4 eV de l'échantillon témoin en $x = 0$ mm est de 37%, alors que la réflectivité de l'optique 3D en (0;0) est de 31% à 392.4 eV. La perte de réflectivité due au procédé de fabrication des optiques EPMA est de l'ordre de 16% en relatif. Cette perte de réflectivité peut être attribuée au procédé de réplcation et à la rugosité du mandrin, significativement plus élevée que celle d'un substrat en silicium poli.

3.2. Mesures effectuées sur la ligne centrale de l'optique

Pour effectuer des mesures sur toute la longueur de l'optique EPMA ($y = 0$), il faut préalablement l'avoir alignée. Ces optiques étant concaves, la procédure d'alignement (cf. annexe 3) est relativement complexe. Il faut d'abord rechercher le centre de l'optique avec un faisceau visible qui permet de repérer les positions en x , y et z , puis vérifier ces réglages avec les rayons X. Il faut ensuite affiner ces réglages en se déplaçant le long de l'optique, le but étant de s'assurer que le faisceau de rayons X arrive bien sur la surface de l'optique avec l'angle d'incidence considéré aux coordonnées souhaitées, et qu'il soit réfléchi au centre du détecteur. Cette procédure d'alignement nous a amené à corriger légèrement les angles d'incidence en fonction de la position en x sur l'optique pour obtenir du flux sur le détecteur. Le tableau 3 répertorie les angles utilisés lors des trois séries de mesures effectuées à proximité de la ligne centrale de l'optique. θ_{total} est l'angle entre le faisceau incident et la face arrière de l'optique.

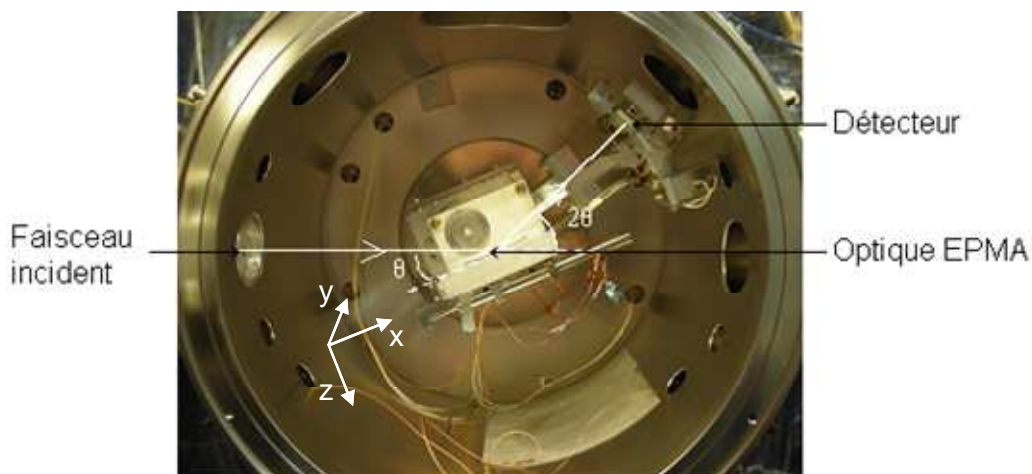


Figure 31 : Photo représentant une vue latérale de l'enceinte de mesure avec l'optique 3D dans son montage pour les mesures de réflectivité.

x (mm) sur miroir	θ total calculé (°)	θ total réel (°) mesure n°1	θ total réel (°) mesure n°2	θ total réel (°) mesure n°3
-40	34,51	-	-	-
-35	32,72	33,08	33,09	33,08
-30	31,08	31,37	31,38	31,35
-25	29,57	29,78	29,78	29,77
-20	28,15	28,31	28,30	28,28
-15	26,83	26,93	26,92	26,91
-10	25,58	25,64	25,63	25,62
-5	24,39	24,43	24,43	24,41
0	23,26	23,26	23,26	23,26
5	22,18	22,15	22,15	22,15
10	21,15	21,08	21,06	21,06
15	20,15	20,05	20,00	20,00
20	19,18	19,03	18,97	18,97
25	18,24	18,01	17,95	17,95
30	17,32	17,02	16,96	16,94
35	16,42	16,08	15,98	15,97
40	15,54	15,16	15,01	15,00
45	14,66	14,23	14,05	14,03
50	13,79	-	-	-

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des angles de mesure de l'optique 3D. Les 3 séries de mesures ont été effectuées à proximité de la ligne centrale de l'optique ($y \sim 0$).

Un réseau de courbes de réflectivité mesurées sur la ligne centrale de l'optique EPMA 1127#1 est représenté en figure 32. Les résultats des trois séries de mesures sont représentées en figure 33.

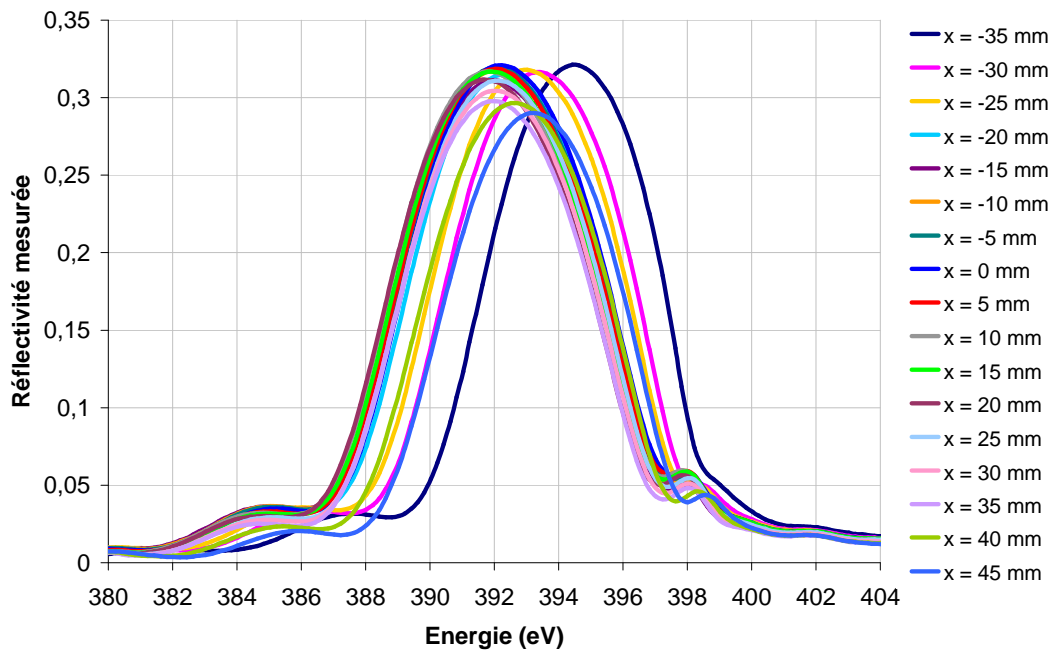


Figure 32 : Réseau de courbes de réflectivité obtenues le long de la ligne centrale de l'optique 3D.

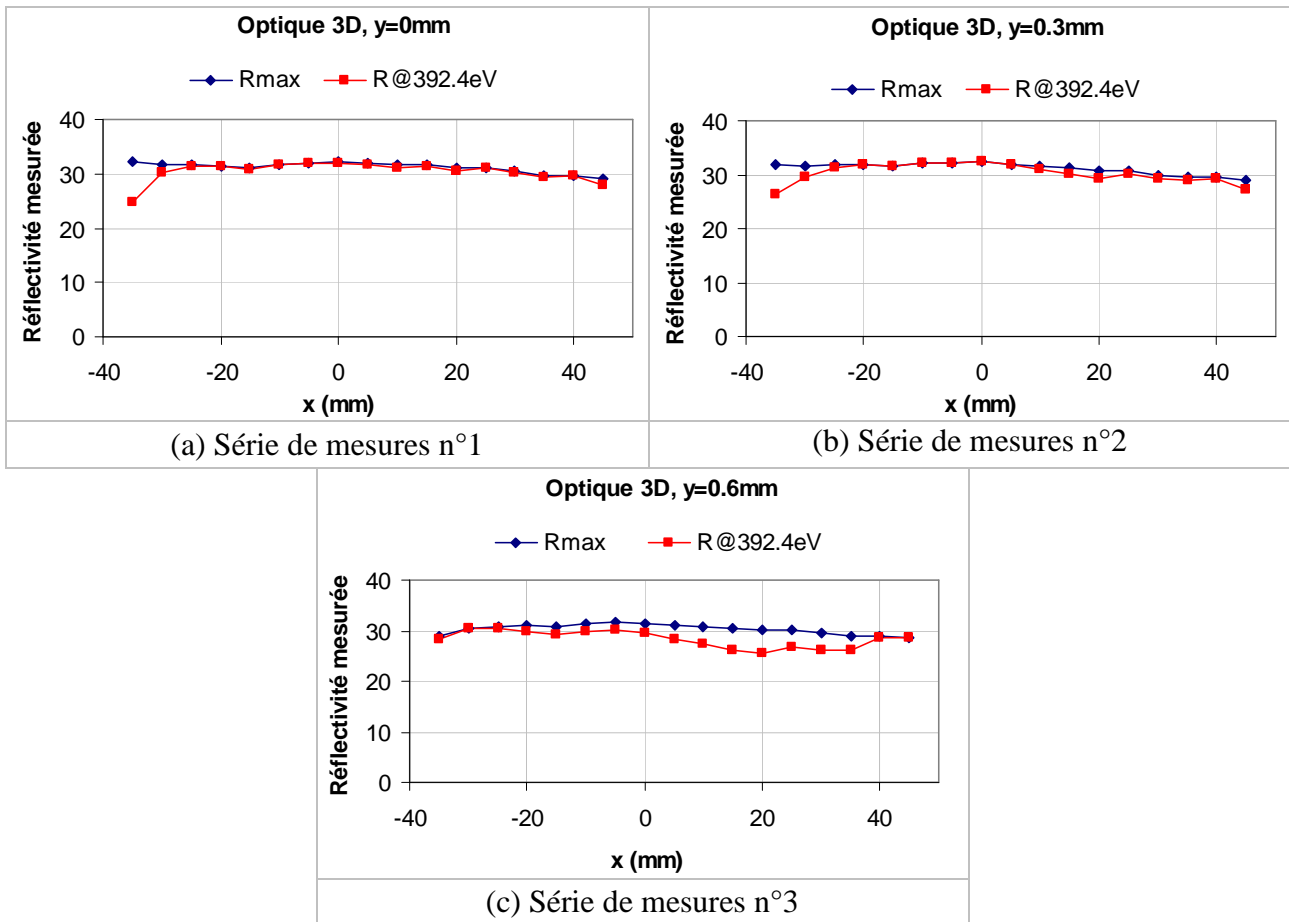


Figure 33 : Résultats des trois séries de mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron, proches de la ligne centrale de l'optique EPMA 1127#1.

Les trois séries de mesures (cf. figure 33) n'ont pas été effectuées exactement sur la même ligne longitudinale. Ceci vient du fait que nous avons dû jouer sur la position en y de l'optique pour nous affranchir au mieux du tilt (cf. annexe 3). Les séries de mesures n°1 et n°2 ont été effectuées l'une à la suite de l'autre, sans que l'optique ne soit démontée de son support. La principale différence entre ces séries de mesures vient du fait que, pour la série n°2, nous avons essayé de régler la position en z pour chaque position en x de l'optique afin d'affiner nos réglages.

Les résultats des trois séries de mesures mettent en évidence de légères différences entre les profils de réflectivité obtenus, dues aux incertitudes sur l'angle d'incidence réel. Les valeurs de R_{max} pour les 3 séries de mesures sont proches, et la différence majeure est observée par les profils de réflectivité à 392,4 eV, c'est-à-dire par la position des pics de réflectivité. Nous pouvons néanmoins remarquer que les profils obtenus pour les séries de mesures n°1 et n°2 sont très proches, ce qui montre que les erreurs d'alignement sur la position en z ont un effet négligeable sur la position du pic. De plus, une erreur d'alignement de 0,3 mm en y ne semble pas critique, du moins pour une mesure proche de la ligne centrale de l'optique. Finalement, nous pouvons voir que la réflectivité à 392,4 eV est uniforme tout le long de l'optique, ce qui montre que le profil du gradient

de période sur la ligne centrale de l'optique est correct. Enfin, pour les séries de mesures n°1 et n°2, la réflectivité maximale est égale à celle à 392,4 eV en quasiment tous les points de la ligne centrale de l'optique, ce qui montre que les valeurs de périodes en ces points sont proches de la valeur optimale.

3.3. Mesures effectuées sur les bords de l'optique

L'alignement de l'optique pour la mesurer sur les bords ($y \neq 0$) est complexe, la variation du tilt (cf. Chapitre 2) n'étant pas suffisante et son réglage étant approximatif. De ce fait, nous avons dû utiliser un autre porte-substrat permettant d'utiliser des cales pour incliner l'optique. Tout comme pour les mesures effectuées sur la ligne centrale de l'optique, la procédure d'alignement des optiques EPMA en $y \neq 0$ nous a amené à corriger légèrement les angles d'incidences en fonction de la position en x sur l'optique. Les quatre séries de mesures, dont les résultats sont représentés en figure 34, ont été effectuées pour $y = -5,2$ mm, $-3,8$ mm, $+3,05$ mm et $+5,3$ mm.

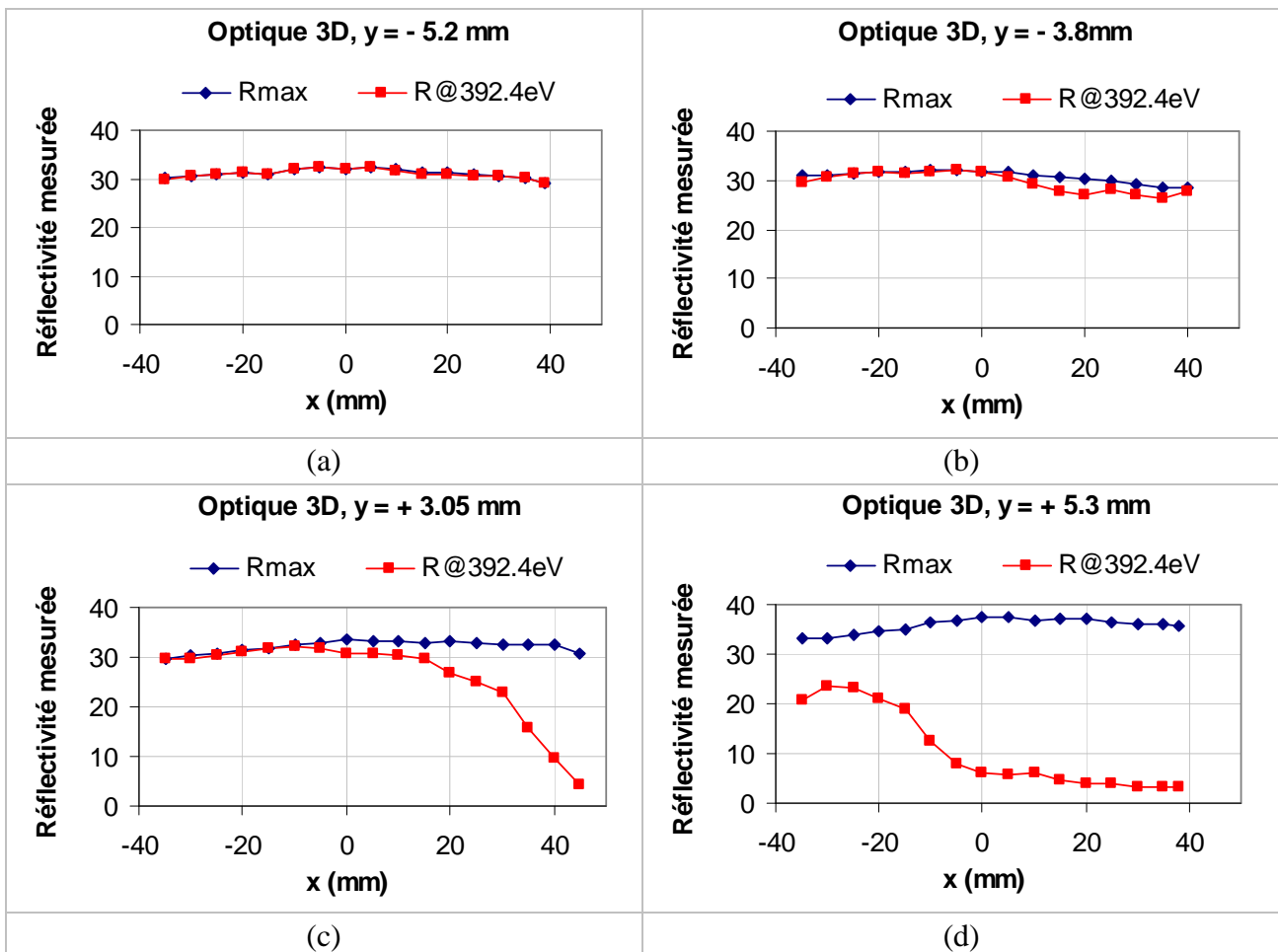


Figure 34 : Résultats des séries de mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron sur des lignes longitudinales de l'optique 3D, pour différentes positions en y .

Nous pouvons remarquer que, pour les valeurs de y négatives (figures 34(a) et (b)), le profil de réflectivité à 392,4 eV est uniforme sur toute la longueur de l'optique. Les valeurs de réflectivité obtenues sont du même ordre de grandeur que celles de la ligne centrale ($y=0$). La forme de l'optique ne semble pas affecter le profil du gradient de période de ce côté de l'optique : nous pouvons en effet remarquer que les valeurs de réflectivité à 392,4 eV sont quasiment superposées aux valeurs de réflectivité maximales, ce qui montre que le profil du gradient est quasiment parfait.

Les profils de réflectivité à 392,4 eV obtenus pour les valeurs de y positives (figures 34(c) et (d)) sont beaucoup moins satisfaisants. Plus on s'éloigne de la ligne centrale de l'optique, plus le profil de réflectivité à 392,4 eV se dégrade. Par contre, les valeurs de réflectivités R_{\max} restent élevées, ce qui montre que la qualité de la multicouche reste bonne sur toute l'optique. Le problème de baisse de réflectivité à 392,4 eV est donc dû au gradient de période (le pic de réflectivité n'est pas centré à 392,4 eV). Nous pouvons aussi remarquer que les valeurs de réflectivité maximale ont tendance à augmenter légèrement ($R_{\max} \sim 37\%$) lorsque les valeurs de réflectivités à 392,4 eV diminuent. Ceci vient du fait que la période de la multicouche devient alors optimale pour une énergie légèrement plus proche du seuil du scandium à l'angle considéré, et donc que les différences d'indices entre les deux matériaux constituant l'empilement augmentent.

La forme de l'optique semble affecter le profil du gradient de période du côté des y positifs de l'optique. L'explication la plus probable serait que cette partie de l'optique soit en limite de zone d'uniformité du plateau porte-substrat lors du dépôt. En effet, cette optique était positionnée sur le plateau de dépôt de telle façon à ce que la ligne centrale de l'optique ($y = 0$ mm) soit en $y = +320$ mm sur le plateau, et les y positifs de l'optique correspondent aux $y > +320$ mm sur le plateau. Nous avons pu définir une zone d'uniformité sur le plateau de dépôt allant jusqu'à $y = +360$ mm, mais étant donné la forme du mandrin et le profil d'émission du plasma, la partie des y positifs de l'optique se trouve donc en limite de zone d'uniformité.

Des mesures de réflectivité en sagittal (le long de l'axe y de l'optique) ont été effectuées en $x = 0$ mm. Ces mesures ont confirmé de manière qualitative les résultats obtenus pour les mesures effectuées en longitudinal pour les y positifs, mais des mesures quantitatives de réflectivité n'ont pas pu être réalisées dans ce sens à cause de la courbure trop importante de l'optique selon y (problème de divergence trop grande du faisceau après l'optique : le faisceau est plus grand que le détecteur).

3.4. Conclusion sur les mesures de réflectivité effectuées sur l'optique 3D

A partir des mesures de réflectivité effectuées sur les cinq lignes longitudinales décrites ci-dessus ($y = -5,2$ mm, $y = -3,8$ mm, $y = 0$ mm, $y = + 3,05$ mm et $y = +5,3$ mm), nous avons représenté en figure 35 une cartographie de la réflectivité mesurée sur la surface totale de l'optique. La zone bleue correspond à la zone de l'optique non mesurée et nous avons supposé que la réflectivité y était nulle.

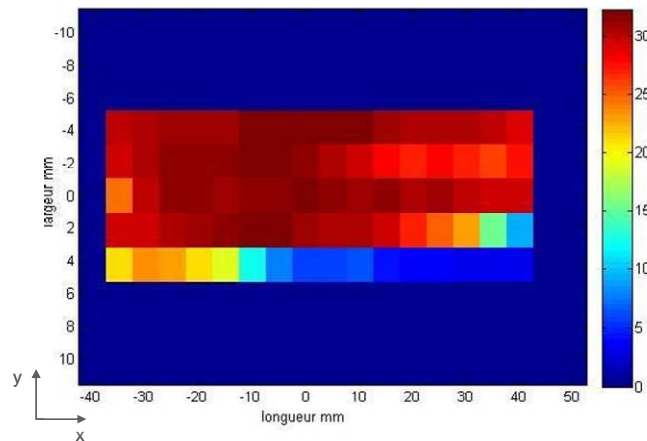


Figure 35 : Cartographies de la réflectivité mesurée sur une optique 3D.

Les résultats présentés en figure 35 montrent bien que, sur la zone de l'optique où les mesures de réflectivité ont été effectuées, la réflectivité à $E = 392,4$ eV est relativement uniforme et est de l'ordre de 25 à 30 %, à l'exception du côté des y positifs où elle diminue fortement, comme décrit dans le paragraphe précédent.

Pour aller plus loin dans l'analyse des résultats, nous avons effectué des calculs du flux réfléchi par l'optique 3D à partir des profils de réflectivité mesurés, et nous les avons comparés avec des estimations de flux calculées avec le gradient de période théorique idéal, et le gradient de période mesuré sur les témoins de l'optique 3D déduit des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante. Les résultats de ces calculs de flux sont représentées en figure 36.

Pour calculer le flux réfléchi par une optique EPMA, nous avons tenu compte de la géométrie du système (cf. § 1. de ce chapitre), qui permet de calculer la distribution de l'éclairement le long du miroir, et des profils de réflectivité longitudinal et sagittal. Dans le cas de la figure 36(a), le profil de réflectivité longitudinal est le profil théorique parfait. Dans le cas de la figure 36(b), le profil de réflectivité longitudinal est calculé à partir du profil du gradient mesuré par réflectométrie des rayons X en incidence rasante. Pour ces deux figures, le profil de réflectivité sagittal est calculé à partir du profil du gradient mesuré par réflectométrie des rayons X en incidence rasante représenté

en figure 20 de ce chapitre. Dans le cas de la figure 36(c), nous avons utilisé les résultats de la cartographie de réflectivité mesurée à l'énergie d'utilisation (cf. figure 35).

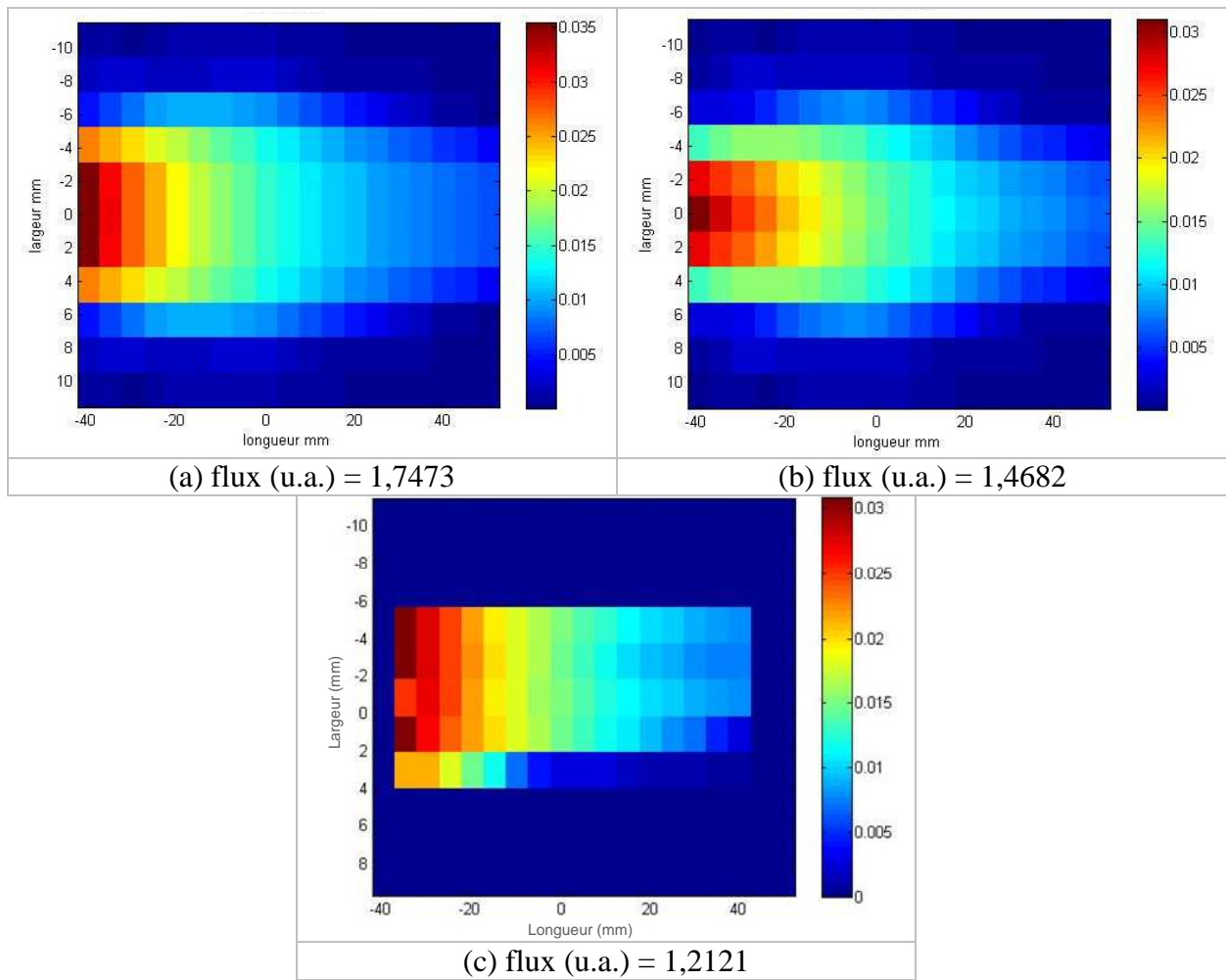


Figure 36 : Cartographies de flux pour une optique EPMA. (a) flux théorique, (b) flux calculé à partir des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante, (c) flux calculé à partir des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation.

Les résultats des calculs de flux obtenus à partir des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation (figure 36(c)) montrent que l'on obtient 69% du flux théorique, alors qu'à partir des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante nous obtenons 84% du flux théorique (figure 36(b)). Bien que le calcul de flux effectué à partir des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation soit pessimiste, les résultats obtenus montrent que le calcul de flux effectué à partir des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante n'est pas réaliste. Ceci s'explique certainement par les pertes de réflectivité mises en évidence au § 2.4.4 sur la partie des y positifs de l'optique 3D.

La caractérisation complète de l'optique EPMA nous a permis de montrer que le profil de réflectivité de la multicouche Cr/Sc sur la ligne centrale de l'optique est uniforme, ce qui montre que le gradient de période est proche du profil théorique. Nous avons pu également mettre en évidence le problème de positionnement des optiques sur le plateau lors du dépôt puisque le profil de réflectivité obtenu du côté des y positifs de l'optique 3D chute anormalement, comparativement au profil de réflectivité obtenu du côté des y négatifs. Ces résultats nous permettront par la suite de modifier la position des optiques lors du dépôt afin d'augmenter leur performance.

4. Conclusion

L'étude préliminaire menée au LCFIO a permis de démontrer la faisabilité de l'élaboration du dépôt à gradient de période sur une optique 1D de 50 mm de long. Le transfert de ce procédé chez Xenocs nous a permis d'une part de valider sa faisabilité sur un autre système de dépôt, et d'autre part de fabriquer plusieurs prototypes d'optiques 3D pour l'EPMA pour la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote. Deux de ces prototypes ont été testés et acceptés par le client.

Les mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron sur l'optique 3D ont permis d'obtenir des résultats très intéressants. Nous avons pu quantifier les pertes de réflectivité induites par le procédé de réplique, qui se sont avérées non négligeables. Ces pertes ont pu être estimées à environ 16%. La cartographie de réflectivité effectuée sur cette optique a montré que le profil de réflectivité à 392,4 eV est uniforme sur toute sa longueur, aussi bien en son centre ($y = 0$) que pour les y négatifs. Par contre, plus on s'éloigne de la ligne centrale de l'optique vers les y positifs, plus le profil de réflectivité à 392,4 eV se dégrade. Pour éviter ce genre de problème à l'avenir, il faudra décaler le mandrin lors du dépôt afin qu'il se situe plus au centre de la zone d'uniformité.

La méthodologie employée pour réaliser ces prototypes EPMA pour la raie d'émission $K\alpha$ de l'azote nous a permis de gagner du temps pour la fabrication d'autres optiques 3D pour le même type d'application, mais pour réfléchir la raie d'émission $K\alpha$ du bore (cf. annexe 4).

Figures du chapitre 4

Figure 1 : Exemple de miroirs courbés. (a) miroir collimatant courbé paraboliquement. (b) miroir focalisant courbé elliptiquement.	111
Figure 2 : (a) Principe général d'un système EPMA. (b) Coupe 2D de l'optique EPMA dans son montage : le point source et son image au niveau du diaphragme devant le détecteur sont placés aux deux foyers de l'ellipse. a et b sont les deux paramètres définissant l'ellipse.	112
Figure 3 : Schéma représentant les optiques 1D (a) et 3D (b).	113
Figure 4 : Spécifications sur les angles d'incidence rasants le long de l'optique 1D.	114
Figure 5 : Courbe de la réflectivité calculée de la multicouche Cr/Sc à 392,4 eV en fonction de sa période d, pour un angle de 23,26°. Les pointillés représentent les périodes d correspondant à 50% de la réflectivité maximale calculée.	115
Figure 6 : Schéma représentant une vue de dessus de l'optique 1D.	115
Figure 7 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour y = 0 (a) et y = ± 11 mm (b). Spécifications sur le gradient de période selon y, pour x = 0 (c) et x = ± 25 mm (d).	116
Figure 8 : Profil d'épaisseur normalisé selon x (en y=0) simulé sur le mandrin, avec le profil à viser et ses tolérances ($d_{norm\ min}$ et $d_{norm\ max}$).	117
Figure 9 : Schéma représentant le positionnement des substrats en silicium sur le porte-échantillons.	118
Figure 10 : Courbes de réflectométrie des rayons X rasants pour trois échantillons situés sur la ligne centrale de l'optique (y = 0 mm, x = -25 mm, 0 mm et + 25 mm).	119
Figure 11 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur substrat plan, sans utiliser de variation de vitesse. (a) période mesurée selon x, pour y=0 mm, (b) période mesurée selon x, pour y=±11 mm, (c) période mesurée selon y, pour x=0 mm, (d) période mesurée selon y, pour x=±25 mm.	120
Figure 12 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur faux mandrin, sans utiliser de variation de vitesse. (a) période mesurée selon x, pour y=0 mm, (b) période mesurée selon x, pour y=±11 mm, (c) période mesurée selon y, pour x=0 mm, (d) période mesurée selon y, pour x=±25 mm.	121
Figure 13 : Gradient de période mesuré pour un dépôt réalisé sur faux mandrin, avec une variation de vitesse de 10%. (a) période mesurée selon x, pour y=0 mm, (b) période mesurée selon x, pour y=±11 mm, (c) période mesurée selon y, pour x=0 mm, (d) période mesurée selon y, pour x=±25 mm.	122
Figure 14 : Coupe 2D de l'optique EPMA dans son montage.	123
Figure 15 : Spécifications sur les angles d'incidence le long de l'optique 3D.	124
Figure 16 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour y = 0.	124
Figure 17 : Spécifications sur le gradient de période selon x pour y = 0, représentées en angle des pics de Bragg d'ordre 1.	125
Figure 18 : Schéma représentant le placement des échantillons de silicium sur le plateau de dépôt, pour l'étude de l'uniformité d'un dépôt effectué sans variation de vitesse.	126

Figure 19 : Schéma représentatif du placement des échantillons de silicium sur le plateau de dépôt, pour l'étude de l'uniformité d'un dépôt à gradient.....	127
Figure 20 : Périodes d mesurées en fonction de la position x sur le plateau, pour différentes positions selon l'axe y du plateau de dépôt.....	128
Figure 21 : Position des mandrins et du faux mandrin de contrôle sur le plateau de dépôts. La zone grise sur les mandrin représente la zone utile de l'optique 3D.	128
Figure 22 : Périodes mesurées normalisées selon l'axe sagittal du faux mandrin, en $x = 0$ mm. Les limites en pointillées ($y = \pm 11$ mm) représentent les bords de l'optique 3D.	129
Figure 23 : Courbes de réflectivité mesurées à l'énergie d'utilisation, en fonction de l'angle d'attaque θ sur une multicouche à gradient linéaire de 60 périodes.....	130
Figure 24 : Droite de calibration des valeurs de période en fonction de l'angle d'incidence θ sur la multicouche lors des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation.....	131
Figure 25 : Profils de vitesse du plateau au-dessus des cibles de scandium (a) et de chrome (b), utilisés pour la réalisation d'un dépôt à gradient.....	133
Figure 26 : Résultats des courbes de réflectométrie des rayons X en incidence rasante, représentant l'angle du pic de Bragg d'ordre 1 en fonction de la position sur le substrat de silicium (rouge) et sur le mandrin (vert), ainsi que les spécifications à viser.	133
Figure 27 : Profils de vitesse du plateau au-dessus des cibles de scandium (a) et de chrome (b), utilisés pour la réalisation d'un dépôt à gradient.....	134
Figure 28 : Résultats des courbes de réflectométrie des rayons X en incidence rasante pour le dépôt TOM-1127, représentant l'angle du pic de Bragg d'ordre 1 en fonction de la position sur le substrat de silicium (rouge) et sur le mandrin (vert), ainsi que les spécifications à viser.	135
Figure 29 : Photo représentant une optique 3D (prototype d'optique pour l'EPMA).	136
Figure 30 : Mesures de réflectivité effectuées au centre de l'optique 3D et sur le témoin en Si.....	136
Figure 31 : Photo représentant une vue latérale de l'enceinte de mesure avec l'optique 3D dans son montage pour les mesures de réflectivité.	137
Figure 32 : Réseau de courbes de réflectivité obtenues le long de la ligne centrale de l'optique 3D.	138
Figure 33 : Résultats des trois séries de mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron, proches de la ligne centrale de l'optique EPMA 1127#1.	139
Figure 34 : Résultats des séries de mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron sur des lignes longitudinales de l'optique 3D, pour différentes positions en y.	140
Figure 35 : Cartographies de la réflectivité mesurée sur une optique 3D.	142
Figure 36 : Cartographies de flux pour une optique EPMA. (a) flux théorique, (b) flux calculé à partir des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante, (c) flux calculé à partir des mesures de réflectivité à l'énergie d'utilisation.....	143

Références du chapitre 4

- [1] H. Göbel, paper I01, *ACA Meeting*, Pittsburgh (1992).
 - [2] H. Göbel, *Abstract 38th Denver Conference on Application of X-ray Analysis* (August 1-5, 1995, Steamboat Springs, Colorado, USA).
 - [3] M. Schuster and H. Göbel, “Parallel-beam coupling into channel-cut monochromators using curved graded multilayers”, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **28**(A4), A270 (1995)
 - [4] A. Hardouin, “Maîtrise des performances et de la réalisation de revêtements multicouches pour des optiques dans le domaine de l’extrême ultraviolet”, Stage de DEA de l’université Paris Sud, 2004
-