

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
-----------------------------	---

CHAPITRE 1 FILTRES OPTIQUES INTERFERENTIELS, ELEMENTS OPTIQUES DIFFRACTIFS ET VERRES DE CHALCOGENURES	5
--	----------

1.1 Filtres optiques interférentiels	5
1.1.1 <i>Contexte</i>	5
1.1.2 <i>Introduction au formalisme couches minces optiques et structures interférentielles de bases</i>	6
1.1.2.1 Phénomène d'interférences.....	7
1.1.2.2 Structure antireflet	7
1.1.2.3 Miroir diélectrique quart-d'onde	8
1.1.2.4 Filtre passe bande étroite ou Fabry-Perot	10
1.1.3 <i>Formalisme matriciel des couches minces optiques</i>	12
1.2 Eléments diffractifs optiques	13
1.2.1 <i>Contexte</i>	13
1.2.2 <i>Design et production d'EODs</i>	14
1.2.3 <i>Applications des EODs</i>	15
1.3 Verres de chalcogénures.....	16
1.3.1 <i>Propriétés des chalcogénures.....</i>	16
1.3.1.1 Composition et structure des verres de chalcogénures	16
1.3.1.2 Propriétés optiques	18
1.3.2 <i>Exemple d'applications : fibre optiques et mémoire à changement de phase.</i>	19
1.3.3 <i>Couche minces de chalcogénures.....</i>	22
1.4 Conclusion	22

PARTIE IDEPOT ET CARACTERISATION DE MONOCOUCHE A BASE DE MATERIAUX OXYDES ET NON-OXYDES DEPOSEES PAR EVAPORATION PAR CANON A ELECTRONS	27
--	----

CHAPITRE 2 DEPOT DE MONOCOUCHE PAR EVAPORATION PAR CANON A ELECTRONS	31
--	-----------

2.1 Introduction	31
2.1.1 <i>Les techniques de dépôts de couches minces optiques</i>	31
2.1.1.1 Le dépôt chimique en phase vapeur.....	31
2.1.1.2 Le dépôt physique en phase vapeur	32
2.1.2 <i>Contexte et choix du bâti pour le dépôt de couches à base de verres de chalcogénures</i>	34

2.2	Mise en fonctionnement du bâti Balzers BAK600.....	35
2.2.1	<i>Présentation du bâti.....</i>	35
2.2.1.1	Description du bâti.....	35
2.2.1.2	Déroulement d'un dépôt.....	35
2.2.2	<i>Paramètres de dépôts contrôlés par microbalance à quartz.....</i>	36
2.2.2.1	Paramètres de dépôt.....	36
2.2.2.2	Paramètres de contrôle PID.....	37
2.3	Dépôt de monocouches minces optiques.....	40
2.3.1	<i>Dépôt de monocouches de Ta_2O_5.....</i>	40
2.3.2	<i>Dépôt de monocouches de SiO_2.....</i>	41
2.3.3	<i>Dépôt de monocouche d'AMTIR-1.....</i>	45
2.4	Contrôle optique <i>in-situ</i>.....	46
2.4.1	<i>Principe de fonctionnement d'un contrôle optique monochromatique in-situ ..</i>	47
2.4.2	<i>Intérêts et limites du contrôle optique monochromatique</i>	48
2.4.3	<i>Description du système.....</i>	49
2.5	Conclusion	51
CHAPITRE 3	CARACTERISATIONS OPTIQUES DE COUCHES MINCES OPTIQUES.....	55
3.1	Introduction	55
3.2	Paramètres optiques d'une monocouche.....	55
3.2.1	<i>Indice de réfraction des matériaux.....</i>	55
3.2.2	<i>Modèles de dispersion.....</i>	56
3.2.2.1	Modèles de dispersion classiques.....	56
3.2.2.2	Relations de Kramers-Kronig.....	57
3.2.2.3	Modèle de Tauc-Lorentz.....	58
3.3	Détermination d'indices et d'épaisseurs par spectrophotométrie.....	60
3.3.1	<i>Introduction à la spectrophotométrie.....</i>	60
3.3.1.1	Principe du spectrophotomètre.....	61
3.3.1.2	Perkin Elmer Lambda 1050.....	61
3.3.2	<i>Méthodes de détermination d'indices et d'épaisseurs</i>	64
3.3.2.1	Méthode des enveloppes.....	64
3.3.2.2	Méthode par ajustement de courbes	66
3.3.3	<i>Mesure et calibration du spectrophotomètre</i>	66
3.3.4	<i>Caractérisation de monocouches de Ta_2O_5 et SiO_2.....</i>	69
3.3.4.1	Ta_2O_5	70
3.3.4.2	Influence de la vitesse de dépôt sur les propriétés optiques de monocouches de Ta_2O_5	71
3.3.4.3	SiO_2	72
3.3.4.4	Conclusion	74
3.3.5	<i>Caractérisation d'une monocouche d'AMTIR-1.....</i>	74

3.3.5.1	Dispersion d'indice réel et imaginaire	74
3.3.5.2	Influence de la vitesse de dépôt sur les propriétés optiques de monocouches d'AMTIR-1	76
3.3.6	<i>Caractérisation de filtres optiques interférentiels</i>	77
3.3.6.1	Principe de la méthode	77
3.3.6.2	Etude d'un exemple : filtre passe-bande multi-cavités à 633 nm	78
3.4	Conclusion	80

PARTIE II ELEMENTS OPTIQUES A BASE DE COUCHES MINCES OPTIQUES SPATIALEMENT STRUCTURES.....83

CHAPITRE 4 ETUDE DE LA PHOTOSENSIBILITE D'UNE MONOCOUCHE A BASE DE VERRES DE CHALCOGENURES DEPOSEE PAR EBPVD.87

4.1	Introduction	87
4.1.1	<i>Effets photo-induits dans les verres de chalcogénures</i>	87
4.2	Etude de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1	89
4.2.1	<i>Choix de la source d'exposition</i>	89
4.2.1.1	Loi d'absorption.....	89
4.2.1.2	Photosensibilité et variation d'indice d'une monocouche en fonction de la répartition de l'intensité des champs.....	90
4.2.1.3	Distribution d'intensité du champ électrique, absorption et choix de la longueur d'onde d'exposition.....	91
4.2.2	<i>Caractérisation des effets photo-induits dans les couches d'AMTIR-1</i>	94
4.2.2.1	Analyse qualitative des effets.....	95
4.2.2.2	Etude de la variation d'indice de réfraction N	96
4.2.3	<i>Stabilité des monocouches d'AMTIR-1</i>	100
4.2.3.1	Evolution temporelle d'une monocouche d'AMTIR-1 non exposée	100
4.2.3.2	Evolution temporelle d'une monocouche d'AMTIR-1 après exposition.....	102
4.2.3.3	Evolution temporelle de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1	102
4.3	Conclusion	103

CHAPITRE 5 FABRICATION D'ELEMENTS OPTIQUES DIFFRACTIFS DANS LE VOLUME D'UNE MONOCOUCHE DE VERRE DE CHALCOGENURES 107

5.1	Eléments optiques diffractifs et verres de chalcogénures	107
5.1.1	<i>Introduction</i>	107
5.1.2	<i>Epaisseur physique des couches</i>	108
5.1.3	<i>Design de la structure multicouches pour la réalisation d'EODs</i>	109
5.2	Mise en forme de faisceau et design d'EODs	112
5.2.1	<i>Introduction au design d'EODs</i>	112
5.2.2	<i>Algorithme de design d'EODs</i>	114
5.2.2.1	Principe	114

5.2.2.2	Paramètres de modélisation numérique	115
5.2.2.3	Initialisation de l'algorithme	116
5.2.2.4	Convergence.....	117
5.2.3	<i>Validation de l'algorithme et résultat numérique.....</i>	<i>118</i>
5.2.3.1	Motifs diffractifs non binaire.....	118
5.2.3.2	Motifs diffractifs binaires	119
5.2.4	<i>Conclusion</i>	<i>120</i>
5.3	Etude et développement d'un banc optique d'exposition spatialement structurée.....	121
5.3.1	<i>Introduction</i>	<i>121</i>
5.3.2	<i>Modulateur spatial de lumière</i>	<i>121</i>
5.3.3	<i>Description du montage optique.....</i>	<i>122</i>
5.3.4	<i>Caractéristiques et performances du banc optique.....</i>	<i>124</i>
5.3.4.1	Spécifications de la diode laser d'exposition.....	124
5.3.4.2	Imagerie des motifs générés par la matrice de micro-miroirs	124
5.4	Fabrication d'EODs binaires	126
5.4.1	<i>Fabrication et caractérisation de la structure multicouche</i>	<i>127</i>
5.4.1.1	Dépôt d'une structure multicouche d'épaisseur supérieure à 10 μm par EBPVD	127
5.4.1.2	Caractérisation spectrophotométrique de la structure de la multicouche.....	128
5.4.2	<i>Démonstration expérimentale d'EODs de volume.....</i>	<i>130</i>
5.4.2.1	Caractérisation de la diode de contrôle.....	130
5.4.2.2	Génération de faisceau d'ordre supérieur	131
5.4.2.3	Transformation d'un faisceau gaussien en Top-hat.....	133
5.4.2.4	Génération d'une matrice de points.....	137
5.4.3	<i>EOD binaire sur lentille sphérique</i>	<i>138</i>
5.5	Conclusion	140
CHAPITRE 6	EXPLOITATION DES COUCHES MINCES D'AMTIR-1 PHOTOSENSIBLES DANS LES FILTRES OPTIQUES INTERFERENTIELS	143
6.1	Introduction	143
6.2	Filtres interférentiels bande étroite avec cavité à base de verre de chalcogénures.....	146
6.2.1	<i>Fabry-Perot constitué d'une cavité en AMTIR-1</i>	<i>146</i>
6.2.2	<i>Méthode d'exposition pour le contrôle local de la longueur d'onde de centrage d'un filtre bande étroite</i>	<i>149</i>
6.2.3	<i>Fabry-Perot spatialement structuré.....</i>	<i>150</i>
6.2.3.1	Fabry-Perot à motif en damier	150
6.2.3.2	Fabry-Perot à marches et à gradient	154
6.2.3.3	Discussion et analyse des résultats obtenus	157
6.2.4	<i>Conclusion</i>	<i>159</i>

6.3	Généralisation de l'application des couches minces à base de chalcogénures aux filtres interférentiels	159
6.3.1	<i>Introduction des verres de chalcogénures dans les filtres dichroïques passe-haut</i>	<i>160</i>
6.3.2	<i>Contrôle de la réflexion résiduelle d'un traitement antireflet</i>	<i>162</i>
6.3.2.1	Design du filtre	163
6.3.2.2	Résultats et discussions	165
6.4	Conclusion	169
CONCLUSION ET PERSPECTIVES		173
REFERENCES		179

Rapport-Gratuit.com

Introduction générale

Cette thèse s'est déroulée au sein de l'Institut Fresnel et plus particulièrement dans l'équipe de Recherche en Couches Minces Optiques (RCMO). Le cœur de métier de cette équipe est la conception, la réalisation et la caractérisation de filtres optiques interférentiels complexes. Ces composants sont utilisés généralement en optique pour la fabrication d'antireflets ou dans des domaines de pointes, comme l'astronomie, pour la réalisation de fonctions de filtrage à hautes performances. Grâce aux techniques de dépôt actuelles, il est désormais possible de réaliser des filtres optiques interférentiels de type passe bande étroite associés à de larges bandes de rejection, des flancs raides et une bande passante de l'ordre d'une dizaine de nanomètres. Ces filtres sont composés de l'alternance de couches minces optiques, haut et bas indices, dont les épaisseurs varient d'une dizaine de nanomètres à quelques microns. La fonction de filtrage obtenue est directement liée à l'épaisseur optique de chacune des couches i.e. le produit de l'indice de réfraction par l'épaisseur mécanique de la couche. Ce paramètre est donc fondamental pour la réalisation de composants optiques de précision et à performances ultimes.

Les filtres multicouches sont obtenus par une structuration 1D de l'épaisseur qui permet, par phénomènes d'interférences, de maîtriser la composante spectrale de la lumière. Aujourd'hui ces filtres se complexifient, notamment par microstructuration 3D de l'empilement. Cette structuration est obtenue par un contrôle local de l'épaisseur optique (ne) d'une ou plusieurs couches de l'empilement, notamment en modifiant l'épaisseur physique (e) de la/les couche(s). Un des exemples typique est la gravure d'un réseau sur la dernière couche de l'empilement pour la réalisation de filtres à réseaux résonnants (filtre inverse). Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés à la microstructuration de volume i.e. non pas par une modification de l'épaisseur physique des couches mais par une variation volumique de l'indice de réfraction d'une ou plusieurs couches. Pour se faire, nous avons étudié les méthodes permettant l'introduction de couches à base de verres de chalcogénures dans les empilements multicouches.

Ces verres ont connu un très fort développement au cours de ces 20 dernières années et sont actuellement utilisés pour de nombreuses applications notamment dans le domaine des semi-conducteurs pour la réalisation de mémoires à changements de phase, de panneaux solaires, ou de détecteurs. Composé en majeure partie des éléments du groupe 6a du tableau de Mendeleïev (sulfure, sélénium, tellure, en excluant l'oxygène), les verres de chalcogénures présentent des propriétés optiques particulières telles que des gammes de transmission allant

du VIS/NIR jusqu'à 20 μm , des indices de réfraction très largement supérieurs à 2 ou encore des phénomènes photo-induits. Ces derniers sont remarquables, puisqu'il est possible, par exposition du matériau avec une longueur d'onde comprise dans sa bande d'absorption, d'induire des modifications des propriétés optiques du matériau. Dans la littérature, on relève différents phénomènes photo-induits tels que de la photo-dilatation/contraction, de la photo-cristallisation ou encore du photo-*bleaching/darkening* associé à des variations d'indice de réfraction de l'ordre de quelques 10^{-2} . Ces effets ont été retenus lors de notre étude afin de permettre une microstructuration en volume des couches de l'empilement. Dans les travaux présentés dans cette thèse, nous avons sélectionné un verre de chalcogénures commercial : l'AMTIR-1 dont la composition est $\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$.

Ce manuscrit comprend deux parties réparties en six chapitres. Après une étude bibliographique (Chapitre 1), nous abordons dans une première partie, la fabrication et le dépôt de couches minces à base de verre chalcogénures par évaporation par canon à électrons (Chapitre 2). Nous présentons en particulier les efforts qui ont été fournis pour la stabilisation des vitesses d'évaporation et ce afin de garantir des couches homogènes et éviter les phénomènes de gradient d'indice. À l'aide de techniques de *reverse engineering* par spectrophotométrie, nous déterminons ensuite les constantes optiques des couches telles que l'indice de réfraction, le coefficient d'extinction, épaisseurs, ... (Chapitre 3). Dans une seconde partie, nous étudions la photosensibilité des couches de chalcogénures qui provoque une variation d'indice de l'ordre de $\sim 4 \cdot 10^{-2}$ à 1 μm (Chapitre 4). Compte tenu de l'amplitude de cet effet, nous démontrons la possibilité de fabriquer des éléments optiques diffractifs binaires dans un empilement de couches minces optiques et permettant un contrôle de la distribution spatiale d'intensité de la lumière. Cette démonstration a en outre nécessité le dépôt de couches photosensibles d'épaisseurs supérieures à 10 μm et le développement d'un banc optique d'exposition innovant avec contrôle optique in-situ permettant de photo-inscrire le motif de phase dans l'épaisseur de la couche via une variation locale de son indice de réfraction (Chapitre 5). Enfin, nous montrons l'intérêt de l'ajout de couches minces photosensibles dans les filtres interférentiels optiques pour le contrôle de leur réponse spectrale post-dépôt (Chapitre 6) ; en particulier nous montrons qu'il est ainsi possible d'induire un décalage de la longueur d'onde de centrage d'un filtre bande étroite de type Fabry Perot, soit de diminuer le coefficient de réflexion d'un antireflet et d'atteindre des performances ultimes.

Chapitre 1

Filtres optiques interférentiels, éléments optiques diffractifs et verres de chalcogénures

Ce chapitre a pour but d'introduire les différents domaines qui ont été étudiés au cours de cette thèse. Nous nous sommes particulièrement intéressés à la mise en forme de faisceaux, *i.e.* au contrôle de leurs propriétés spectrales et spatiales. Concernant le contrôle des propriétés spectrales, nous présentons la notion de filtres optiques interférentiels et plus généralement le filtrage spatial à base de couches minces optiques. Au sujet du contrôle des propriétés spatiales, nous présentons la conception, la fabrication et les applications des éléments optiques diffractifs. Enfin, nous introduisons les matériaux de type verres de chalcogénures qui ont permis de réaliser pendant cette thèse des filtres optiques interférentiels spatialement structurés ou des éléments diffractifs optiques de volume.

1.1 Filtres optiques interférentiels

1.1.1 Contexte

Les filtres optiques interférentiels sont composés par l'alternance de très fines couches (typiquement de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres) à base de matériaux (généralement amorphes) hauts et bas indices. Utilisant le phénomène

d'interférences, ils contrôlent la réponse spectrale d'un faisceau incident transmis ou réfléchi. Il est ainsi possible de réaliser différentes fonctions optiques de filtrage spectral (filtres passe-haut, passe-bas, passe-bande ou notch), des traitements antireflets, des séparatrices.... En espace libre, les couches minces optiques et les filtres interférentiels restent incontournables dans de nombreux secteurs tels que l'astronomie, les télécommunications, l'industrie des lentilles ou même l'industrie automobile [1]. Un des exemples les plus représentatifs de l'omniprésence des couches minces au quotidien est le traitement antireflet pour les verres de lunettes ou les pare-prises de voitures. D'ailleurs le domaine des filtres optiques interférentiels reste un domaine à forte dominante industrielle avec de nombreuses entreprises à la pointe de la technologie comme : Materion, Semrock, IDEX, JDS Uniphase, Oerlikon Balzers...

Un des atouts majeurs des filtres optiques interférentiels est la versatilité des paramètres et des techniques de design disponibles aujourd'hui qui permettent de générer des formules d'empilement et de créer un nombre infini de profils spectraux. Ce domaine a grandement bénéficié des dernières avancées numériques comme les algorithmes génétiques [2] ou la méthode des aiguilles [3] pour l'optimisation de leurs performances en termes de réflectivité, transmission ou sélectivité spectrale. Un autre avantage est la diversité des matériaux (oxydes, sulfures, nitrures, fluorures, métaux) et substrat disponibles pour leur fabrication et leur conception dans différents domaines spectraux : UV/VIS/PIR/MIR. De plus, au cours de ces dernières années, les fonctions de filtrage se sont complexifiées pour atteindre des performances ultimes comme le contrôle en parallèle de l'intensité, la phase, la polarisation, l'achromacité, la stabilité à l'incidence du composant... Tout cela a été possible grâce à l'amélioration des techniques de dépôt, en particulier dans le domaine de l'automatisation des procédés. En effet aujourd'hui, certaines machines sont capables de déposer des centaines de couches [4] avec une précision nanométriques. Ceci a demandé en parallèle l'amélioration des méthodes de caractérisation et une métrologie toujours plus complexe [5]. Dans la partie suivante, nous allons présenter de manière qualitative le formalisme pour le calcul de la réponse optique d'un système multicouche et étudier quelques exemples caractéristiques de filtres optiques interférentiels.

1.1.2 Introduction au formalisme couches minces optiques et structures interférentielles de bases

Tout au long de cette partie, on ne supposera que l'éclairement des systèmes multicouches se fait à incidence normal. Par conséquent direct, il n'y aura pas de dépendance vis-à-vis de la polarisation de la lumière.

1.1.2.1 Phénomène d'interférences

Afin de comprendre ce qu'est un filtre interférentiel, il est nécessaire de rappeler différentes relations et principes de la Physique. Le premier est que l'amplitude de la lumière réfléchie à l'interface entre deux milieux d'indices de réfraction différents est donnée par :

$$r = \frac{1 - \rho}{1 + \rho} \quad (1-1)$$

où ρ est le ratio des indices de réfraction des deux milieux. Par exemple dans le cas d'une réflexion air/substrat de verre, le coefficient $\rho = n_s/n_0 \approx 1,5/1$. Le second est que la phase à la réflexion en incidence normale est de 180° dans le cas où la réflexion se fait d'un milieu bas indice sur un milieu haut indice ou de 0° dans le cas contraire. Enfin, lorsqu'un faisceau est envoyé sur une couche mince (Figure 1-1), il en résulte divers faisceaux : le faisceau réfléchi sur la face avant (air/couche) et les faisceaux résultant des réflexions multiples au sein de la monocouche. Au moment de leur recombinaison, dans le cas où la différence de phase est de 180° , les faisceaux interfèrent de manière destructive. A l'inverse, lorsque la phase vaut 0° ou 360° , ils interfèrent constructivement ; les cas intermédiaires correspondant aux autres valeurs des phases.

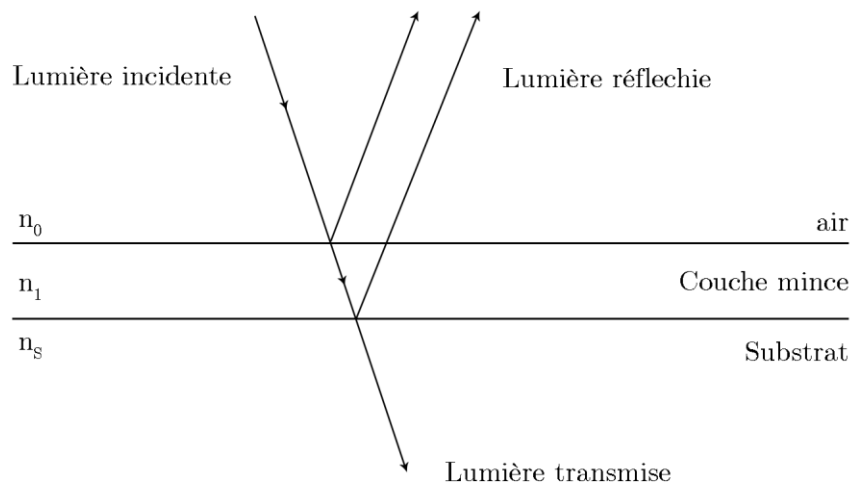


Figure 1-1 : Principe du phénomène d'interférences à ondes multiples dans une couche mince optique

1.1.2.2 Structure antireflet

Les structures antireflets sont basées sur ces phénomènes d'interférences et comme leur nom l'indique, elles correspondent à la diminution voire l'annulation de la réflexion pour une longueur d'onde ou une gamme de longueurs d'onde donnée. Pour que le phénomène d'interférence soit totalement destructif entre deux faisceaux réfléchis issus des deux

interfaces air/monocouche et monocouche/substrat, leurs amplitudes doivent être égales. Ainsi, avec les notations de la Figure 1-1 où n_0 est l'indice de l'air égal à 1 et n_s l'indice du substrat et en reprenant l'équation (1-1), les réflexions aux deux interfaces doivent satisfaire l'égalité suivante :

$$\frac{1 - n_0/n_1}{1 + n_0/n_1} = \frac{1 - n_1/n_s}{1 + n_1/n_s} \longrightarrow \frac{n_0}{n_1} = \frac{n_1}{n_s} \longrightarrow n_1 = \sqrt{n_0 n_s} \quad (1-2)$$

On retiendra donc que dans le cas de l'équation (1-2) la valeur de l'indice de réfraction de la couche mince nécessaire à cet effet est intermédiaire entre l'indice du substrat et celui du superstrat, ce qui assure alors un déphasage de 180° entre les faisceaux et un phénomène d'interférences destructif. L'empilement le plus simple pour réaliser une fonction antireflet à une longueur d'onde donnée est donc constitué d'une couche mince unique (Figure 1-2). Cependant, le choix du matériau de la monocouche n'est pas libre puisqu'il est imposé par les indices des deux milieux extérieurs. Cela rend cette approche difficile, voire impossible, à mettre en œuvre de manière pratique. Comme nous le verrons dans le Chapitre 6, il est alors nécessaire d'utiliser des empilements à plusieurs couches composés de matériaux classiques afin d'obtenir des antireflets large bande.

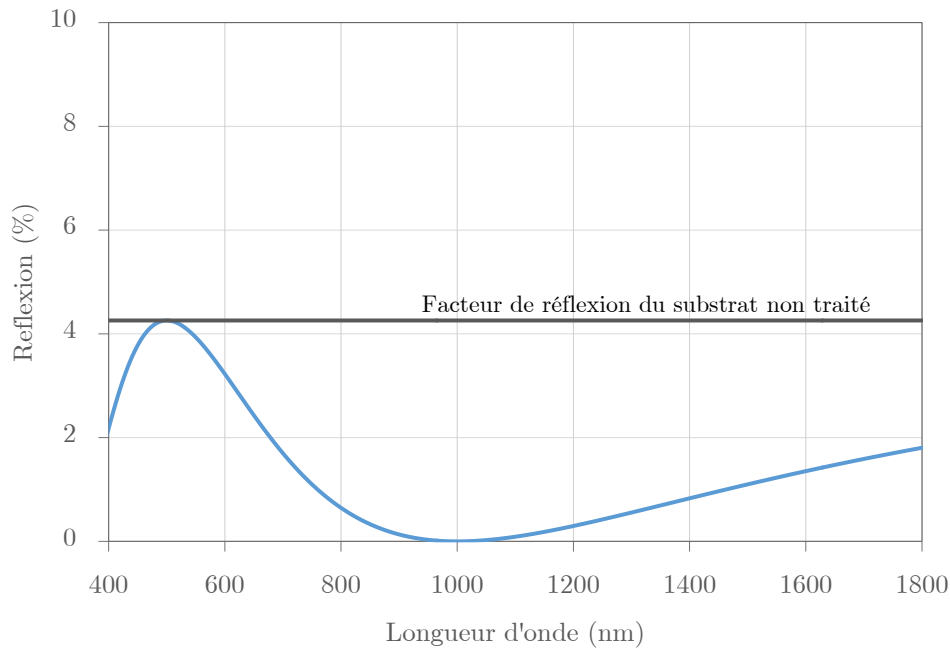


Figure 1-2 : Dépendance spectrale de la réflexion obtenue par un traitement antireflet constitué d'une monocouche d'indice $n_s=1.52$

1.1.2.3 Miroir diélectrique quart-d'onde

Une autre structure essentielle en couches minces est le miroir diélectrique quart-d'onde (quelque fois appelé miroir de Bragg). Il est composé de couches dont l'épaisseur optique (ne)

vaut un quart de la longueur d'onde de centrage (λ_0). Cela se traduit par l'équation suivante :

$$ne = \frac{\lambda_0}{4} \quad (1-3)$$

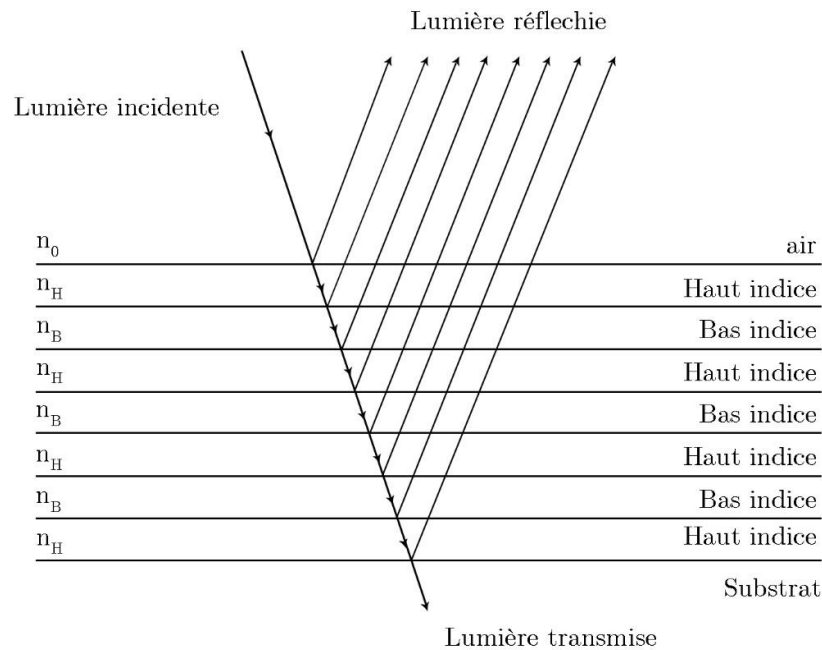


Figure 1-3 : Principe du miroir diélectrique quart d'onde

Le miroir est obtenu par l'alternance de couches de matériaux haut indice et bas indice (Figure 1-3). A l'opposé de la structure antireflet, cette structure est construite de manière à générer des interférences constructives de la lumière réfléchie et ainsi induire une réflectivité maximale à la longueur d'onde de centrage. La valeur atteinte par le coefficient de réflexion dépend du nombre de couches et du contraste d'indice des matériaux : $n_H - n_B$. Ces miroirs sont en général constitués d'un nombre $(2N+1)$ impair de couches et leur réflectivité augmente avec le nombre N jusqu'à tendre vers 1. Une des spécificités de cette structure est qu'elle est large bande ; son coefficient de réflexion ne descend pas en dessous de 90% de sa valeur maximale sur un intervalle spectral de plusieurs dizaines à quelques centaines de nanomètre : c'est la bande de réflexion du miroir. Celle-ci est d'autant plus large que le rapport n_H sur n_B est grand. En dehors de la zone de réflectivité, la réflexion chute rapidement vers zéro (Figure 1-4). Ces résultats sont directement liés à la nature quart-d'onde de la couche. De par leur propriétés, ces couches dites quart-d'onde sont utilisées comme briques de base dans de nombreux filtres interférentiels comme les filtres passe bande, passe-haut ou passe-bas.

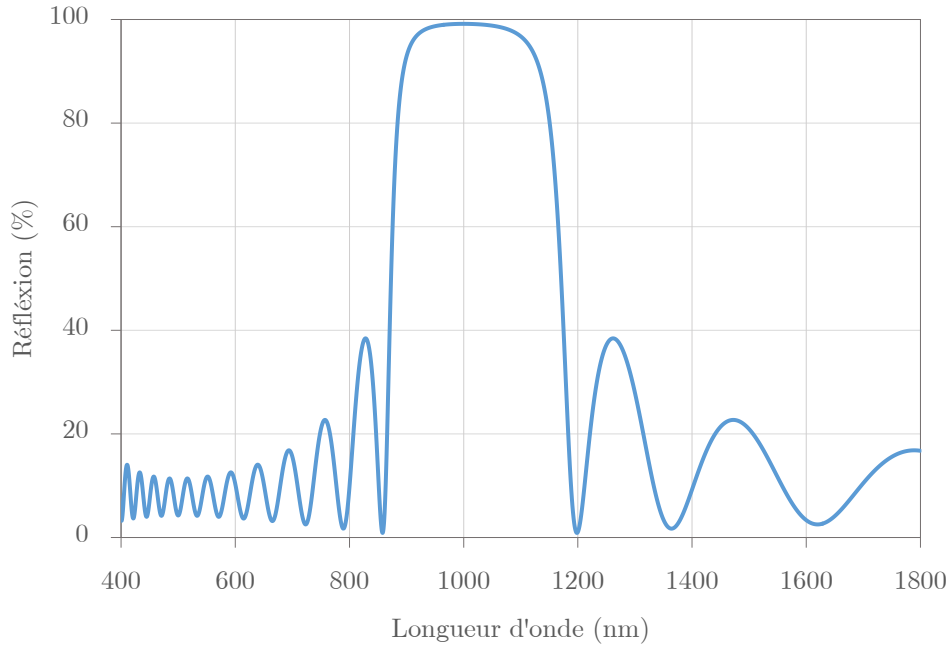


Figure 1-4 : Dépendance spectrale de la réflexion d'un miroir diélectrique quart d'onde centré à 1 μm

1.1.2.4 Filtre passe bande étroite ou Fabry-Perot

Le filtre Fabry-Perot est l'une de ces structures qui exploitent les couches quart-d'onde. Elle est composée de deux miroirs diélectriques séparés par une cavité. Grâce aux interférences multiples dans la cavité (Figure 1-5) la transmission du filtre est maximale sur un domaine spectral très étroit (Figure 1-6). La transmission de la structure est donnée par la formule suivante :

$$T = \frac{T_{max}}{1 + m \sin^2(\phi)}$$

avec

$$m = \frac{4(R_a R_b)^{\frac{1}{2}}}{\left(1 - (R_a R_b)^{\frac{1}{2}}\right)^2} \quad (1-4)$$

et

$$\phi = \frac{\varphi_1 + \varphi_2}{2} - \frac{2\pi n e}{\lambda_0}$$

ϕ est le déphasage aller-retour dans la cavité (propagation et déphasage à la réflexion), φ_1 et φ_2 les déphasages à la réflexion des miroirs, $n e$ l'épaisseur optique de la cavité, λ_0 la longueur d'onde de centrage du filtre et R_a, R_b, T_a, T_b sont respectivement les coefficients de réflexion et de transmission propres à chaque miroir.

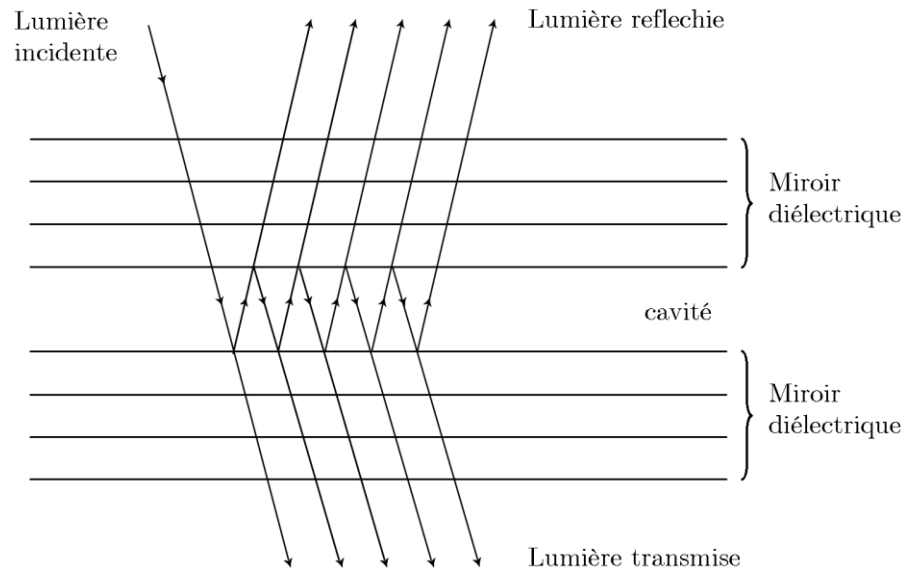


Figure 1-5 : Principe d'un interféromètre de Fabry-Perot à base de couches minces optiques

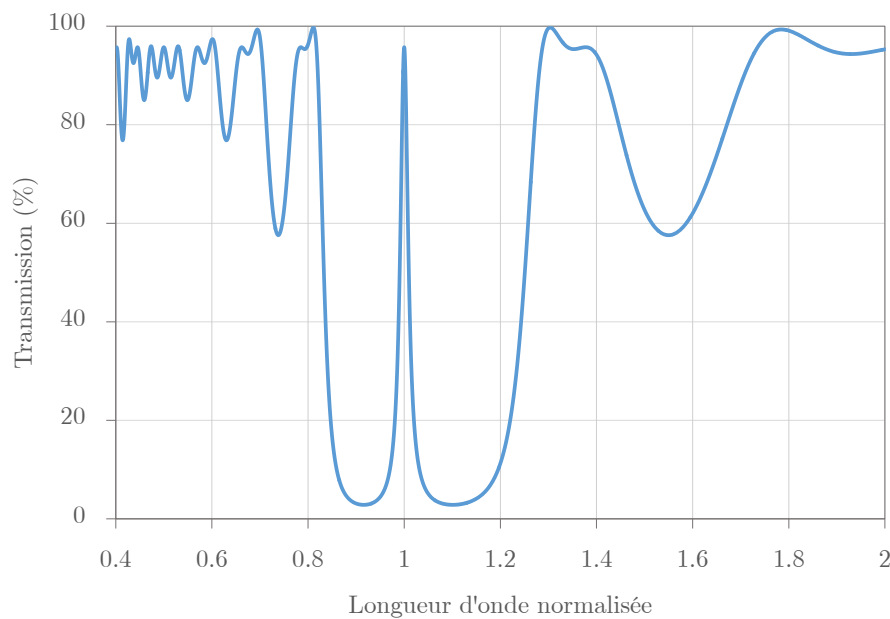


Figure 1-6 : Dépendance spectrale en transmission d'un filtre Fabry-Perot multicouches de formule standard ns/M7 2B M7/air

La transmission T_{max} vaut 1 en l'absence d'absorption et si les miroirs sont parfaitement identiques. Dans le cas contraire, *i.e.* s'il y a de l'absorption ou que les miroirs ont des facteurs de réflexions non égaux, elle sera inférieure à 1. D'après l'équation (1-4), pour que T soit égal à T_{max} la phase ϕ doit être un multiple de 2π . Dans l'hypothèse de miroirs quart-d'onde parfaits, le déphasage à la réflexion à la longueur d'onde de centrage vaut 0 (dans le cas de

miroirs à nombre de couches pairs) ou π (dans le cas de miroirs à nombre de couches impairs). Ainsi, lors d'un aller-retour dans la cavité, seul le déphasage de la propagation dans la couche médiane importe et doit vérifier

$$\frac{4\pi ne}{\lambda_0} = 2k\pi \longrightarrow ne = \frac{k\lambda_0}{2} \quad (1-5)$$

On dit alors que la cavité est k fois demi-onde.

1.1.3 Formalisme matriciel des couches minces optiques

Nous avons introduit dans cette première partie quelques notions concernant les couches minces et filtres optiques interférentiels classiques. Or, en pratique, il est difficile de prédire la réponse spectrale d'une structure et ce compte tenu des réflexions multiples et des interférences associées. Il est donc nécessaire d'utiliser des méthodes de calcul plus complexes basées sur les équations de Maxwell. Une des principales méthodes de calcul des spectres de transmission et réflexion des filtres interférentiels repose sur le produit de matrice 2×2 où chaque matrice représente une couche mince [6].

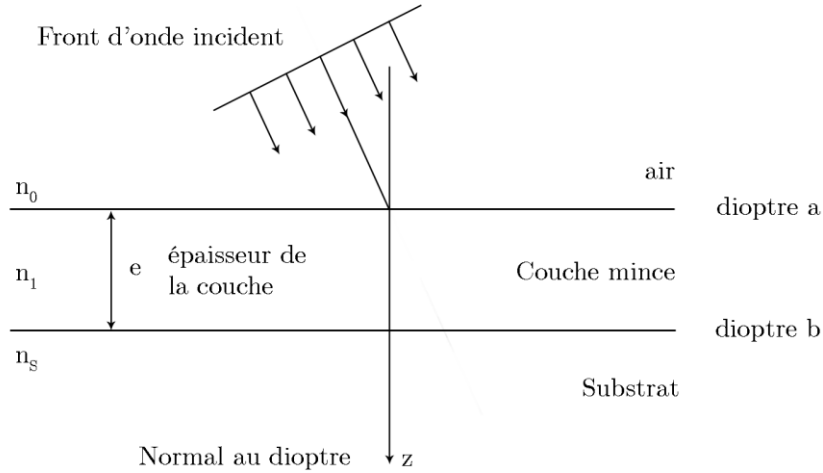


Figure 1-7 : Configuration utilisée pour le calcul de la transmission et de la réflexion d'un empilement à base de couches minces optiques

Si on considère la structure simple de la Figure 1-7, on peut démontrer que les champs électromagnétiques tangentiels H_a et E_a de l'interface a et H_b et E_b de l'interface b sont reliés par le système mathématique matriciel suivant :

$$\begin{bmatrix} E_a \\ H_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\delta) & i\sin(\delta)/n_1 \\ in_1 \sin(\delta) & \cos(\delta) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_b \\ H_b \end{bmatrix} \quad (1-6)$$

avec δ la phase induite par la couche d'épaisseur e

$$\delta = \frac{2\pi n_1 e}{\lambda} \quad (1-7)$$

Cette relation relie les champs magnétiques H et électriques E aux deux interfaces de la monocouche et repose sur l'hypothèse que les composantes tangentielles de H et E sont continues aux interfaces et que le substrat est semi-infini, *i.e.* ce qui garantit qu'il n'y a pas d'onde rétrograde. La matrice 2×2 est la matrice caractéristique d'une monocouche. En couche mince optique, on définit l'admittance optique comme étant le rapport du champ magnétique sur le champ électrique :

$$Y = \frac{H_a}{E_a} \quad (1-8)$$

L'équation (1-5) peut être normalisée en divisant par E_b :

$$\begin{bmatrix} E_a/E_b \\ H_a/E_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\delta) & i\sin(\delta)/n_1 \\ in_1 \sin(\delta) & \cos(\delta) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ n_s \end{bmatrix} \quad (1-9)$$

sachant que

$$H_b = n_s E_b \quad (1-10)$$

Ce résultat peut être généralisé à des filtres interférentiels plus complexes. Il suffit alors de multiplier chaque matrice associée à une couche en partant du substrat. L'expression générale s'exprime :

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{r=1}^q \begin{bmatrix} \cos(\delta_r) & i\sin(\delta_r)/n_r \\ in_r \sin(\delta_r) & \cos(\delta_r) \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ n_s \end{bmatrix} \quad (1-11)$$

A partir de ces coefficients B et C , il est alors possible de calculer la transmission et la réflexion d'un empilement.

1.2 Éléments diffractifs optiques

1.2.1 Contexte

Les éléments optiques diffractifs (EODs) sont des composants optiques synthétiques utilisés pour la transformation d'un front d'onde incident en un front d'onde désiré (Figure 1-8). De manière générale, ces éléments sont obtenus par gravure de microstructures sur un substrat

de verre qui par effet de diffraction et d'interférences de l'onde incidente produit une distribution d'intensité donnée [7].

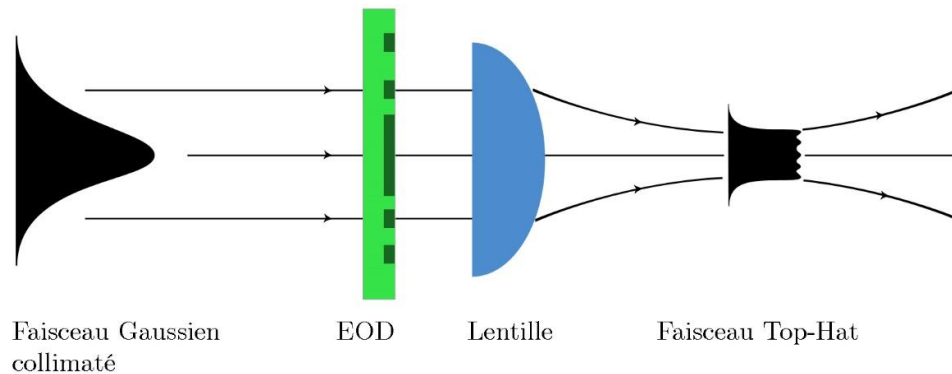


Figure 1-8 : Principe de fonctionnement d'un élément optique diffractif

La réalisation de ces structures nécessite une très bonne maîtrise de la profondeur de gravure et ce afin de contrôler la variation de phase transmise induite (entre 0 et 2π). De plus, ce contrôle doit être local, puisque ces éléments nécessitent la gravure de profils de phase à des échelles latérales micrométriques voire nanométriques. Par conséquent la production de ces éléments est devenue possible à travers le développement des techniques de photolithographie et de gravure.

1.2.2 Design et production d'EODs

La modélisation et la conception de ces éléments se fait de manière générale par ordinateur puisque les motifs à générer peuvent être très complexes. Il existe de très nombreux algorithmes [8] pour synthétiser ces structures et certains seront présentés dans le Chapitre 5. A l'instar des filtres optiques interférentiels, il existe un grand nombre de solutions à un problème donné avec des complexités différentes. Le design de ce type de structure est donc un domaine à part entière qui ne sera abordé dans cette thèse que de manière simple, le but étant de démontrer une nouvelle méthode pour la fabrication d'EODs.

Actuellement la production de ces éléments se fait majoritairement par contrôle de l'épaisseur physique d'un substrat ou d'une couche à l'aide d'un procédé photo-lithographique [9, 10] qui demande plusieurs étapes clefs qui sont :

1. Le dépôt d'une résine photosensible par *spin-coating* sur le substrat et recuit thermique,
2. L'exposition du motif par lithographie laser avec des systèmes industriels tels que le DWL 66+ de la société Heidelberg,
3. Le traitement chimique avec un développeur qui dissout les régions exposées ou non exposées en fonction du type de résine utilisé.

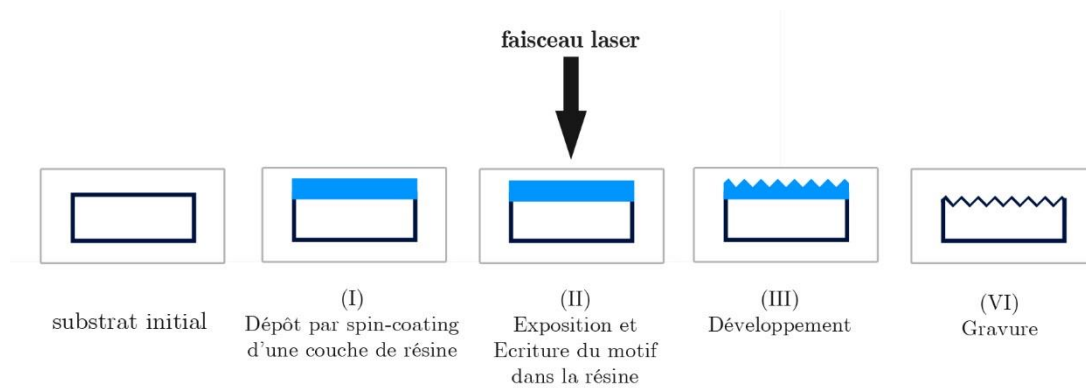


Figure 1-9 : Etapes requises pour la fabrication d'un élément optique diffractif par procédé photolithographique

Suite au procédé lithographique, le motif est inscrit dans le substrat par gravure « chimique » ou « physique ». L'ensemble de ces techniques sont complexes, et la production d'un élément optique diffractif demande donc une parfaite maîtrise de chacune de ces étapes ; ce qui est le cas à ce jour. Cependant, comme les réseaux de diffraction de surface, les EODs présentent une forte sensibilité aux rayures et aux poussières.

Divers matériaux sont communément utilisés pour la fabrication d'EODs. On peut citer par exemple la silice [11]. Elle a l'avantage de produire des éléments avec de bonnes propriétés mécaniques, mais elle nécessite la mise en œuvre de techniques de gravure complexes. Les résines photosensibles (gélamines dichromatées) similaires à celles utilisées en lithographie électronique [12] permettent quant à elles de réaliser facilement des prototypes mais sont incompatibles avec des applications industrielles. Enfin les matériaux sol-gel hybrides photopolymérisables constituent, eux, un compromis entre matériaux organiques et inorganiques [13]

1.2.3 Applications des EODs

Grâce aux EODs qui modifient la distribution spatiale d'intensité d'un front d'onde incident, il est possible de générer un nombre quasi-infini de profils spatiaux. Les plus connus et les plus utilisés sont les faisceaux de type top-hat circulaires ou carrés, des homogénéiseurs [14], des matrices de points [15], des vortex [16, 17], etc (Figure 1-10).

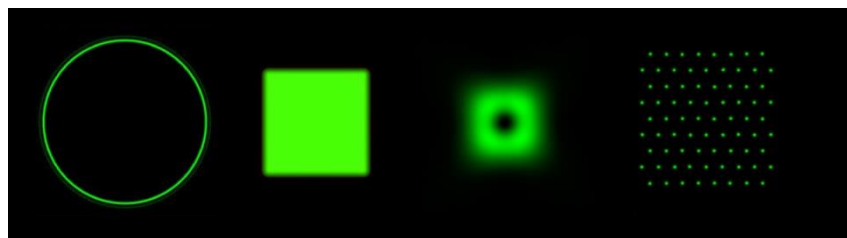


Figure 1-10 : Exemple de mise en forme de faisceaux par des EODs. De gauche à droite : cercle annulaire, top-hat carré, vortex rectangulaire et matrice de points

Chacune de ces différentes fonctions ont des applications industrielles dans divers domaines. Par exemple pour l'usinage, la soudure, ou la découpe laser [18, 19], les profils top-hat sont nécessaires pour maîtriser la distribution d'intensité et générer des flancs raides et ce afin de délimiter la zone d'interaction laser-matière. Des systèmes commerciaux comme la caméra Kinect embarquée sur la console Xbox de Microsoft, se servent d'éléments diffractifs pour générer des matrices de points [20], qui texturent l'environnement et permettent de faire de l'imagerie 3D [21]. Dans le milieu médical, les éléments diffractifs optiques sont utilisés par exemple pour la correction des aberrations ou pour la production de lentilles à double longueur d'onde [22]. Ces dernières équipent les systèmes médicaux à laser CO₂ afin que le laser HeNe qui produit un point cible visible ait le même point de focalisation que le laser CO₂. Un EOD est ajouté devant une lentille en ZnSe pour modifier uniquement la focalisation du laser HeNe. Les EODs sont également présents dans le domaine de l'illumination (lecteurs de code-barres) et des hologrammes de sécurité (passeport, billets ...). Finalement en science on les retrouve pour la génération de pinces optiques, la manipulation de nano-objets [23], et l'amélioration de la résolution transverse ou latérale des microscopes à super-résolution [24]. Dans cette dernière application, les EODs structurent l'éclairage d'un microscope sous forme de damier ou d'un réseau de franges. Sous cette forme, l'interaction de la lumière avec les hautes fréquences de l'échantillon génère un effet de moiré qui encode les informations hautes fréquences dans la limite de résolution du microscope.

Il est à noter que comme les filtres optiques interférentiels, les éléments diffractifs possèdent également un très fort potentiel industriel. Parmi les fabricants les plus connus, on peut citer : Holoeye, Jenoptik, Holoor...

1.3 Verres de chalcogénures

Les matériaux utilisés pour la fabrication des composants à base de couches minces optiques sont nombreux : oxydes, sulfures, nitrures, fluorures, métaux... Cette thèse vise à introduire des verres de chalcogénures dans les filtres interférentiels multicouches. Ceux-ci ont des propriétés uniques et ont été étudiés pendant plusieurs décennies ; menant à des applications dans différents secteurs tels que l'industrie électronique, l'imagerie ou plus récemment la photonique. Cette partie a pour objectif de présenter les propriétés optiques et physiques des verres de chalcogénures ainsi que quelques applications.

1.3.1 Propriétés des chalcogénures

1.3.1.1 Composition et structure des verres de chalcogénures

Les verres de chalcogénures sont composés en partie d'éléments issus de la 16^{ème} colonne de la table de Mendeleïev. Ce groupe contient les atomes d'oxygène O, soufre S, sélénium Se, tellure Te et polonium Po. L'oxygène est lui, cependant, exclu de la famille des chalcogènes.

Pour créer un verre, ces différents atomes se lient à un ou deux autres atomes issus de la 14^{ème} ou 15^{ème} colonne du tableau périodique [25]. Ils forment ainsi un verre de type binaire ou ternaire. Les éléments chalcogènes peuvent se lier aussi à des métaux, on parle alors de métaux-chalcogénures. Ci-dessous, le Tableau 1 liste différents types de verres de chalcogénures existant et en donne quelques exemples

Pnictogène-Chalcogenures (V-VI)	As-S, As-Se, P-Se
Tétragène-Chalcogenures (IV-VI)	Ge-S, Ge-Se, Ge-Te, Si-Se
Halogénure-Chalcogénure	As-Se-I, Ge-S-Br, Te-Cl
Métaux-Chalcogénure	MoS ₃ , WS ₃

Tableau 1 : Classes de verres de chalcogénures

La structure binaire ou ternaire influe directement sur les propriétés mécaniques et thermiques du verre [26]. Par exemple, un verre tel que arsenic triselenide (As₂Se₃) possède un réseau bidimensionnel tandis que des verres ternaires avec un élément additionnel, tel que le germanium, ont un réseau tridimensionnel. Les liaisons de van der Waals y sont plus fortes ce qui augmente la rigidité, la dureté du verre et la température de transition vitreuse T_g . La relation qui existe entre nombre de coordination, la topologie du réseau et les propriétés physiques des verres de chalcogénures a été étudiée dans certaines publications [27, 28]. Enfin, dans la littérature, pour décrire la composition des verres de chalcogénures, on utilise de manière standard le pourcentage molaire, *e.g.* pour un verre commercial tel que l'AMTIR-1, sa composition est décrite par : Ge₃₃As₁₂Se₅₅. Cela signifie que le verre d'AMTIR-1 est composé en pourcentage molaire de 33 % de germanium, de 12% d'arsenic et de 55% de sélénium. Le Tableau 2 fournit une liste de quelques verres de chalcogénures standards ainsi que leurs noms commerciaux.

Composition	Nom	Fournisseur
Ge₃₃As₁₂Se₅₅	AMTIR-1/IRG22	Amorphous Materials/Schott
As₂S₃	AMTIR-6	Amorphous Materials
Ge₁₀As₄₀Se₅₀	IG4/IRG24	Vitron/Schott
Ge₃₀As₁₃Se₃₂Te₂₅	IG3/IRG23	Vitron/Schott
Ge₂₈Sb₁₂Se₆₀	AMTIR-3/IRG25	Amorphous Materials/Schott
Ge₂₂As₂₀Se₅₈	GASIR1	Umicore IR Glass

Tableau 2 : Exemples de verres de chalcogénures commerciaux

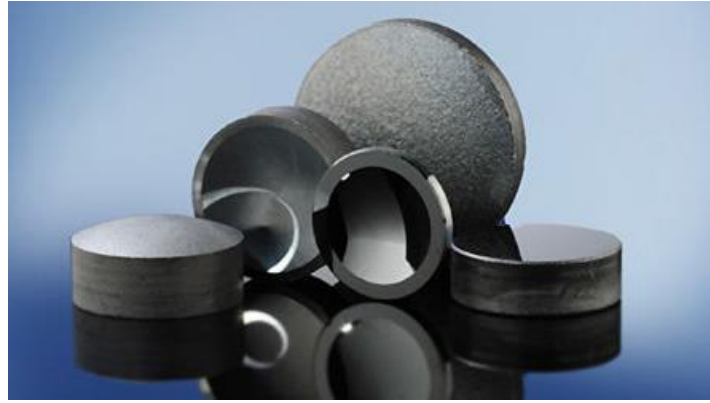


Figure 1-11 : Illustration de verres de chalcogénures

1.3.1.2 Propriétés optiques

Les verres de chalcogénures sont connus pour leur transparence de l'infrarouge proche à l'infrarouge lointain soit environ de 1 μm à 25 μm . La gamme de transmission de chaque verre est intimement liée à leur composition ; par exemple, les verres à base de sulfures sont transparents dans une partie de la gamme du visible, alors que les verres à base de tellure ou de sélénium y sont opaques. Dans le lointain infrarouge, la longueur d'onde de transmission maximale est d'environ 12 μm avec le sulfure, 15 μm pour les séléniures et jusqu'à 20 μm pour les tellurures.

De par leur constitution atomique, ces verres sont denses et ont des indices de réfraction relativement élevés compris entre 2 et 3. Leur gap optique peut lui prendre des valeurs très variables en fonction de la composition chimique du verre (Tableau 3).

Composition (mol%)	Eg (eV)	n
$\text{As}_{40}\text{S}_{40}\text{Se}_{20}$	1,70	2,47
$\text{As}_{24}\text{S}_{38}\text{Se}_{38}$	1,67	2,32
$\text{Se}_{92}\text{Te}_4\text{Ag}_4$ [29]	1,5	1,79
$\text{Se}_{84}\text{Te}_4\text{Ag}_{12}$ [29]	1,8	2,32
$\text{Ga}_{28}\text{La}_{12}\text{S}_{60}$	2,38	2,5
$\text{Ge}_{25}\text{Ga}_5\text{S}_{70}$	2,38	2

Tableau 3 : Band gap et indice de réfraction de quelques verres de chalcogénures

Une autre propriété remarquable des verres de chalcogénures est leur photosensibilité, *i.e.* la recombinaison des liaisons chimiques sous l'action d'une source lumineuse dont la longueur d'onde d'émission est proche du band gap optique. Ce mécanisme basé sur la création de paires électron-trou provoque des changements des liaisons de valences de certains atomes et

créée des défauts dans la matrice vitreuse. Ceux-ci modifient les propriétés physiques du verre menant à différents types de phénomènes comme par exemple : le *photo-darkening* [30], photo-diffusion [31] ou la biréfringence photo-induite [32]. Ces phénomènes induisent des modifications exploitables pour certaines applications. Par exemple, il est possible de contrôler la solubilité de couches à base d'As-S par photo-polymérisation locales de celles-ci avec un faisceau d'électrons ou un laser à impulsions ultra-courtes à 800 nm. Une approche similaire à celle utilisée en photolithographie peut alors être utilisée pour la création de nanostructures à 3 dimensions [33]. Les variations d'indice photo-induites ont quant à elles été largement utilisées pour l'écriture de guides d'ondes [34], l'enregistrement de réseaux de Bragg dans les couches [35] ou l'ajustement de la longueur d'onde émise par les lasers à cascade quantique [36].

Cependant, pour certaines applications optiques, ces phénomènes photo-induits sont problématiques, comme par exemple pour la tenue au flux. Ainsi des études concernant la photostabilité de ces verres [37] sont menées, en particulier, pour des applications directes dans les lasers à haute densité d'énergie.

1.3.2 Exemple d'applications : fibre optiques et mémoire à changement de phase

Dans cette partie, la liste des applications des verres de chalcogénures passés en revue n'a pas pour but d'être exhaustive ; tant leur nombre est grand. Nous nous sommes restreints à certaines applications majeures de ces verres.

Tout d'abord, l'introduction des verres de chalcogénures dans les fibres optiques [38, 39] a été une des premières sources de motivations et axes de recherche concernant ces matériaux puisque les fibres de chalcogénures ont potentiellement une gamme de transmission comprise entre 2 et 12 μm . Les toutes premières fibres optiques produites à base d'arsenic, germanium ou tellure ont été utilisées avec des lasers CO_2 [40]. La majorité des efforts se sont ensuite concentrés vers la diminution des pertes dans ces fibres qui restent un problème majeur. Par exemple pour les fibres à base de trisulfure d'arsenic, les pertes les plus basses théoriques sont de l'ordre de 4 dB/km⁻¹ [41], tandis qu'en pratique, pour des fibres purifiées, la valeur la plus basse reportée est de 23 dB/km⁻¹ [42]. Si les pertes sont aussi élevées, c'est à cause des phénomènes d'absorption et de diffusion provoqués par des impuretés qui se forment lors du procédé de fabrication. De nombreux travaux [43, 44, 45] sont en cours pour augmenter la pureté des chalcogénures au regard des futures applications dans les domaines de la chirurgie laser ou la découpe laser par exemple.

Si les pertes sont problématiques pour les applications nécessitant des propagations sur de longs trajets de fibre, elles deviennent beaucoup plus acceptables dans le cas où elles sont utilisées comme capteurs. En effet, les capteurs à fibre à base de chalcogénures utilisent le fait que le faisceau transmis par cette fibre est modifié, lorsque celle-ci est mise en contact

avec une substance à détecter. Cet effet se repose sur une interaction entre l'onde évanescente et le milieu à détecter [46]. Or, il est important de rappeler que les signatures des vibrations fondamentales des biomolécules constituant les tissus et fluides biologiques se situent dans le proche et moyen infrarouge, domaine spectral où ces fibres sont transparentes. L'utilisation de cette technique associée à de la spectroscopie représente donc, de nos jours, une des techniques les plus prometteuses, notamment pour la détection de maladies, d'infections ou de tumeurs [47, 48]. Une application des matériaux chalcogénures dans le domaine de l'optique guidée est le développement de capteurs chimiques. Ces capteurs utilisent soit un effet du milieu extérieur sur les ondes évanescente similaire à celui observé dans les fibres, soit une technique de spectroscopie Raman [49]. Cette approche permet de produire des capteurs de plus petites tailles et plus répétables que les capteurs à fibres optiques. De plus, ils offrent la possibilité de pouvoir intégrer les sources, détecteurs, etc. au système [50] ainsi que de générer des systèmes de types résonateurs qui augmentent considérablement le seuil de détectivité [51].

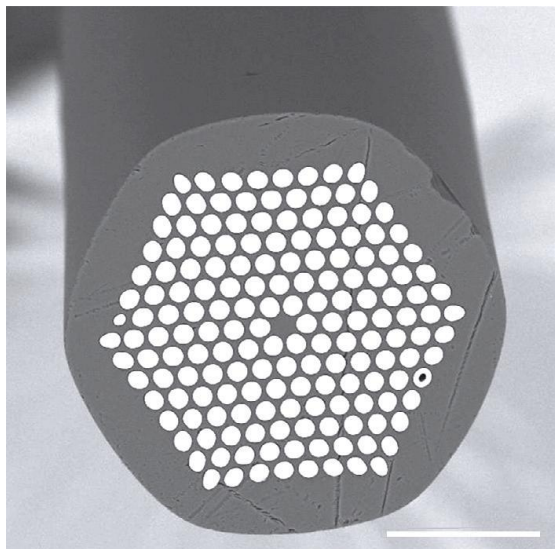


Figure 1-12 : Exemple de fibres microstructurées à base de verres de chalcogénures [142]

Un autre axe important est le développement de fibres optiques microstructurées à base de chalcogénures. En effet, les fibres optiques microstructurées (ou fibres à cristal photonique, Figure 1-12) se sont imposées au cours de ces vingt dernières années comme une technologie incontournable en photonique puisqu'elles permettent le confinement de la lumière grâce à une modulation périodique de leur structure d'indice [52]. Elles présentent notamment un intérêt majeur dans les applications de laser de puissance pour la production de fibres monomodes à large cœur [53], ou pour le confinement du faisceau transmis dans le cœur de la fibre et la génération de supercontinuum [54]. Cette approche devient très intéressante pour les fibres à base de verres de chalcogénures. En effet, ces verres sont connus pour présenter de larges effets non-linéaires [55] qui sont plusieurs ordres de grandeur supérieurs à ceux observés dans les fibres à cœur de silice. La réalisation de fibres nanostructurées permet

donc la propagation de faisceaux laser à hautes densités de puissance dans le moyen infrarouge avec des effets non-linéaires maîtrisés [56]. Par opposition d'autres structures ont été conçues afin de concentrer le faisceau se propageant dans ces fibres et ainsi augmenter la densité de puissance. Cela amplifie les effets non-linéaires ce qui génère des supercontinuum dont la largeur spectrale peut s'étendre sur plusieurs microns [57].

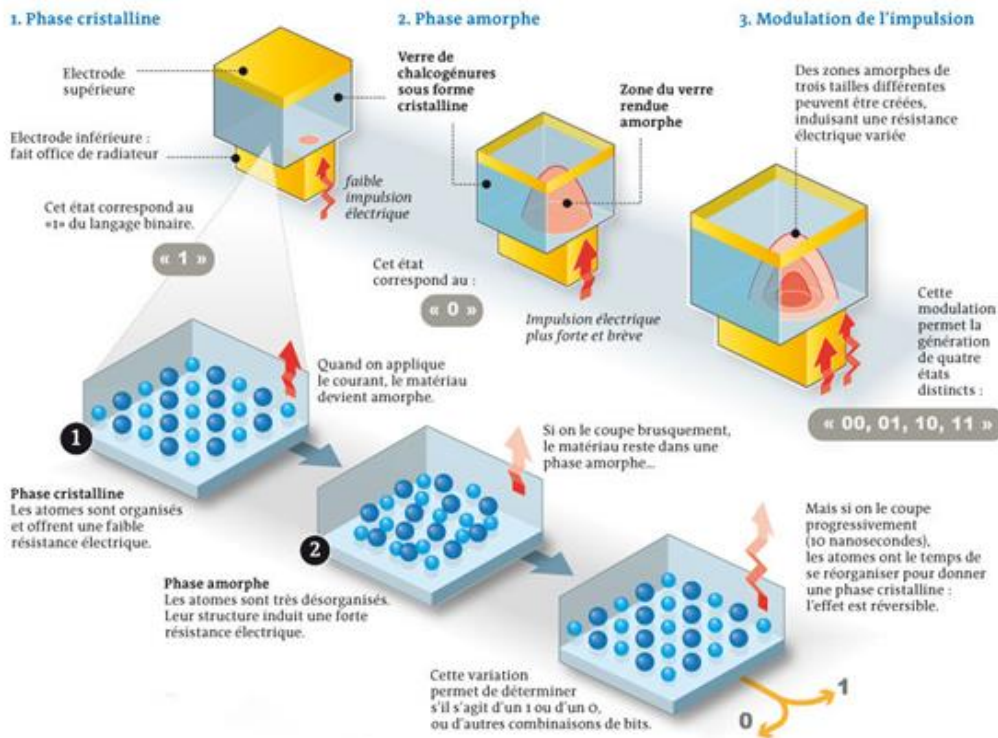


Figure 1-13 : Principe de la mémoire PRAM [145]

Enfin, une dernière application notable des verres de chalcogénures concerne l'utilisation des propriétés de changements de phase de ces matériaux [58]. Connus dans le monde de l'industrie sous le nom de mémoire PRAM pour *Phase-change Random Access Memory* [59], ces mémoires incarnent le prochain remplaçant des mémoires flash utilisées dans les disques durs ou les clés USB. Le principe de fonctionnement pour le stockage de données est basé sur le changement de phase des verres de chalcogénures : sous l'action d'un flux de chaleur contrôlé, le verre de chalcogénures bascule localement d'une phase cristalline à une phase amorphe. Ainsi l'information est enregistrée sous forme de 0 ou de 1. La relecture des données, ainsi stockées, peut se faire de manière optique ou électrique car la réflectivité et la résistivité du matériau sont très distinctes entre la phase cristalline et la phase amorphe. Enfin les données peuvent être effacées par maîtrise du temps/température de chauffe et du refroidissement nécessaires à sa recristallisation ou à son amorphisation. Récemment, IBM a présenté un prototype de mémoire PRAM [60] dont les vitesses d'écriture et lecture sont 275 fois plus rapides que les actuels SSD. Cela montre donc le fort potentiel de cette nouvelle approche basée sur l'emploi de verres de chalcogénures.

1.3.3 Couche minces de chalcogénures

Cette thèse visant à utiliser des couches minces de chalcogénures pour la réalisation de composants optiques, nous nous sommes donc intéressés aux techniques de fabrication de ceux-ci ainsi qu'à quelques applications. La méthode de dépôt physique la plus utilisée pour la production de verres de chalcogénures sous forme de couches minces est l'évaporation thermique sous vide. De nombreuses structures de verres ont ainsi été évaporées telles que : As-S [61] , As-S-Se [62], Ge-As-Se [63], Ga-As-Te [64] ou encore Ge-Se-Te [65]. De manière générale, ces travaux ont pour objectif l'étude des caractéristiques optiques, de la composition et la cosmétique des couches minces réalisées. D'autres techniques de dépôt ont également été utilisées plus récemment telles que l'ablation laser (PLD) [66] ou la pulvérisation cathodique [67]. Le point fort de ces deux méthodes est, contrairement à la première, la conservation de la stœchiométrie de la cible. Ainsi, en couches minces, on note des larges variations des paramètres optiques entre les matériaux massifs et le même matériau après dépôt de la couche [68]. En effet les propriétés des couches obtenues sont très dépendantes de la méthode et des conditions de dépôt qui vont très fortement influencer la stœchiométrie finale du matériau et sa densité sous forme de couches minces. Enfin, à part quelques études réalisées au sein de l'équipe Couches Minces Optiques de l'Institut Fresnel en collaboration avec l'équipe Verres et Céramiques de l'Institut des Sciences Chimiques de L'université de Rennes qui visaient à utiliser des couches minces optiques pour la réalisation de filtres optiques interférentiels [69], il existe très peu d'autres références sur le domaine. La très grande majorité des applications de ces couches concerne la réalisation de guides d'onde [34], de réseaux de Bragg [35] ou de capteurs [70] comme il a été mentionné précédemment. D'autres applications s'intéressent par exemple à la réalisation de microcavités planaires ou d'amplificateurs pour le moyen infrarouge réalisés par dépôt de couches minces optiques de chalcogénures dopés aux terres rares [71].

1.4 Conclusion

Les verres de chalcogénures et le contrôle des propriétés spectrales et spatiales de faisceaux optiques sont les deux thèmes majeurs qui seront abordés dans ce manuscrit. Comme le montre cette analyse de la littérature, ces domaines ont connu des développements très importants au cours de ces vingt dernières années et ont atteint une très bonne maturité et présentent de très nombreuses applications scientifiques et industrielles. L'objectif de cette thèse consistait donc à combiner les verres de chalcogénures à des structures à base de couches minces optiques et à utiliser leurs propriétés de photosensibilité pour la fabrication de composants optiques spatialement structurés en volume.

Ainsi nous aborderons dans un premier temps, la technique utilisée pour le dépôt de couches minces optiques de chalcogénures sur substrats de verre (Chapitre 2). Les méthodes de

caractérisation et l'extraction des constantes optiques des monocouches seront ensuite présentées dans le Chapitre 3, puis les effets photo-induits au sein des couches minces fabriquées seront investigués et quantifiés dans le Chapitre 4. Enfin, dans le Chapitre 5 et Chapitre 6, nous verrons comment exploiter ces effets photo-induits pour la photo-inscription d'éléments optiques diffractifs dans le volume d'une couche mince de chalcogénures ou comment intégrer ces couches dans des filtres optiques interférentiels usuels, pour le contrôle, post-dépôt, de leurs spectres de transmission et/ou de réflexion.

Partie I

Dépôt et caractérisation de monocouches à base de matériaux oxydes et non-oxydes déposées par évaporation par canon à électrons

Chapitre 2

Dépôt de monocouches par évaporation par canon à électrons

2.1 Introduction

2.1.1 Les techniques de dépôts de couches minces optiques

Il existe à ce jour de nombreuses techniques de dépôt de couches minces optiques. Elles reposent principalement sur les technologies du vide et se divisent en deux grandes catégories : chimiques ou physiques. Chacune de ces méthodes possèdent leurs avantages et inconvénients pour la production de couches minces optiques dont les caractéristiques typiques sont : la transparence, les contraintes mécaniques, la durabilité, la densité des couches, la quantité de défauts... Il en découle évidemment que les propriétés optiques des couches déposées sont étroitement liées à la technologie de dépôt utilisée, mais dépendent aussi des paramètres expérimentaux de la machine. Les deux sous-parties suivantes visent à présenter succinctement ces deux classes de procédé.

2.1.1.1 Le dépôt chimique en phase vapeur

Le dépôt chimique en phase vapeur (*Chemical Vapor Deposition*, CVD) est un procédé couramment utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs. Il consiste à mettre à proximité de l'interface solide du substrat un composé volatil précurseur en présence ou non d'autres gaz. Ce dernier catalyse une réaction chimique à l'interface pour donner un produit solide sur le substrat. Basées sur ce principe, de nombreuses technologies se sont développées telles que

l'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM), la technique de croissance cristalline, ou le dépôt par bain chimique (CBD). Ces techniques ne sont cependant pas couramment utilisées dans le domaine des couches minces optiques car elles ne permettent pas, entre autre, le dépôt d'un grand nombre de couches.

2.1.1.2 Le dépôt physique en phase vapeur

Le dépôt physique en phase vapeur (*Physical Vapor Deposition*, PVD) est le type de procédé le plus couramment utilisé pour la production de couches minces optiques. Le dépôt se fait dans une chambre hermétique sous vide à une pression inférieure ou égale à quelques 10^{-5} mbar. Le nombre et la complexité des technologies n'ont cessé de croître, mais celle que l'on nomme évaporation thermique est restée l'une des plus utilisées à cause de son principe de fonctionnement simple, son bas cout, et sa flexibilité. Cette technologie repose sur l'évaporation du matériau par simple apport de chaleur. Les molécules en phase gazeuse se déplacent en ligne droite et se condensent ensuite à l'état solide sur le substrat de verre dans le bâti sous vide. L'apport d'énergie pour atteindre le point d'évaporation de la cible peut se faire de différente manière, soit par chauffe du creuset dans lequel est placé la matière par un filament électrique, soit avec des canons à électrons ; la matière est bombardée par un faisceau d'électrons énergétiques jusqu'à évaporation. A cette technologie est venu s'ajouter des assistances comme l'assistance par canon à ions ou plasma. Elles apportent une quantité d'énergie additionnelle aux molécules évaporées qui permet de densifier les couches déposées.



Figure 2-1 : Leybold Optics SYRUSpro 710 en environnement salle blanche (Espace Photonique) : (a) l'interface du bâti, (b) son intérieur (canons à électrons et assistance plasma, porte-substrats...)

L'équipe Couches Minces Optiques (RCMO) s'est par exemple dernièrement dotée d'une

SYRUSpro 710 (Figure 2-1) produite par la société Leybold Optics (maintenant Bühler) qui utilise une assistance plasma (APS, Advanced Plasma Source) [72].

Une autre approche totalement différente pour le dépôt de couches minces optiques est la pulvérisation. Cette méthode est basée sur un faisceau d'ions énergétiques qui pulvérise la cible sous forme d'atomes par le transfert de leur quantité de mouvement et va se déposer sur le substrat sous forme de couches minces denses. Différentes méthodes basées sur ce principe existent telles que :

- Le « *Dual ion beam sputtering* » (DIBS), qui utilise un faisceau d'ions pour la pulvérisation et un second pour assister la croissance des couches et leur cosmétique.
- Le « *Magnetron sputtering* » (MS). Pour cette technologie, la chambre de dépôt est sous pression partielle d'argon. Des magnétons permettent de produire au sein du gaz un plasma énergétique. Ce dernier sert à pulvériser la cible. Les magnétons produisent aussi de forts champs magnétiques pour contenir le plasma autour de la cible.

En fonctionnement depuis 2013 dans l'équipe RCMO, la machine HELIOS (Figure 2-2) produite par la société Bühler Leybold Optics est basée sur cette dernière technologie.

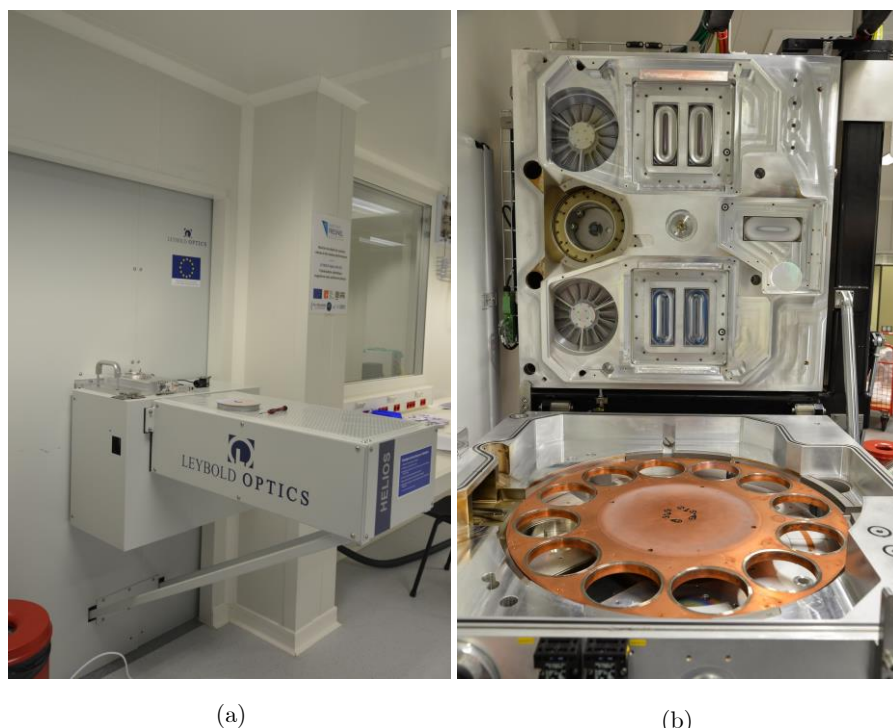


Figure 2-2 : Leybold Optics HELIOS : (a) sas de chargement en salle blanche, (b) intérieur du bâti dans le doigt gris (magnétons, source plasma, plateau porte substrats...)

Un des principaux avantages de ces technologies est la fidélité de la stoechiométrie cible/couches minces et la stabilité des vitesses de dépôt. En contrepartie cette technique est moins flexible car elle nécessite l'emploi de cibles massives pour le dépôt des matériaux ou une géométrie contraignante comme pour la machine HELIOS. Cela contraste avec une technique d'évaporation classique dont la diversité des matériaux déposés et la flexibilité des vitesses d'évaporation sont bien connues.

En conclusion, diverses techniques de dépôt sont disponibles au sein de l'équipe RCMO. Le choix de la technique se fait en fonction du type de matériau et/ou de structure à déposer.

2.1.2 Contexte et choix du bâti pour le dépôt de couches à base de verres de chalcogénures

L'un des principaux objectifs de cette thèse consiste à déposer des couches minces optiques à base de verres de types chalcogénures et de les introduire dans des composants multicouches afin de produire de composants optiques spatialement structurés en volume. Transparents de l'infrarouge proche à l'infrarouge moyen voire lointain, ils ont la particularité, pour certains, de présenter des effets photo-induits tels que le changement local de configuration atomique. Cet effet induit une modification des constantes optiques, *i.e.* énergie de la bande de valence, coefficient d'absorption et indice de réfraction. L'exploitation de ces propriétés en couches minces permettrait le développement et la fabrication de composants optiques tels que les filtres bandes étroites ultra-homogènes, Fabry-Perot à zone... Des monocouches de chalcogénures ont été largement déposées et caractérisées dans le passé via des techniques d'évaporation thermique ou laser pulsée. [73, 74]. Parallèlement, il a été démontré que ces méthodes de dépôt permettaient de produire des couches photosensibles. Basé sur ces connaissances et les machines disponibles au sein de l'équipe Couches Minces Optiques, l'évaporation par canon à électrons (Balzers BAK600) a été retenue. En effet, comme mentionné précédemment, cette technique permet aisément d'adapter les paramètres de dépôt au matériau considéré. De plus, afin de produire des structures multicouches complexes, les couches de chalcogénures seront combinées à des couches produites à partir de matériaux oxydes classiques : Ta_2O_5 et SiO_2 .

Nous allons dans les parties suivantes décrire le fonctionnement du bâti de manière succincte, puis détailler l'ensemble du travail qui a été effectué sur le bâti de dépôt pour sa remise en fonctionnement et sa semi-automatisation.

2.2 Mise en fonctionnement du bâti Balzers BAK600

2.2.1 Présentation du bâti

2.2.1.1 Description du bâti

La Balzers BAK600 est un bâti de dépôt qui fonctionne par évaporation par canon à électrons (*Electron Beam Physical Vapor Deposition*, EBPVD). Dans son enceinte se logent à gauche et à droite une anode cible (le creuset), un canon à électrons et un cache. En hauteur, se trouvent le porte substrat et une microbalance à quartz (cf. Figure 2-3). En plus de ces équipements nécessaires au dépôt de couches minces optiques, un chauffage thermique peut s'ajouter. Il ne sera cependant pas utilisé dans les différents travaux de ce doctorat. Il est important de noter que ce bâti n'avait pas été utilisé pendant plusieurs années. Au cours de cette thèse, il a donc fallu le remettre en route et corriger l'ensemble des problèmes liés à une mise à l'arrêt prolongée. De plus, l'ensemble des méthodes et programmes de contrôles ont été entièrement redéveloppés.

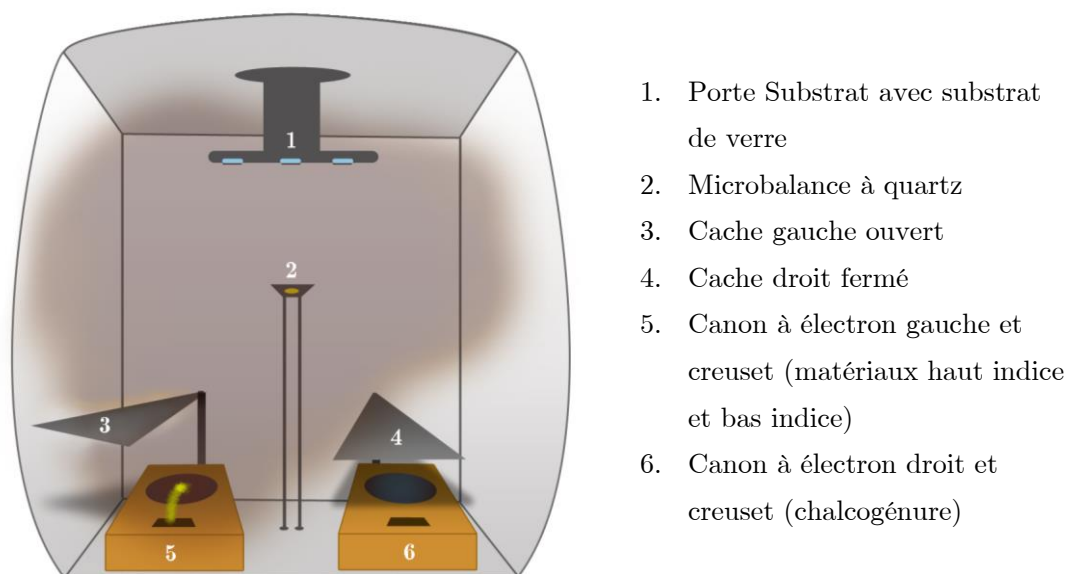


Figure 2-3 : Principe d'un bâti de dépôt fonctionnant par EBPVD

2.2.1.2 Déroulement d'un dépôt

Avant chaque dépôt, le vide est fait au sein de l'enceinte par une pompe primaire à palette qui permet d'atteindre un vide de quelques 10^{-3} mbar. Cette pression atteinte, la pompe secondaire (une pompe à diffusion) prend le relai et pousse le vide jusqu'à 5.10^{-7} mbar, pression généralement mesurée après 24 heures de pompage. Une basse pression assure, en particulier, la bonne qualité des couches déposées.

Le dépôt de couches minces optiques peut alors débuter. Lors d'une première phase,

obturateur fermé, le filament en tungstène est porté à haute température afin qu'il émette des électrons. Ces derniers sont accélérés par un champ électrique et un champ magnétique générés par un système de bobines qui contrôle en parallèle la déflexion, le balayage sur le creuset, la fréquence et la taille du faisceau d'électrons. L'énergie cinétique des électrons est alors convertie en énergie thermique qui chauffe puis évapore le matériau. La seconde phase débute par l'ouverture du cache. La matière à l'état gazeux se condense sur le substrat, l'intégralité du bâti et sur la microbalance à quartz (Figure 2-3). Celle-ci permet en particulier de relever les paramètres de dépôts : vitesse de dépôt et épaisseur du matériau déposée. Lorsque l'épaisseur de consigne est atteinte, le cache se referme et le canon à électrons s'éteint. Le dépôt de la couche est terminé.

2.2.2 Paramètres de dépôts contrôlés par microbalance à quartz

Afin de contrôler l'ensemble des paramètres physiques en cours de dépôt, la machine est pilotée intégralement à l'aide d'un programme édité sous LabVIEW. Celui-ci se charge en particulier de communiquer avec le contrôleur de la microbalance à quartz et avec un contrôle optique *in-situ*. Nous allons détailler dans cette partie, les principaux paramètres de dépôt utilisés lors d'un dépôt contrôlés au travers de la microbalance à quartz.

2.2.2.1 Paramètres de dépôt

De manière générale, au sein de la BAK600, les paramètres du dépôt sont contrôlés par le contrôleur de la microbalance à quartz : XTC/2 de la société Inficon. Pour chacun des matériaux et couches minces optiques à déposer, un certain nombre de paramètres sont à définir dans le XTC/2. Les principaux sont :

1. La vitesse de dépôt qui définira à posteriori les caractéristiques intrinsèques de la monocouche, *i.e.* son indice de réfraction et son coefficient d'absorption.
2. L'épaisseur de la couche à atteindre.
3. La densité du matériau et son nombre Z.

Les secondaires sont destinés à la définition des deux temps de chauffe de la première phase du dépôt. Pour chacun d'eux, on définit :

1. le temps de montée
2. le temps d'attente
3. la puissance du canon à électron à atteindre.

Le premier cycle de chauffe initialise la montée en température du filament en tungstène, tandis que le seconde initialise la chauffe et l'évaporation du matériau afin qu'à l'ouverture du cache la vitesse d'évaporation de consigne soit quasiment atteinte.

2.2.2.2 Paramètres de contrôle PID

Le contrôle « Proportionnel, Intégral, Dérivé » dit PID est une méthode de régulation employée dans l'asservissement. Il sert ici, dans le XTC/2, à asservir la vitesse de dépôt R par rapport à la puissance P des canons à électrons. Le schéma de la Figure 2-4 représente le schéma bloc de l'asservissement géré par le XTC/2. Exprimé dans le domaine de Laplace, il est composé de deux blocs principaux : le contrôleur $PID(s)$ et de la fonction de transfert du procédé $H(s)$ avec s la variable de Laplace. Ses différentes grandeurs sont :

- $C(s)$: consigne de vitesse
- $e(s) = C(s) - R(s)$: erreur entre consigne et la vitesse mesurée
- $P(s)$: puissance régulée
- $R(s)$: vitesse mesurée

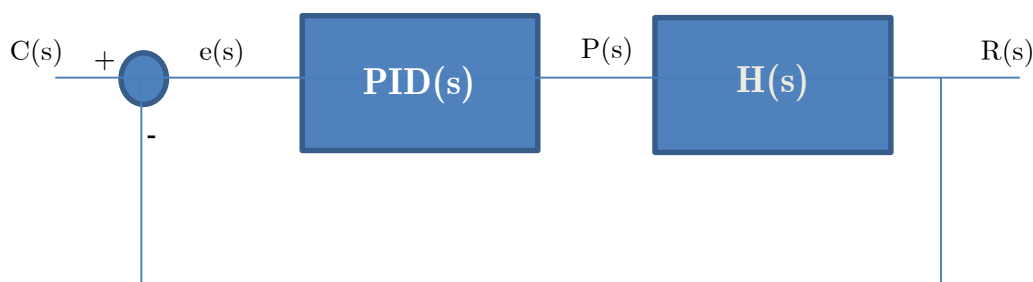


Figure 2-4 : Schéma bloc du XTC/2

La fonction de transfert du procédé $H(s)$ est modélisée par un retard du premier ordre et un temps mort. Elle s'exprime :

$$H(s) = \frac{K_p \exp(-\frac{L}{s})}{T_1 s + 1} \quad (2-1)$$

Le terme exponentiel représente un temps mort de constante L . Le dénominateur quant à lui est un retard du 1^{er} ordre de constante T_1 . La constante K_p est définie comme étant le ratio de la variation de vitesse par rapport à la variation de la puissance.

$$K_p = \frac{\Delta R}{\Delta P} \quad (2-2)$$

La réponse d'une telle fonction de transfert à une consigne de vitesse de dépôt est illustrée sur la Figure 2-5 en fonction du temps. Dans le cas d'une évaporation par canon à électrons, on dit que la source est rapide car les constantes L et T_1 sont faibles et inférieures à la seconde.

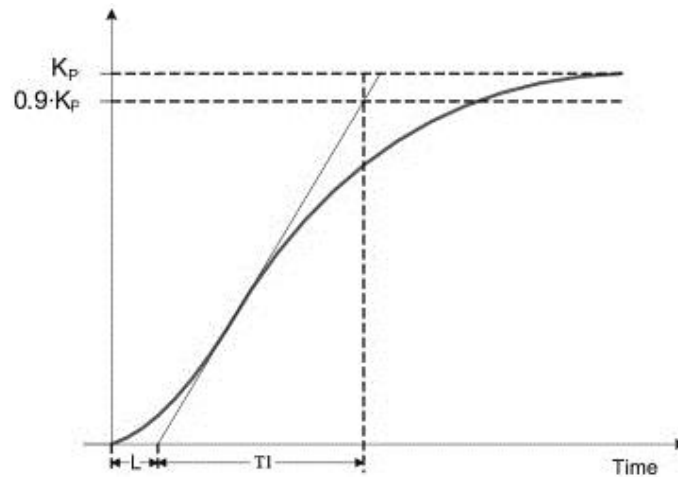


Figure 2-5 : Exemple de réponse de la fonction de transfert à une consigne

L'autre bloc composant l'asservissement en puissance du dépôt, est le contrôle PID. Il est, comme son nom l'indique, composé de 3 blocs différents. Le premier bloc est dit proportionnel, le second intégral et le dernier dérivé. Chaque bloc joue un rôle différent.

Le contrôle proportionnel a pour but d'amplifier l'erreur commise par le système avec la constante de gain K_c . L'idée est d'augmenter l'erreur sur le système afin que celui-ci réagisse plus rapidement. Plus la valeur de K_c est élevée plus la réponse du système sera rapide. En revanche dans le cas d'un K_c non-adapté, la stabilité du système s'en trouve altérée et le système peut même diverger. Ainsi la fonction de transfert d'un correcteur proportionnel s'écrit :

$$P(s) = K_c e(s) \quad (2-3)$$

Au contrôle proportionnel vient s'ajouter le correcteur intégral. Il permet de compenser les erreurs statiques du système. En effet lorsque le système converge, la différence entre la valeur de consigne et la valeur mesurée est faible et le contrôle proportionnel est insuffisant, l'erreur est alors intégrée et amplifiée par une constante d'intégration K_i . L'ensemble s'exprime :

$$P(s) = K_c e(s) + \frac{K_i}{s} e(s) \quad (2-4)$$

A cela s'ajoute le terme dérivateur. Il dérive l'erreur commise par rapport au temps et la multiplie par une constante K_d . Son rôle est de limiter le dépassement de consigne du système. Ce terme devient en particulier prépondérant lorsque l'erreur est faible. L'ensemble de 3 termes s'exprime :

$$P(s) = K_c e(s) + \frac{K_i}{s} e(s) + K_d s e(s) \quad (2-5)$$

L'expression de la fonction de transfert PID s'écrit alors :

$$PID = \frac{P(s)}{e(s)} = K_c \left(1 + \frac{1}{T_i s} + T_d s \right) \quad (2-6)$$

avec comme constante :

- K_c : constante de gain
- T_i : le temps d'intégration
- T_d : le temps de dérivation

Dans le cas du XTC/2, les paramètres à définir ne sont pas exactement les mêmes que pour le contrôle PID, il s'agit de :

1. CTL GAIN = K_p , le gain de la fonction de transfert du procédé
2. CTL TC = T_l , le temps de retard de la fonction de transfert du procédé
3. CTL DT = L , le temps mort de la fonction de transfert du procédé

Une fois ces paramètres entrés dans la machine, le contrôleur XTC/2 recalcule à partir des formules de l'équation (2-7) les valeurs K_c , T_i et T_d à utiliser. Elles ont été optimisées pour le procédé de dépôt selon le critère de performance ITAE [75] (pour « Integral Time multiplied by Absolute Error »)

$$\begin{aligned} K_c &= \left(\frac{1,36}{K_p} \right) * \left(\frac{L}{T_1} \right)^{-0,947} \\ T_i &= (1,19 T_1) * \left(\frac{L}{T_1} \right)^{0,738} \\ T_d &= (0,38 T_1) * \left(\frac{L}{T_1} \right)^{0,995} \end{aligned} \quad (2-7)$$

Afin d'avoir des indices de réfraction répétables et stables d'un dépôt à l'autre, il est nécessaire que l'asservissement de la vitesse de dépôts soit le meilleur possible. En effet, oscillations, pics de vitesse ou encore ralentissement lors d'un dépôt génèrent des couches inhomogènes ou des gradients d'indice dans l'épaisseur de la couche. Il est donc important de définir proprement chaque constante du contrôle PID. Par ailleurs chacune de ces constantes diffèrent d'un matériau à l'autre. Puisque sa réponse aux canons à électron est fonction de sa nature (densité,...) et/ou de sa forme (grain, poudre, massif).

Ainsi, comme nous le verrons dans la partie suivante, un effort particulier a été fourni pour optimiser et adapter expérimentalement chacune de ces constantes à chaque matériau.

2.3 Dépôt de monocouches minces optiques

Plusieurs matériaux ont été déposés au sein de la BAK600, à la fois des matériaux oxydes : Ta_2O_5 et SiO_2 et de matériaux non-oxydes, *i.e.* des chalcogénures : AMTIR-1 et 2S1G -1. Dans cette partie, nous présentons un à un les matériaux, paramètres expérimentaux et résultats obtenus lors de leur dépôt sous forme de monocouches. Nous avons étudié en particulier la stabilité des vitesses de dépôt, les temps de chauffe et les paramètres PID à l'obtention de vitesses de dépôt stables.

2.3.1 Dépôt de monocouches de Ta_2O_5

Le pentoxyde de Tantale, Ta_2O_5 , est un matériau classique déposé dans la plus part des bâtis de l'équipe RCMO et de manière plus générale par l'ensemble de la communauté des couches minces optiques. Il sert de matériau haut indice pour la gamme de longueurs d'onde allant de 400 à 2400 nm. Le matériau approvisionné auprès de la société Neyco présente une pureté de 99,9% et se présente sous forme de granules de quelques millimètres de diamètre. Il n'est cependant pas déposé sous cette forme, les granules sont préalablement portées au point de fusion au sein du bâti et elles s'agglomèrent pour former un creuset compact de Ta_2O_5 . Il est en général préparé et réapprovisionné dans le creuset de gauche de la BAK600 avant le dépôt de multicouches (cf. Figure 2-8).

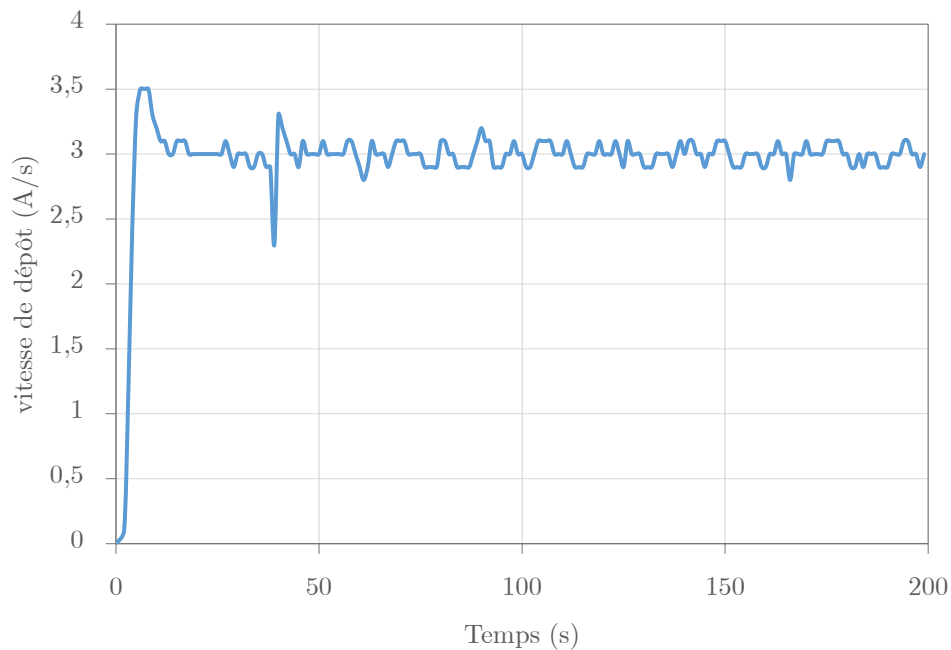


Figure 2-6 : Fluctuations caractéristiques de la vitesse de dépôt enregistrées lors de la fabrication de couches minces de Ta_2O_5

Pour le dépôt de Ta_2O_5 , l'expérience et l'historique des paramètres nous ont permis de converger rapidement vers de très bonnes vitesses de dépôts. Comme l'illustre la Figure 2-6, la vitesse d'évaporation de consigne de 3A/s est rapidement atteinte et sans dépassement notable. En cours de dépôt, on enregistre une moyenne de 3,01 A/s avec une erreur en RMS de 3.8% soit des variations de $\pm 0,15$ A/s. Les paramètres PID sont décrits dans le Tableau 4 ci-après.

Statistiques				Paramètres PID		
Matériaux	Moyenne	Ecart type	RMS(%)	Gain	TC	DT
Ta2O5	3,01	0,12	3.8	1	5	0,5

Tableau 4 : Paramètres typiques enregistrés lors du dépôt d'une monocouche de Ta_2O_5

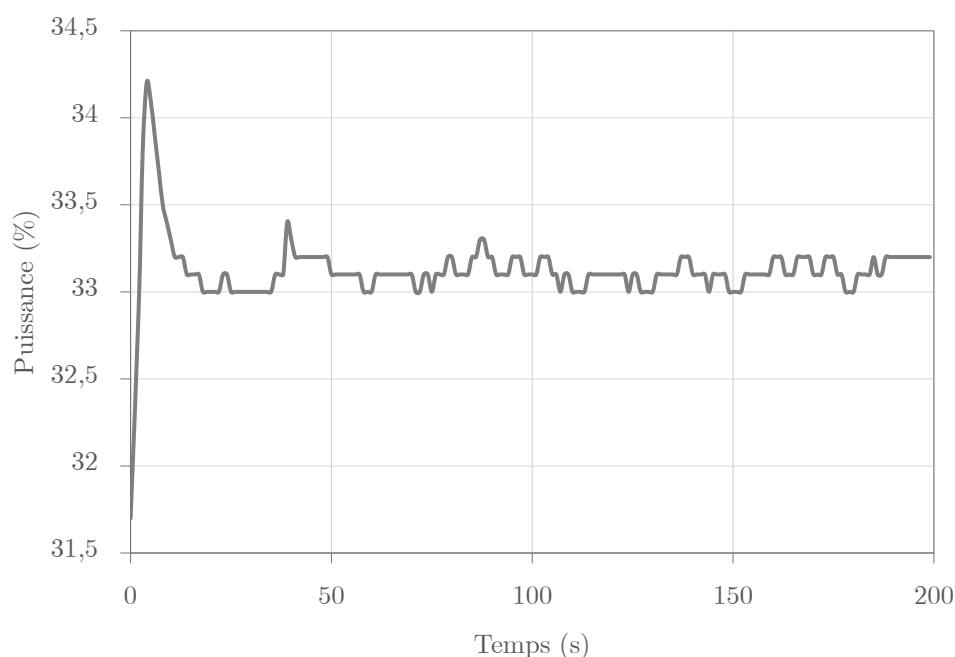


Figure 2-7 : Régulation de la puissance des canons à électrons lors du dépôt d'une monocouche de Ta_2O_5

2.3.2 Dépôt de monocouches de SiO_2

La silice (SiO_2) est le matériau bas indice usuellement déposé par l'équipe RCMO et la communauté des couches minces optiques. Il est utilisé pour une gamme de longueurs d'onde légèrement plus étendue que le Ta_2O_5 , *i.e.* de 250 à 2500 nm. Le matériau de base est fourni par la société Neyco avec une pureté supérieure à 99,9%. Contrairement au Ta_2O_5 , il n'est pas possible de le fondre afin d'en former un creuset, le SiO_2 est donc déposé sous la forme originale, *i.e.* des granules de 1 à 3 millimètres de diamètre. Par ailleurs, son indice de réfraction étant plus faible $n=1,46$ à 600 nm, une quantité de matière supérieure est nécessaire

pour atteindre la même épaisseur optique. Le matériau est donc placé et tassé dans un creuset en forme de banane (Figure 2-8) qui oscille lentement au cours du dépôt.

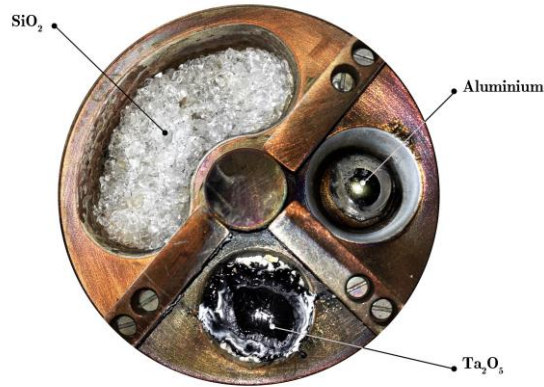


Figure 2-8 : Photo du creuset de « gauche » de la BAK600 – 3 emplacements : un pour la silice, le Ta_2O_5 et un autre matériau (ici un métal)

Pour le SiO_2 , l'ensemble des paramètres PID et temps de chauffe ont dû être re-déterminés car ceux que nous avons en référence ne nous permettaient pas d'obtenir une régulation en vitesse correcte comme le montre la Figure 2-10. Le système fonctionnait alors comme un interrupteur ON/OFF, soit la puissance était trop importante, soit elle était trop faible, d'où l'apparition de pics pour la vitesse de dépôt, illustrés par la Figure 2-9. La vitesse de consigne de 3 A/s n'était donc absolument pas atteinte.

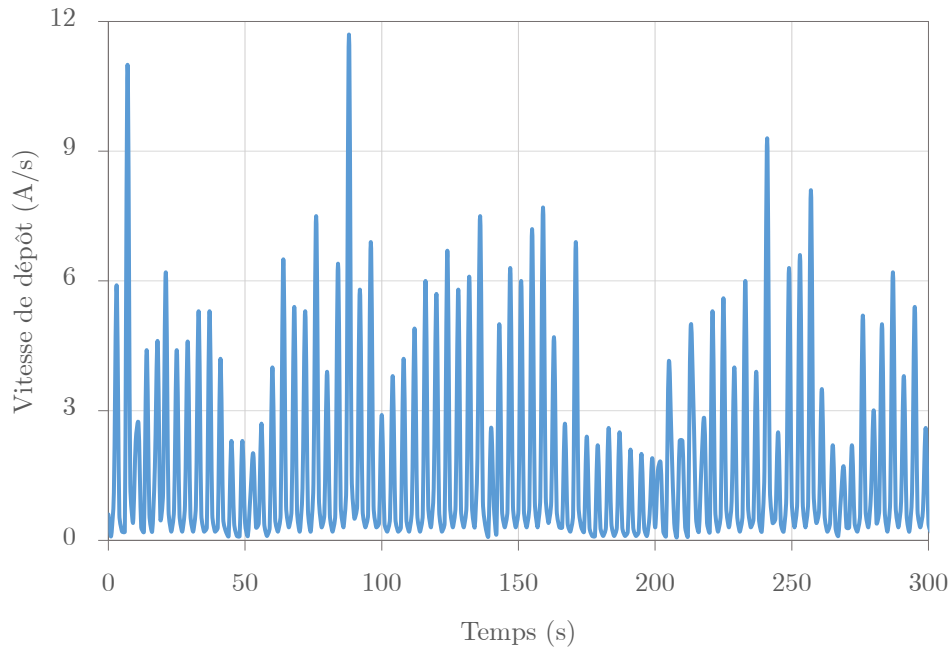


Figure 2-9 : Vitesse de dépôt initialement mesurée au cours du dépôt d'une monocouche de SiO_2

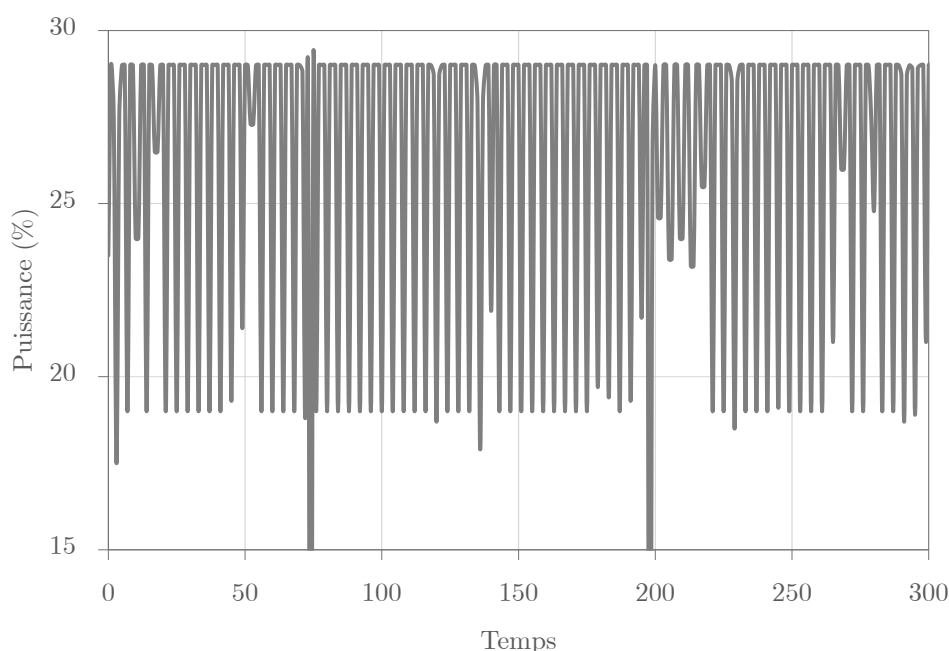


Figure 2-10 : Régulation en puissance initialement obtenue lors du dépôt d'une monocouche de SiO_2

Pour que la régulation de la puissance du canon à électrons se fasse correctement, les paramètres PID ont été redéfinis intégralement. Le programme pilotant le quartz permet de les modifier en cours de dépôt. Ainsi, empiriquement, nous avons optimisé chaque paramètre afin de stabiliser les vitesses de dépôt au plus près de la valeur de consigne. Le paramètre sur lequel nous nous sommes le plus focalisés est le GAIN. En effet, comme le montre les Figure 2-9 et Figure 2-10, le système réagit avec une trop grande amplitude. La puissance du canon passant de 23% à 29% en quelques secondes. Augmenter la valeur du GAIN diminue la constante K_c du contrôle PID, et donc la vitesse et l'amplitude de réaction du contrôle PID. Les Figure 2-11 et Figure 2-12 illustrent les résultats vers lesquels nous avons convergé pour la vitesse de dépôt du SiO_2 . On remarque que les résultats sont moins bons que pour le Ta_2O_5 . Cet effet est néanmoins usuel pour des matériaux sous forme de grains. La moyenne atteinte est de 2,93 A/s avec un RMS de 11,3% soit $\pm 0,33$ A/s en moyenne sur la vitesse de consigne. Ceci est principalement dû au fait que le SiO_2 est utilisé sous forme de granules. L'espace vide entre les grains, même tassés, entraîne ces fluctuations de vitesses visibles sur la Figure 2-11. L'ensemble des résultats est rassemblé dans le Tableau 5.

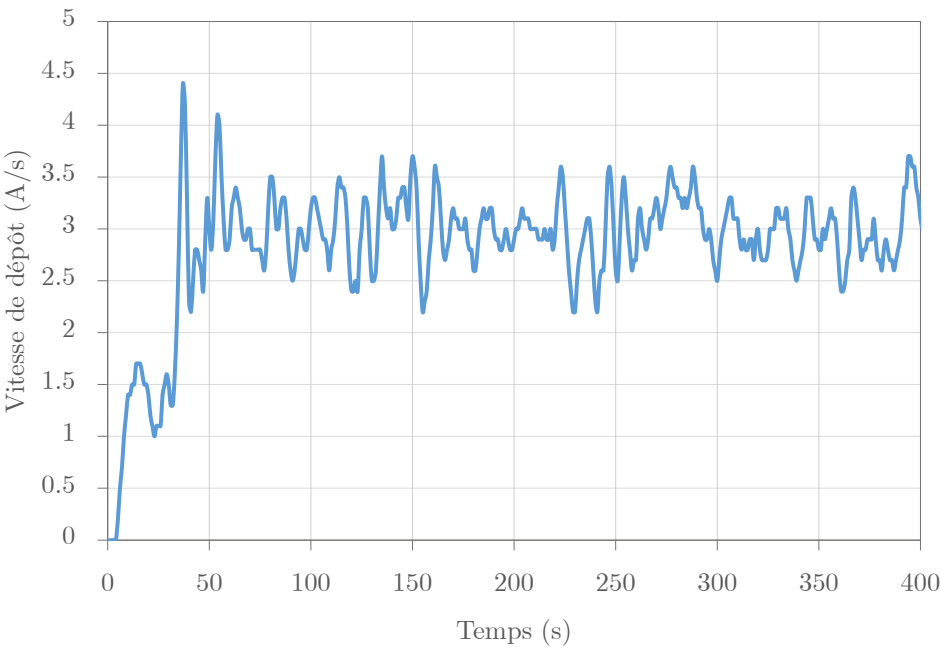


Figure 2-11 : Vitesse de dépôt optimale mesurée au cours du dépôt d’une monocouche de le SiO₂

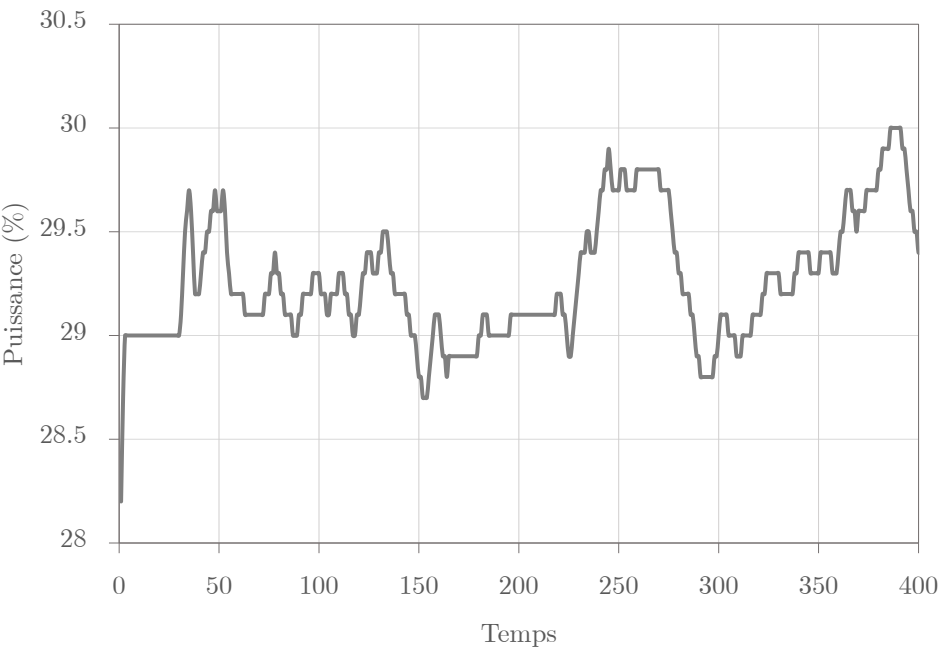


Figure 2-12 : Régulation en puissance optimale obtenue lors du dépôt d’une monocouche de SiO₂

Statistiques				Paramètres PID		
Matériaux	Vitesse Moyenne	Ecart type	RMS (%)	Gain	TC	DT
SiO ₂	2,93	0,47	11,3	3	0,1	0,1

Tableau 5 : Paramètres typiques enregistrés lors du dépôt d’une monocouche de SiO₂

2.3.3 Dépôt de monocouche d'AMTIR-1

Le candidat de verre de chalcogénures que nous avons sélectionné est connu sous le nom générique d'AMTIR-1, AMTIR est un acronyme anglais pour Amorphous Material Transmitting Infrared Radiation (matériaux amorphe transmettant dans l'infrarouge). Ce verre de composition chimique $\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$ a été approvisionné auprès de la société américaine Amorphous Material Inc. sous forme de cylindres massifs de verres de 1 pouce de diamètre et d'une dizaine de millimètres d'épaisseur. Ce verre industriel est facile à approvisionner et possède des propriétés optiques relativement bien connues [76, 77, 78]. L'équipe RCMO possède une première expertise dans le domaine des dépôts de chalcogénures puisque des couches minces optiques de 2S1G [79] et de TAS [69] ont déjà été déposées pour la réalisation de filtres optiques interférentiels de type Fabry-Perot simple cavité, La BAK600 n'ayant pas fonctionné pendant plusieurs années et l'AMTIR-1 étant un nouveau matériau, nous avons défini intégralement l'ensemble des paramètres de dépôt. Par ailleurs, le dépôt d'AMTIR-1 s'est fait avec le canon à électrons de droite, afin de le découpler des oxydes qui nécessitent une plus grande densité d'énergie pour leur évaporation mais également afin d'éviter une pollution respective des matériaux oxydes et non-oxydes. L'optimisation des paramètres : réglage du canon à électrons, temps de chauffe, vitesse d'évaporation, et paramètre PID s'est donc faite empiriquement et de manière dichotomique.

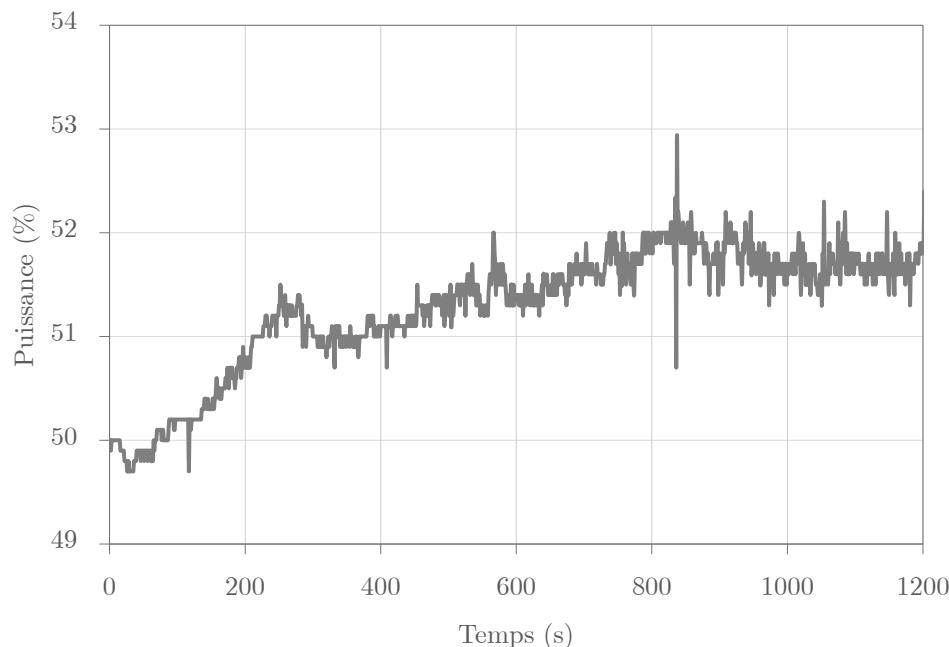


Figure 2-13 : Régulation en puissance obtenue lors du dépôt d'une monocouche d'AMTIR-1

Comme l'illustre les Figure 2-13 et Figure 2-14, nous sommes parvenus à obtenir une très bonne régulation de la vitesse pour une consigne de 10 A/s. Cette vitesse supérieure à celle utilisée pour les oxydes est due à la nature volatile de l'AMTIR-1. Ses températures de

transition vitreuse et de recuit thermique sont respectivement de 362°C et 800°C comparées à la température de fusion du Ta₂O₅ qui s'élève à 1872°C à pression atmosphérique. La vitesse moyenne enregistrée s'élève à 10,1 A/s avec une variation en RMS de 6.6% soit $\pm 0,6$ A/s. Par ailleurs, nous pouvons remarquer la très bonne réaction du système à un grand dépassement de consigne, dépassement par exemple lié aux arcs de la haute tension alimentant les canons à électrons. Pour finir, au début du dépôt, la vitesse de consigne est rapidement obtenue sans dépassement de consigne. Pour se faire, contrairement aux oxydes, nous abaissons manuellement la puissance du canon à électron, afin d'empêcher à l'ouverture un emballement du système. La puissance des canon à électrons est ensuite remontée jusqu'à l'amorçage de l'évaporation où nous laissons le système repartir en mode automatique. Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le Tableau 6.

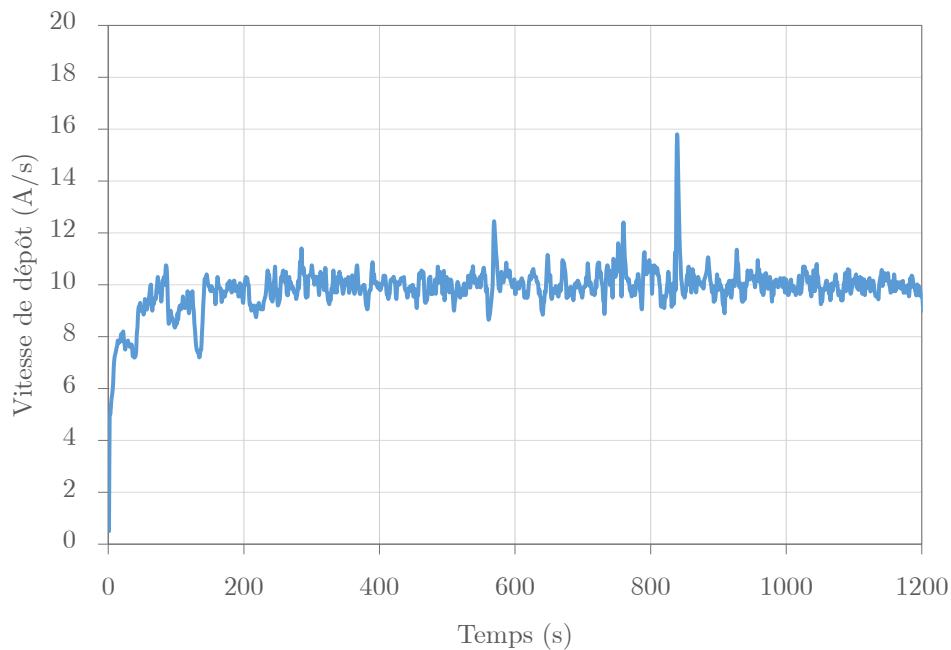


Figure 2-14 : Vitesse de dépôt optimisée mesurée au cours du dépôt d'une monocouche d'AMTIR-1

<i>Statistiques</i>				<i>Paramètres PID</i>		
Matériaux	Vitesse Moyenne	Ecart type	RMS (%)	Gain	TC	DT
AMTIR-1	10,1	0,5729	6,6	3	0,1	0,1

Tableau 6 : Paramètres typiques enregistrés lors du dépôt d'une monocouche d'AMTIR-1

2.4 Contrôle optique *in-situ*

Le contrôle du dépôt d'un filtre à base de couches minces optiques est défini comme étant la mesure et le contrôle des paramètres de dépôt pour l'obtention des épaisseurs optiques qui permettent d'atteindre les caractéristiques définies par le gabarit de filtrage. Au fil des années,

différentes méthodes de contrôle ont été développées telles que le contrôle optique monochromatique, le contrôle optique large bande, ou de manière plus générale le contrôle multicritère, dans le but d'augmenter la précision d'arrêt des couches du dépôt. Si une forte motivation existe, c'est d'une part que les épaisseurs déposées sont très faibles, et d'autre part que la précision requise sur l'épaisseur de chacune des couches est très grande (quelques 0,1% pour des fonctions de filtrage complexes), une faible erreur sur l'épaisseur optique de certaines couches faisant chuter grandement les performances du filtre.

Dans cette partie, nous présentons le contrôle optique monochromatique, *i.e.* à une seule longueur d'onde qui a été rajouté sur la BAK600 en parallèle du contrôleur quartz. Il s'agit du contrôle le plus utilisé et le plus performant à ce jour pour le contrôle de filtres en couches minces optiques. Ce contrôle est essentiel pour le dépôt précis de couches quart d'onde ou non. Il peut fonctionner dans deux configurations possibles : transmission ou réflexion. La configuration en réflexion est notamment privilégiée dans le cas de dépôt métallique et n'a donc pas été implémentée au cours de cette thèse.

2.4.1 Principe de fonctionnement d'un contrôle optique monochromatique *in-situ*

Pour comprendre le principe de fonctionnement d'un contrôle optique monochromatique *in-situ*, considérons le dépôt d'une monocouche d'indice n transparente (*i.e.* $k=0$) à la longueur d'onde λ sur un substrat d'indice n_s . On démontre que pour un indice extérieur n_0 , et un angle incident θ nul, la transmission s'écrit :

$$T = \frac{4n_0n_s}{(n_0 + n_s)^2 \cos^2 \varphi + \left(\frac{n_0n_s}{n} + n\right) \sin^2 \varphi} \quad (2-8)$$

Où la phase φ définie par :

$$\varphi = \frac{2\pi ne}{\lambda} \quad (2-9)$$

La courbe de la Figure 2-15 représente le tracé de la transmission en fonction de l'épaisseur du matériau d'indice n déposé. On remarque que la transmission passe par des minima et des maxima. Les minima correspondent aux interférences destructives, *i.e.* lorsque la phase φ vaut $(2k+1) \pi / 2$. Dans ce cas-ci, l'épaisseur optique (ne) est égale à $k \lambda / 4$. On parle de couche quart-d'onde. Pour les maxima, les interférences sont constructives ; la phase φ vaut alors $k \pi$ et l'épaisseur optique (ne) vaut $k \lambda / 2$. Ce sont des couches demi-onde.

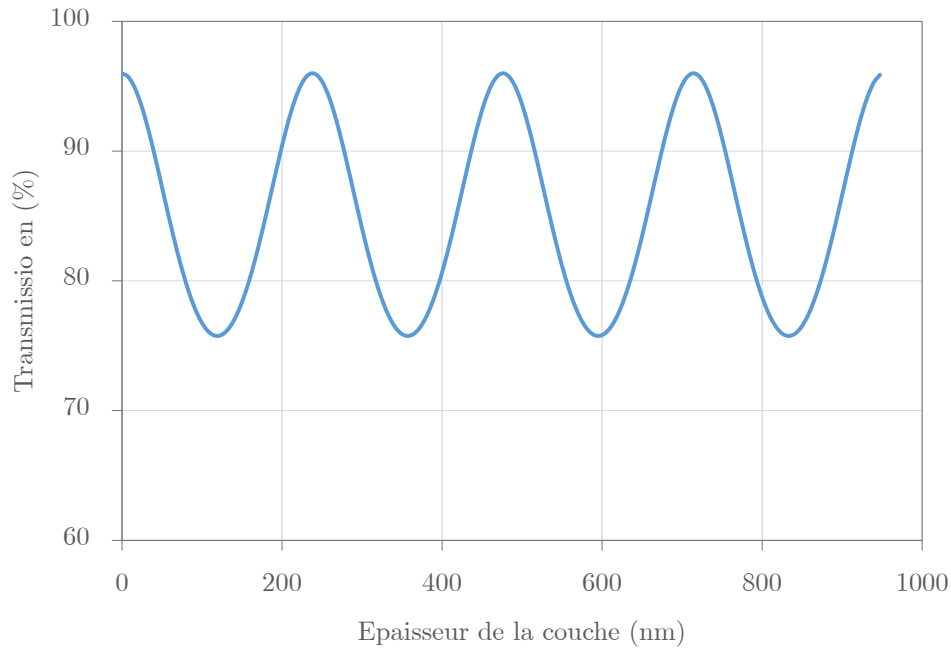


Figure 2-15 : Simulation de l'évolution de la transmission au cours du dépôt d'une monocouche d'indice $n=2.1$ sur un substrat $n_s=1.52$

Pour un milieu extérieur d'indice n_0 égal à 1, la valeur des maxima est directement liée à l'indice n_s du substrat, et l'amplitude de la modulation dépend quant à elle de la différence d'indices défini par :

$$\Delta n = n - n_s \quad (2-10)$$

A une longueur d'onde λ , par contrôle de la dérivée de la transmission en cours de dépôt, des valeurs caractéristiques de la dérivée apparaissent pour des couches quart-d'onde ou demi-onde, *i.e.* la dérivée s'y annule. Cette annulation de la dérivée est indépendante de la stabilité en intensité du signal détecté (dérive par exemple) et est donc classiquement utilisée comme méthode d'arrêt des couches. A l'aide d'un contrôle en continu de l'intensité transmise par l'empilement en cours de dépôt, il est donc possible d'avoir un contrôle de l'épaisseur optique déposée.

2.4.2 Intérêts et limites du contrôle optique monochromatique

Dans le cas de dépôts comportant seulement des couches quart-d'onde ou demi-onde, le contrôle optique monochromatique est bien plus précis que le quartz car il ne nécessite pas de calibration et mesure de manière absolue le signal lié à une variation de l'épaisseur optique (paramètre crucial en couches minces optiques). De plus, dans le cas de fonctions de filtrage simples, il présente la particularité de s'auto-compenser en cas d'erreurs, (*e.g.* miroir). En effet à la longueur d'onde de contrôle, le système converge toujours vers un maximum ou un

minimum. Ainsi si des erreurs sont commises (erreur sur l'épaisseur ou l'indice), le contrôle optique permettra de redéposer l'épaisseur optique nécessaire afin d'ajuster le filtre à la longueur d'onde de centrage. Grâce à cette propriété, le contrôle optique est très performant pour les filtres à bandes étroites tels que des Fabry-Perot. Cependant, ce type de contrôle connaît ses limites. Par exemple, lorsque les variations de transmission et de réflexion sont trop faibles, comme dans le cas du dépôt d'un miroir diélectrique (Figure 2-16), le contrôle optique monochromatique nécessite la détection d'une dérivée nulle qui devient trop imprécise car la pente de la dérivée est proche de zéro. De nombreux développements ont donc été réalisés au cours de ces dernières années afin de stabiliser les signaux de mesure (meilleures sources, meilleures détecteurs, calibration en 100% de la transmission pour chaque mesure...). Il est ainsi désormais possible, avec les nouveaux systèmes de contrôle optique (*e.g.* OMS 5100 Leybold Optics), de réaliser une mesure absolue de la réponse spectrale en transmission d'un filtre en cours de fabrication et de générer des critères d'arrêt sur la valeur absolue de la transmission (trigger point). Ce type de contrôle optique, très performant, va au-delà de ce qui est requis dans cette thèse. Un contrôle optique monochromatique simple basé sur la détection de l'annulation de la dérivée a donc été développé.

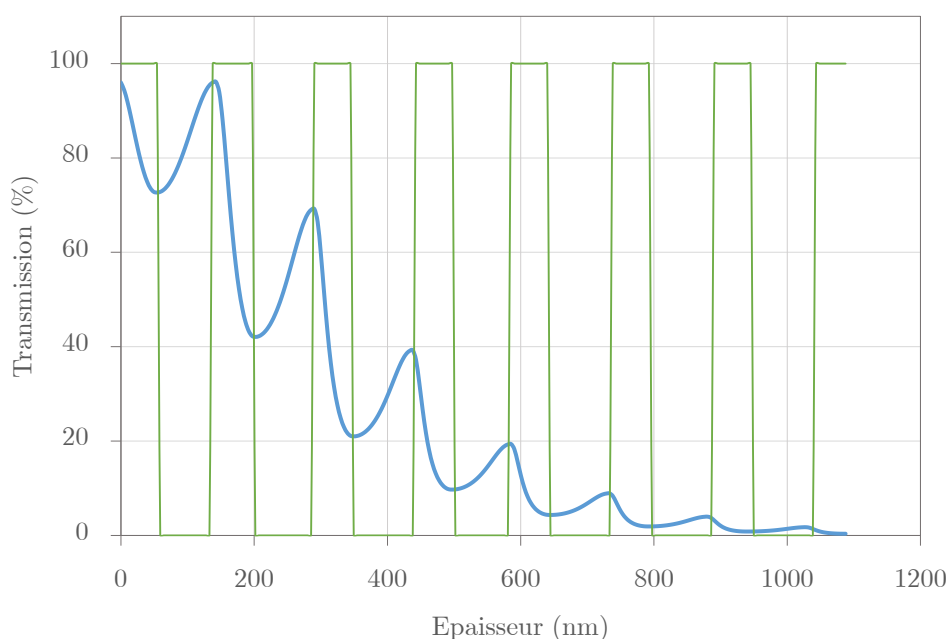


Figure 2-16 : Simulation de l'évolution de la transmission au cours du dépôt d'un miroir diélectrique à sa longueur d'onde de centrage : en bleu – la courbe de transmission, en vert – la séparation entre couches hauts et bas indices

2.4.3 Description du système

Un contrôle optique monochromatique en transmission a été installé sur la BAK600. Illustré par la Figure 2-17, il est composé classiquement :

- a) d'une source blanche fibrée de la société Ocean Optics,
- b) d'un collimateur,
- c) d'un bundle de fibres optiques,
- d) d'un monochromateur,
- e) d'une photodiode.

Comme l'illustre la Figure 2-17, la source fibrée est collimatée, puis envoyée dans le bâti au travers d'un hublot d'entrée. La lumière traverse alors l'échantillon de contrôle puis sort du bâti au travers d'un deuxième hublot où une lentille focalise le faisceau sur un bundle de fibres optiques. Celui-ci est couplé au monochromateur qui sélectionne la longueur d'onde de contrôle du dépôt avec une largeur spectrale d'environ 1 nm. Le flux sortant du monochromateur est finalement mesuré avec une photodiode reliée à une carte d'acquisition. En cours de dépôt, la photodiode mesure les variations d'intensité qui sont liées à la l'augmentation de l'épaisseur de la monocouche (Figure 2-15)).

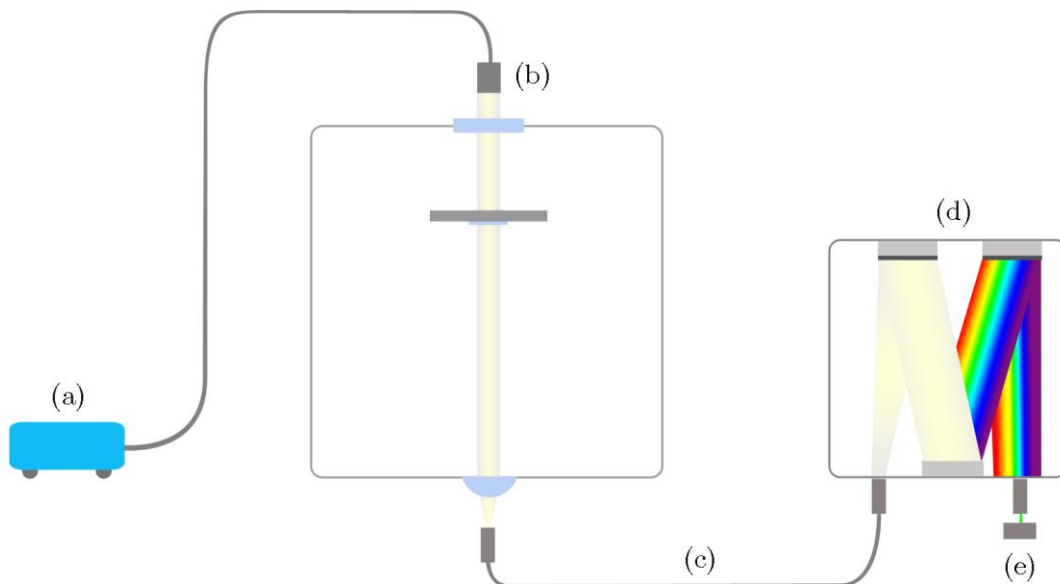


Figure 2-17 : Schéma du contrôle optique installé sur la BAK600

Un logiciel de contrôle développé sous LabVIEW calcule la dérivée de la transmission, afin d'arrêter le dépôt à la $k^{\text{ème}}$ couche quart-d'onde. Lors de l'installation du contrôle optique, nous avons rajouté un système d'imagerie 4-f en entrée et en sortie du monochromateur pour le coupler avec la fibre (c) et la photodiode (e) ainsi que régler les problèmes d'adaptation des ouvertures numériques des systèmes. En effet, sans ce couplage, la large divergence du bundle de fibres optiques entraîne une perte trop importante de flux lumineux.

2.5 Conclusion

Dans cette partie, après avoir présenté la BAK600, bâti utilisé au cours de cette thèse, nous avons introduit l'ensemble des paramètres physiques et outils pour le dépôt de couches minces optiques. Nous avons démontré comment l'utilisation des instruments de mesure, microbalance à quartz et contrôle optique, nous ont permis de faire des dépôts asservis et contrôlés. L'objectif est maintenant de caractériser ces couches et de montrer que l'ensemble des évolutions qui ont été opérées sur la BAK600, ont permis d'obtenir des couches minces de bonnes qualités optiques et répétables d'un dépôt à l'autre.

Chapitre 3

Caractérisations optiques de couches minces optiques

3.1 Introduction

Dans cette partie, l'objectif est de définir l'ensemble des équations, méthodes, techniques et matériels nécessaires à la détermination et à la caractérisation d'une couche mince optique. Dans une première partie, nous nous focaliserons sur les paramètres optiques qui définissent une couche mince et sur les modèles physiques utilisés pour la description de ces paramètres. Dans une seconde, nous aborderons la méthode de mesure pour caractériser optiquement une couche mince optique, et nous verrons comment, à partir de ces mesures, il est possible de remonter aux paramètres physiques définis précédemment. Pour finir, dans une troisième partie, nous exposerons les résultats pour différents matériaux (Ta_2O_5 , SiO_2 et AMTIR-1) et nous vérifierons ainsi la qualité des méthodes de dépôts définies dans le Chapitre 2.

3.2 Paramètres optiques d'une monocouche

3.2.1 Indice de réfraction des matériaux

L'un des paramètres optiques les plus importants pour la description d'un matériau est son indice de réfraction complexe N défini par :

$$N = n + ik \quad (3-1)$$

Où n est l'indice de réfraction du matériau et k son coefficient d'extinction ; n est défini comme le rapport entre la vitesse v dans le milieu et la vitesse c dans le vide de la lumière :

$$n = \frac{c}{v} \quad (3-2)$$

k est quant à lui directement relié au coefficient d'absorption α du milieu par la relation :

$$k = \frac{\alpha \lambda}{4\pi} \quad (3-3)$$

Ces paramètres permettent en outre de décrire les phénomènes optiques d'interaction avec la matière tels que l'absorption A , la transmission T et la réflexion R ainsi que les phases transmises et réfléchies. Une particularité de ces paramètres est qu'ils sont fonction de la longueur d'onde.

3.2.2 Modèles de dispersion

Différents modèles ont été développés pour modéliser la dépendance spectrale de l'indice de réfraction n et du coefficient d'extinction k . Lors de cette section, nous décrivons les modèles analytiques couramment utilisés ainsi qu'un modèle plus complexe basé sur les relations de Kramers-Kronig. Elles ont notamment servi, dans cette thèse, pour la caractérisation des couches minces en verres de chalcogénures et à la détermination de leurs propriétés sur un large domaine spectral incluant des zones de forte absorption.

3.2.2.1 Modèles de dispersion classiques

Pour la description de la dispersion d'indice des matériaux transparents et de faible absorption $k \ll 0,01$, il existe des formules analytiques simples. Les deux plus couramment utilisées pour l'indice de réfraction n sont la loi de Cauchy [80] et celle de Sellmeier [81]. Ces formules sont empiriques.

La première est la loi de Cauchy, elle s'exprime, dans sa forme la plus générale, par la formule suivante :

$$n(\lambda) = \sum_{k=0}^N \frac{a_k}{\lambda^{2k}} \quad (3-4)$$

où les coefficients a_k s'expriment en microns. De manière générale, seulement les 2 ou 3 premiers termes de la loi de Cauchy sont suffisants pour décrire la dispersion de l'indice n .

Chronologiquement s'en suit la loi de Sellmeier. Elle est le résultat du développement des travaux d'Augustin Louis Cauchy par Wilhelm Sellmeier. Elle s'écrit dans sa forme la plus générale :

$$n^2(\lambda) = 1 + \sum_{k=0}^M \frac{B_k \lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_k^2} \quad (3-5)$$

où les λ_k et B_k sont les coefficients de Sellmeier intrinsèques au matériau qui s'expriment respectivement en μm et en μm^{-1} . La longueur d'onde λ est exprimée historiquement en microns.

Pour la modélisation du coefficient d'absorption, le modèle, le plus simple utilisé est un modèle exponentiel. Il s'écrit :

$$k(\lambda) = \frac{\beta}{\lambda^\alpha} \quad (3-6)$$

Les deux coefficients α et β s'expriment eux aussi en microns. Cette formule est valable pour des matériaux faiblement absorbants, où la valeur k est très inférieure à 0,1.

Dans le cas où les coefficients d'extinction sont supérieurs à 1, nous avons utilisé un modèle différent : le modèle de Tauc-Lorentz, basé sur les relations de Kramers-Kronig.

3.2.2.2 Relations de Kramers-Kronig

Les relations de Kramers-Kronig [82] décrivent la relation entre la partie réelle et imaginaire d'une fonction $f(\omega)$ qui s'écrit.

$$f(\omega) = f_1(\omega) + if_2(\omega) \quad (3-7)$$

Cette fonction représente la transformée de Fourier d'un paramètre physique linéaire et causal. Les relations de Kramers-Kronig décrivent les fonctions f_1 et f_2 telles que :

$$\begin{aligned} f_1(\omega) &= \frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{\Omega f_2(\Omega)}{\Omega^2 - \omega^2} d\Omega \\ f_2(\omega) &= \frac{-2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{f_1(\Omega)}{\Omega^2 - \omega^2} d\Omega \end{aligned} \quad (3-8)$$

3.2.2.3 Modèle de Tauc-Lorentz

Le modèle de Tauc-Lorentz découle directement des relations de Kramers-Kronig. Il a été proposé en 1996 par Jellison et Modine [83] et utilisé pour l'étude de nombreux matériaux amorphes [84, 85, 86]. Si l'on considère la permittivité d'un matériau ε qui s'écrit :

$$\varepsilon_r(E) = \varepsilon_1(E) + i\varepsilon_2(E) \quad (3-9)$$

Avec les relations de Kramers-Kronig appliquées à la permittivité et par calcul des deux intégrales, on démontre que :

$$\varepsilon_2(E) = \begin{cases} \frac{AE_0C(E - E_{TL})^2}{(E^2 - E_0^2)^2 + C^2E^2} \frac{1}{E}, & E > E_{TL} \\ 0, & E \leq E_{TL} \end{cases} \quad (3-10)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_1(E) = & \varepsilon_\infty - AE_0C \frac{E^2 + E_{TL}^2}{\pi\zeta_4E} \ln\left(\frac{|E_{TL} - E|}{E_{TL} + E}\right) \\ & + \frac{2AE_0CE_{TL}}{\pi\zeta_4} \ln\left(\frac{|E_{TL} - E|(E_{TL} + E)}{\sqrt{(E_0^2 - E_{TL}^2)^2 + C^2E_{TL}^2}}\right) \\ & + \frac{ACa_L}{2\pi\zeta_4\alpha E_0} \ln\left(\frac{E_0^2 + E_{TL}^2 + \alpha E_{TL}}{E_0^2 + E_{TL}^2 - \alpha E_{TL}}\right) \\ & - \frac{A\alpha_A}{\pi\zeta_4E_0} \left[\pi - \arctan\frac{2E_{TL} + \alpha}{C} - \arctan\frac{2E_{TL} - \alpha}{C} \right] \\ & + 4AE_0E_{TL} \frac{E^2 - \gamma^2}{\pi\zeta_4\alpha} \left[\frac{\pi}{2} - \arctan\frac{2(E_{TL}^2 - \gamma^2)}{\alpha C} \right] \end{aligned} \quad (3-11)$$

avec :

$$a_L = (E_{TL}^2 - E_0^2)E^2 + E_{TL}^2C^2 - E_0^2(E_0^2 + 3E_{TL}^2) \quad (3-12)$$

$$\alpha_A = E^2 - E_0^2(E_0^2 + E_{TL}^2) + E_{TL}^2C^2 \quad (3-13)$$

$$\gamma = \left(E_0^2 - \frac{C^2}{2}\right)^{1/2} \quad (3-14)$$

$$\zeta_4 = (E^2 - E_0^2)^2 + C^2E^2 \quad (3-15)$$

$$\alpha = (4E_0^2 - C^2)^{1/2} \quad (3-16)$$

E_{TL} est le band gap du matériau, E_0 le pic de transition d'énergie, C le paramètre d'élargissement et A l'amplitude.

Soit ϵ_r la permittivité relative et μ_r la perméabilité relative du matériau, l'indice de réfraction complexe peut être alors défini par :

$$N = \sqrt{\epsilon_r \mu_r} \quad (3-17)$$

Dans le cadre de notre étude les matériaux n'ont pas de dépendance magnétique dans la gamme des fréquences optiques. Par conséquent μ_r vaut par approximation 1 et n est donc égal à $\sqrt{\epsilon_r}$. Ainsi pour un matériau optique, la relation entre son indice N de réfraction complexe et sa permittivité relative s'écrit :

$$\epsilon_r = N^2 = (n + ik)^2 \quad (3-18)$$

On en déduit alors n et k qui sont reliés à ϵ_1 et ϵ_2 par les formules suivantes :

$$k = \sqrt{\frac{\sqrt{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2} - \epsilon_1}{2}} \quad \text{et} \quad n = \sqrt{\frac{\sqrt{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2} + \epsilon_1}{2}} \quad (3-19)$$

Ainsi à partir de ces relations et du modèle de Tauc-Lorentz qui estiment partie réelle et imaginaire de la permittivité du matériau, on remonte aux indices n et k du matériau. L'avantage de ce modèle est d'une part de déterminer, en plus des constantes optiques usuelles, le bandgap du matériau E_g . D'autre part il peut être utilisé pour la description de forte absorption, *i.e.* $k \gg 0,1$.

Le modèle de Tauc-Lorentz peut être étendu par l'ajout d'oscillateurs [87, 88], ajout dans le but d'améliorer la description de certaines bandes d'absorption et d'augmenter le degré d'estimation des constantes optiques. Le modèle étendu s'écrit :

$$\epsilon_2(E) = \begin{cases} \sum_{i=1}^q \frac{A_i E_{0i} C_i (E - E_{TL})^2}{(E^2 - E_{0i}^2)^2 + C_i^2 E^2} \frac{1}{E}, & E > E_{TL} \\ 0, & E \leq E_{TL} \end{cases} \quad (3-20)$$

$$\begin{aligned}
\varepsilon_1(E) = \varepsilon_\infty - \sum_{i=1}^q A_i E_{0i} C_i \frac{E^2 + E_{TL}^2}{\pi \zeta_4 E} \ln \left(\frac{|E_{TL} - E|}{E_{TL} + E} \right) \\
+ \frac{2A_i E_{0i} C_i E_{TL}}{\pi \zeta_{4i}} \ln \left(\frac{|E_{TL} - E|(E_{TL} + E)}{\sqrt{(E_{0i}^2 - E_{TL}^2)^2 + C^2 E_{TL}^2}} \right) \\
+ \frac{A_i C_i \alpha_{Li}}{2\pi \zeta_4 \alpha_i E_{0i}} \ln \left(\frac{E_{0i}^2 + E_{TL}^2 + \alpha_i E_{TL}}{E_{0i}^2 + E_{TL}^2 - \alpha_i E_{TL}} \right) \\
- \frac{A_i \alpha_{Ai}}{\pi \zeta_4 E_{0i}} \left[\pi - \arctan \frac{2E_{TL} + \alpha_i}{C_i} - \arctan \frac{2E_{TL} - \alpha_i}{C_i} \right] \\
+ 4A_i E_{0i} E_{TL} \frac{E^2 - \gamma_i^2}{\pi \zeta_{4i} \alpha_i} \left[\frac{\pi}{2} - \arctan \frac{2(E_{TL}^2 - \gamma_i^2)}{\alpha_i C_i} \right]
\end{aligned} \tag{3-21}$$

avec q le nombre d'oscillateurs ajoutés. Les constantes utilisées ont les mêmes définitions que précédemment au coefficient près. Le nombre total p de paramètres à estimer vaut $p = 3 + 3q$. On notera que nous avons utilisé au maximum deux oscillateurs dans le cadre cette thèse.

3.3 Détermination d'indices et d'épaisseurs par spectrophotométrie

3.3.1 Introduction à la spectrophotométrie

En couches minces, un empilement diélectrique peut être décrit de manière globale comme une admittance Y qui sépare deux milieux semi-infinis n_0 et empilement/ n_s . L'étude de l'interaction de la lumière avec l'empilement peut se faire en termes de transmission T , réflexion R et absorption A . Pour la lumière traversant l'empilement de n_0 vers n_s on définit :

$$\begin{aligned}
T &= \frac{I_t}{I_0} \\
R &= \frac{I_r}{I_0} \\
A &= 1 - R - T
\end{aligned} \tag{3-22}$$

I_0 , I_r et I_t étant respectivement l'intensité de l'onde incidente, transmise et réfléchie. Le reverse engineering est utilisé en couches minces optiques pour remonter, à partir des mesures de la dépendance spectrale de R , T ou A , aux caractéristiques définissant l'empilement diélectrique, *i.e.* le nombre de couches, les matériaux (indice de réfraction, coefficient d'extinction, ...) qui les constituent et leurs épaisseurs. Nous décrirons d'abord la méthode utilisée pour mesurer les spectres de transmission R et T . Puis nous étudierons deux modèles utilisés pour le reverse-engineering.

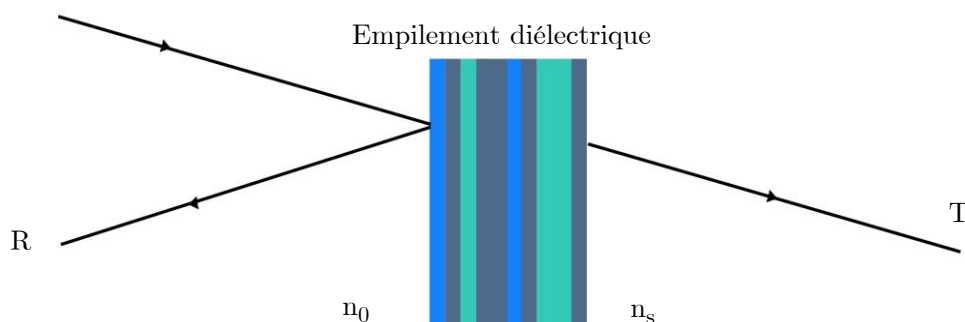


Figure 3-1 : Définition de l'interaction lumière matière d'un empilement diélectrique pour une illumination allant de n_0 à n_s

3.3.1.1 Principe du spectrophotomètre

Un spectrophotomètre est l'appareil qui mesure le flux Φ_t transmis par un échantillon. On calcule ainsi la transmission de l'échantillon définie par

$$T = \frac{\Phi_t(\lambda) - \Phi_{0\%}(\lambda)}{\Phi_{100\%}(\lambda) - \Phi_{0\%}(\lambda)} \quad (3-23)$$

où $\Phi_t(\lambda)$ est le flux transmis à une longueur d'onde par l'échantillon et $\Phi_{100\%}(\lambda)$ et $\Phi_{0\%}(\lambda)$ sont respectivement les flux de la lumière incidente et le noir mesurés à la longueur d'onde λ . En principe le spectrophotomètre est basé sur un dispositif dispersif tel qu'un prisme ou un réseau qui permet de faire une sélection spectrale $\lambda_0 + \Delta\lambda$ d'une lumière polychromatique incidente. Le flux lumineux de la lumière monochromatique est mesuré à l'aide d'une photodiode avec et sans l'échantillon permettant de calculer la transmission T . Le schéma de la Figure 3-2 résume simplement le fonctionnement d'un spectrophotomètre.

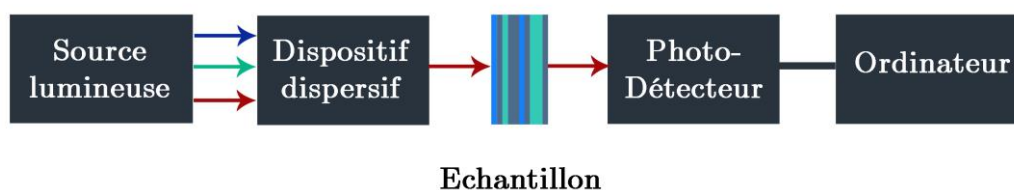


Figure 3-2 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre

3.3.1.2 Perkin Elmer Lambda 1050

Le spectrophotomètre utilisé au cours de cette thèse est le Lambda 1050 conçu par la société Perkin Elmer. Il peut se décomposer en deux modules singuliers. Le premier est composé de :

1. Deux sources lumineuses :
 - Une lampe en Tungstène pour le visible et le proche infrarouge. Domaine spectral : 320 nm à 2500 nm,
 - Une lampe en Deutérium pour la bande U.V. de 200 nm à 400 nm.
2. D'un monochromateur de type « Czerny-Turner ». Le faisceau polychromatique émis par l'une des deux lampes traverse une fente d'entrée située dans le plan focal d'un miroir parabolique qui collimate le faisceau sur un réseau de diffraction. Le faisceau diffracté est collecté et focalisé sur une fente de sortie par un deuxième miroir. La bande spectrale passante d'un tel dispositif est définie comme :

$$\Delta\lambda = S_{res} \frac{d\lambda}{dx} \quad (3-24)$$

où S_{res} est la largeur de fente résultante définie par :

$$S_{res} = \max[S_{entrée}, S_{sortie}] \quad (3-25)$$

Largeur vue au travers du système d'imagerie de la fente d'entrée $S_{entrée}$ et de sortie S_{sortie} . Le coefficient $d\lambda/dx$ est la dispersion linéaire réciproque qui caractérise la capacité d'un système dispersif à étaler le spectre des longueurs d'onde dans le plan focal.

3. D'un système d'imagerie pour la mise en forme du faisceau avant d'illuminer l'échantillon à mesurer.

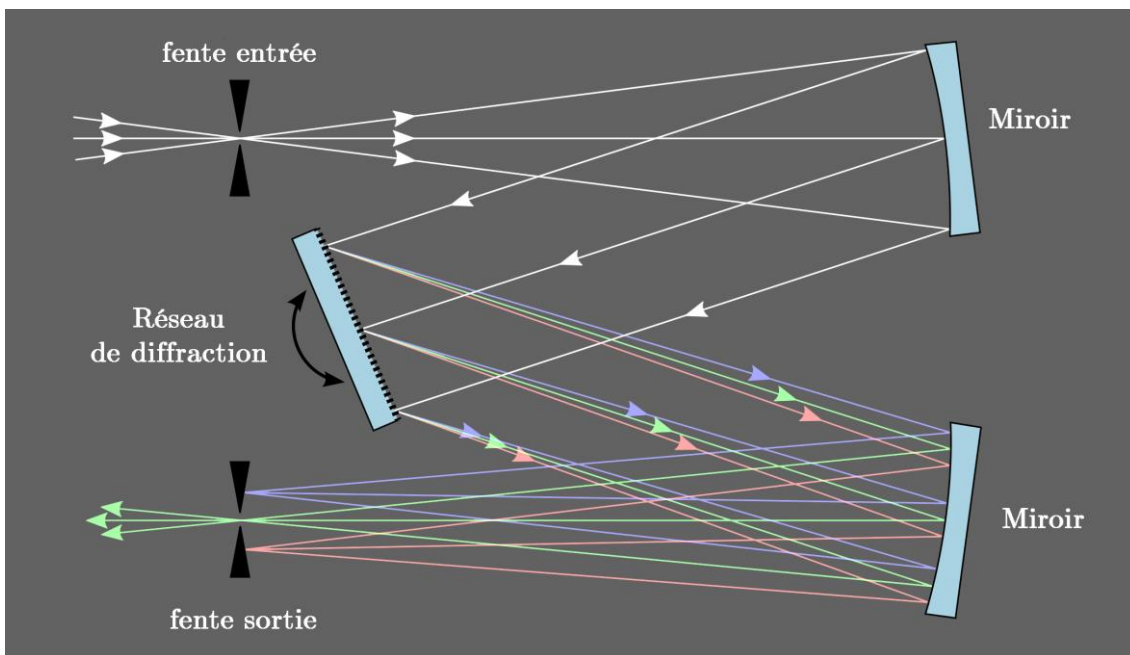


Figure 3-3 : Schéma optique d'un monochromateur de type « Czerny-Turner »

La seconde partie du Lambda 1050 sont les modules de mesure. En fonction de l'application et de la précision de la mesure, différents modules peuvent être utilisés. Les deux principaux utilisés au sein de l'équipe sont le module en transmission (1) et le module 8RT (2). Les deux modules sont équipés à la fois de la voie de mesure et d'une voie de référence. Cela permet de faire simultanément la mesure d'une référence et la mesure de l'échantillon ce qui augmente la vitesse d'acquisition et diminue les erreurs de mesure causées par d'éventuelles fluctuations d'intensité de la source.

1. Le module en transmission mesure la transmission de l'échantillon en incidence normale pour une gamme de longueurs d'onde de 175 nm à 3300 nm. Il est équipé de 3 photo-détecteurs corrélés à trois gammes de longueurs d'onde différentes :
 - Un tube photomultiplicateur : PMT pour la gamme de l'extrême UV au proche infrarouge,
 - Un détecteur InGaAs refroidi par effet Peltier pour la gamme de longueurs d'onde 860-2500 nm,
 - Un détecteur PbS pour le proche infrarouge : 1800-3300 nm, lui aussi refroidi par effet Peltier.

Ainsi ce module permet entre autre la mesure de flux de quelques 10^{-4} en transmission.

2. Le module 8RT développé par la société OMT solutions est utilisé pour la mesure des spectres de transmission et de réflexion de 200 nm à 2500 nm à une incidence quasi-normale de 8° sans calibration supplémentaire pour la réflexion et au même point de l'échantillon. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un système de détection qui tourne à 180° autour de l'échantillon. Une sphère intégrante mesure le flux transmis ou réfléchi. Ce module permet donc d'avoir une estimation précise de l'absorption A définie par $A = 1 - R - T$.



Figure 3-4 : Module 8RT du spectrophotomètre Lambda 1050. A gauche configuration pour la mesure en transmission. A droite configuration de la mesure en réflexion

3.3.2 Méthodes de détermination d'indices et d'épaisseurs

Nous allons dans cette partie décrire deux grandes méthodes utilisées dans le domaine des couches minces optiques pour faire du reverse engineering, *i.e.* estimer les paramètres optiques qui décrivent l'empilement à partir des mesures du spectre de transmission et ou du spectre de réflexion faites au spectrophotomètre.

3.3.2.1 Méthode des enveloppes

Cette première méthode est utilisée pour la caractérisation d'une monocouche. Elle repose sur la mesure des maxima et des minima du spectre en transmission issus des interférences constructives et destructives au sein de la monocouche. Ce modèle est globalement performant pour des couches de faible absorption, *i.e.* $k \ll 0,01$. Développé par Manifacier [89] puis par Swanepoel [90], l'indice n se calcule par :

$$n^2 = P + \sqrt{P^2 - n_s^2} \quad (3-26)$$

où

$$P = 2n_s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (3-27)$$

avec n_s l'indice de réfraction du substrat. Les grandeurs T_M et T_m sont les enveloppes des minima et des extrema du spectre en transmission (cf Figure 3-5). L'épaisseur d peut-être calculée en utilisant l'équation :

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)} \quad (3-28)$$

où n_1 et n_2 sont l'indice de réfraction correspond aux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 de deux minima ou maxima adjacents. Le coefficient d'extinction se calcule avec :

$$k = \frac{\lambda}{4\pi d} \log \left(\frac{(n-1)(n-n_s) \sqrt{\frac{T_{max}}{T_{min}} + 1}}{(n+1)(n+n_s) \sqrt{\frac{T_{max}}{T_{min}} - 1}} \right) \quad (3-29)$$

Cette méthode de reverse engineering implémentée correctement peut être utilisée pour la caractérisation de monocouche. Elle n'est cependant pas utilisable pour la caractérisation de filtres optiques interférentiels complexes car, comme nous venons de le voir, toute la méthode repose sur les franges d'interférences caractéristiques d'un film unique. Le bon fonctionnement de cette méthode repose sur la détection des minima et des maxima et du tracé des enveloppes

qui se fait généralement par interpolation parabolique. C'est par la bonne définition de ces courbes que repose le résultat final puisque qu'une définition à 0,5% de T_m et T_M mène à une précision de 1% sur l'indice de réfraction n [90]. Des travaux ont été menés pour évaluer la précision de cette méthode [91]. En pratique, l'équation (3-28) pour le calcul de l'épaisseur d est très sensible aux erreurs. Swanepoel parle dans son article d'une précision de l'ordre de la dizaine de nanomètre ce qui n'est pas satisfaisant dans le cadre de la caractérisation d'une monocouche. Ce résultat peut être amélioré, en utilisant l'équation reliant la phase et les franges d'interférences :

$$2nd = m\lambda \quad (3-30)$$

où m est un entier pour les maxima et réciproquement un demi-entier pour les minima. En effet la phase vaut π pour les maxima et $\pi/2$ pour les minima. Pour finir, comme nous l'avons présenté ce modèle connaît ses limites dans les zones de forte absorption puisque les courbes T_m et T_M coïncident en ce cas.

Cette technique a été utilisée au début de la thèse pour obtenir les premiers résultats sur les couches de Ta_2O_5 et de SiO_2 puis abandonnée au profit d'un modèle plus complexe et performant, les résultats obtenus avec la méthode des enveloppes n'étant pas suffisamment précis.

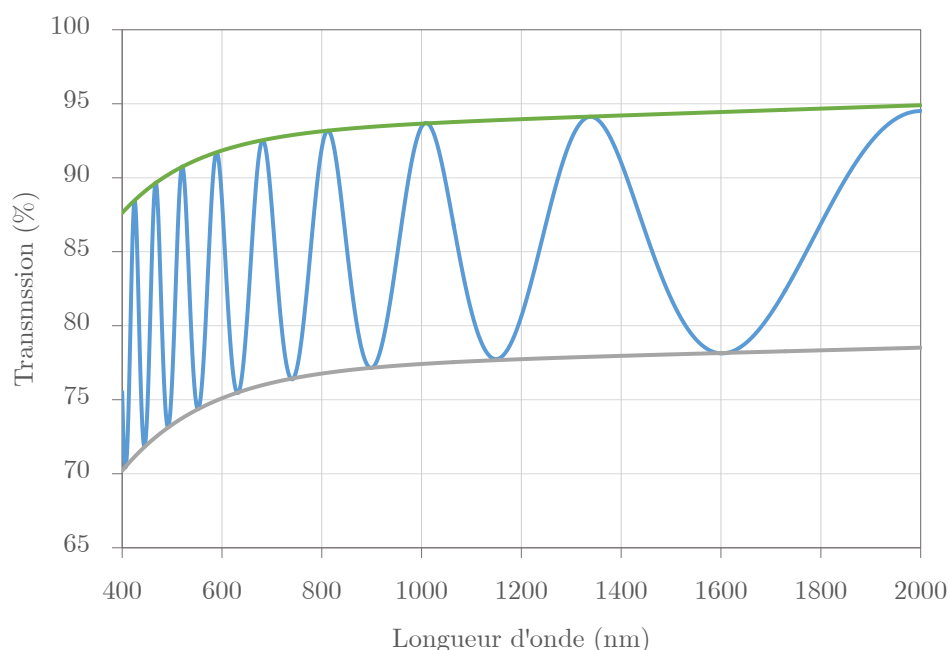


Figure 3-5 : Construction des enveloppes T_m et T_M de la dépendance spectrale de la transmission d'une monocouche de Ta_2O_5 . En bleue – la courbe de transmission, en vert – l'enveloppe T_M et en gris l'enveloppe T_m

3.3.2.2 Méthode par ajustement de courbes

La méthode par ajustement de courbe est une méthode dont l'essor s'est fait à travers le développement des modèles numériques et de la puissance de calcul des ordinateurs, elle consiste à déterminer les paramètres qui ajustent au mieux le modèle théorique avec la mesure expérimentale. Dans le cadre de notre application, les courbes à ajuster sont les spectres en transmission T et en réflexion R mesurés au spectrophotomètre. Les courbes théoriques sont calculées à partir du modèle couches minces [6]. Pour une monocouche, le jeu de paramètres comprend l'indice de réfraction N du matériau et son épaisseur e. La recherche des paramètres optimaux se fait par la minimisation d'une fonction f définie formellement par :

Soit $f: \mathfrak{E} \rightarrow \mathbb{R}$ défini sur un ensemble \mathfrak{E} à valeurs dans l'ensemble \mathbb{R} , on (3-31)
cherche un élément Ω de A qui vérifie $f(\Omega) \leq f(x)$ pour tous les x dans A

La fonction f se nomme fonction de cout et l'ensemble \mathfrak{E} est appelé ensemble admissible. Cette définition générique ramenée à notre problème d'optimisation revient en fait à minimiser l'erreur entre la mesure des spectres en transmission et réflexion et leur courbe théorique générée à partir du modèle couches minces. Pour quantifier ces différences, nous utiliserons l'erreur moyenne quadratique (Root Mean Square, R.M.S). On définit ainsi la fonction d'erreur EF adaptée à notre problème par :

$$EF(X, e) = \alpha \sqrt{\frac{1}{N_R - 1} \sum_{j=1}^{N_R} (R_{th,j}(X, e) - R_j)^2} + (1 - \alpha) \sqrt{\frac{1}{N_T - 1} \sum_{j=1}^{N_T} (T_{th,j}(X, e) - T_j)^2} \quad (3-32)$$

Où R_j et T_j sont les valeurs expérimentales en chaque point de la courbe, respectivement, $R_{th,j}$ et $T_{th,j}$ sont les valeurs théoriques. Elles dépendent de l'épaisseur du film e, et d'un vecteur X, qui contient les paramètres des modèles définissant l'indice de réfraction n et le coefficient d'extinction k. Le coefficient α , compris entre 0 et 1, sert à pondérer les erreurs des différents spectres. Il est en général fixé à 0,5 dans cette thèse.

3.3.3 Mesure et calibration du spectrophotomètre

Les mesures des spectres en transmission et réflexion ont été réalisées avec le spectrophotomètre Lambda 1050, introduit précédemment, équipé du module SRT. L'objectif

de cette partie est de présenter les résultats obtenus sur le paramétrage du spectrophotomètre pour obtenir des mesures répétables et précises.

Sur un large domaine spectral compris entre 500 et 2000 nm, de nombreuses mesures ont été faites pour caractériser par reverse-engineering des monocouches d'oxydes (Ta_2O_5 et SiO_2) et d'AMTIR-1. Ainsi un compromis entre temps d'intégration et précision relative a été fait sur les mesures. Les principaux paramètres du spectrophotomètre à régler étaient :

1. le gain des deux détecteurs (PMT et InGaAs),
2. le temps d'intégration pour chaque détecteur,
3. l'ouverture des fentes qui définissent la résolution spectrale de la mesure mais aussi contrôlent l'intensité du flux incident,
4. la taille du spot de mesure sur l'échantillon.

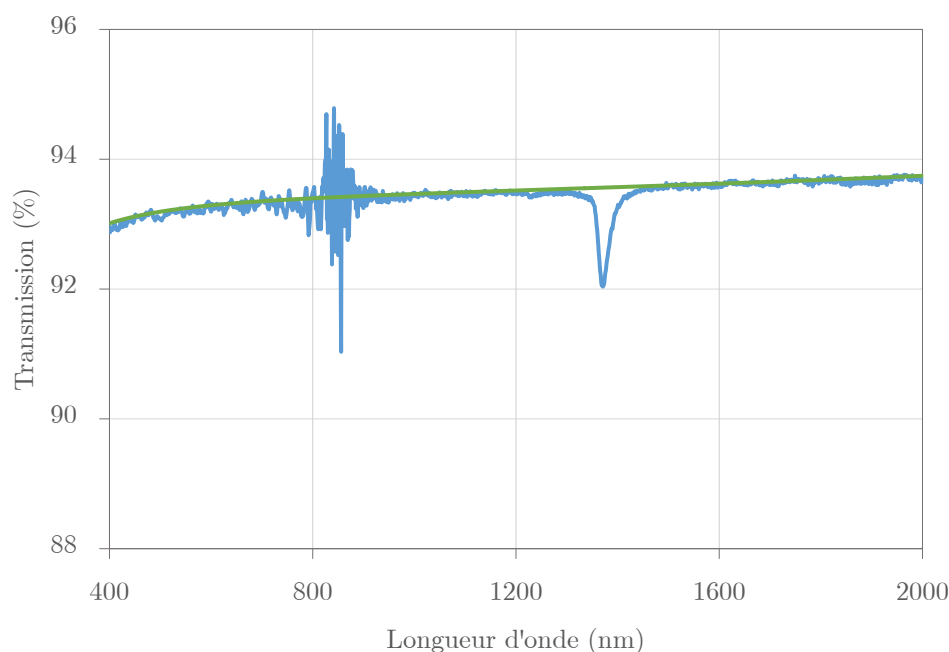


Figure 3-6 : Dépendance spectrale de la transmission d'un substrat de silice non-traité mesurée au spectromètre lambda 1050 avec le module 8RT : en bleu – la transmission mesurée, en vert – la transmission théorique

Pour calibrer le spectrophotomètre, nous avons utilisé un verre de silice dont les constantes optiques sont données par le fournisseur. Le temps d'intégration est fixé à 120 ms. Pour éviter un possible effet de vignetage au niveau du porte-échantillons, la taille du spot est fixée à 80% du maximum. Le gain du PMT est ajusté automatiquement tandis que celui de l'InGaAs est fixé à une valeur permettant de garantir le même flux mesuré par les deux détecteurs, juste avant et juste après le changement de détecteur. Cet ajustement est réalisé en partie, pour éviter le saut d'intensité communément mesuré au moment du changement de détecteur entre la gamme proche infrarouge et le visible. Les fentes sont réglées dans le domaine du visible à 2 nm et à 4 nm dans l'infrarouge. Les résultats des mesures d'un verre de silice en transmission et en réflexion sont illustrés par les Figure 3-6 et Figure 3-7. Sur les courbes en

bleu qui représentent la mesure, on peut voir un très fort bruit dans la gamme de 830 nm à 960 nm. Il est causé par le changement de réseau et détecteur à 860 nm. Dans cette gamme de longueurs d'onde le flux mesuré par le PMT et le détecteur InGaAs est en moyenne de 2.10^{-2} soit $\sim 0,1\%$ du maximum détectable par ces deux détecteurs. Pour éviter ce bruit de mesure, il faudrait augmenter les temps d'intégration d'un facteur 10, ce qui rendrait le temps de caractérisation extrêmement long. De plus, des mesures très longues sont associées à une dérive de l'ensemble des éléments de mesure (notamment la source), qui créent des non-linéarités qui affectent très fortement la précision des mesures. Enfin, la technique d'ajustement de courbes étant peu sensible à la présence de bruit aléatoire, l'optimisation de ce dernier est donc souhaitable sans pour autant être obligatoire s'il reste à des valeurs peu élevées comme dans la majorité de la bande spectrale mesurée. Afin de s'affranchir de ce bruit important aux alentours de 860 nm, les mesures effectuées dans la gamme de longueurs d'ondes comprises entre 830 à 960 nm n'ont pas été prises en compte lors du reverse engineering. Ceci est possible du fait de la connaissance *a priori* de propriétés des matériaux qui ne possèdent pas de pics d'absorption et ont donc des variations monotones de leur propriétés dans les zones de faible absorption.

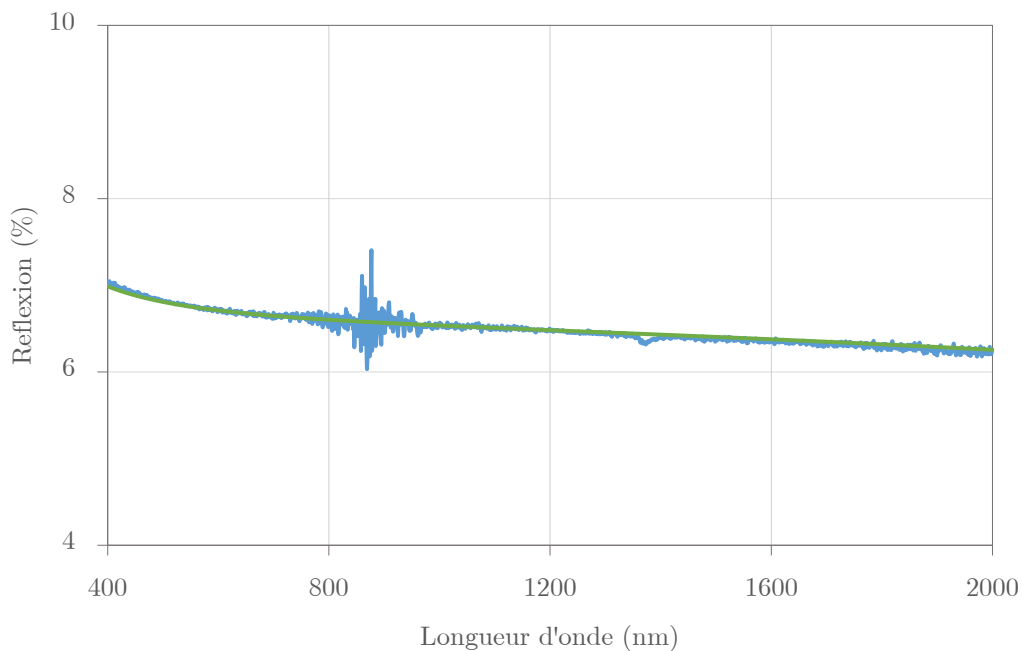


Figure 3-7 : Dépendance spectrale de la réflexion d'un substrat de silice non-traité mesurée au spectromètre lambda 1050 avec le module 8RT : en bleu – la réflexion mesurée, en vert – la réflexion théorique

Sur les spectres et plus singulièrement sur le spectre de transmission, un pic d'absorption de 1330 à 1390 nm est observable. Ce dernier est caractéristique de la présence de liaisons hydroxyle (-OH) et est donc directement lié à la nature du substrat, un verre de silice. De la même manière que précédemment afin de s'en prévenir, les points de mesures de cette gamme spectrale n'ont pas été pris en compte.

Concernant la répétabilité de la mesure, sur 10 mesures consécutives la moyenne de la variance en chaque point de mesure tend vers $\sim 5.0 \cdot 10^{-2} \%$ pour le spectre en transmission et vers $\sim 3.5 \cdot 10^{-2} \%$ pour le spectre en réflexion. La source des erreurs de mesure vient d'un bruit aléatoire. Nous allons caractériser des monocouches et leurs variations spectrales sont lentes vis-à-vis du bruit. Ainsi ce type de bruit et son amplitude de quelques $10^{-2} \%$ ne sera pas gênant pour les futures campagnes de mesures et de détermination d'indice.

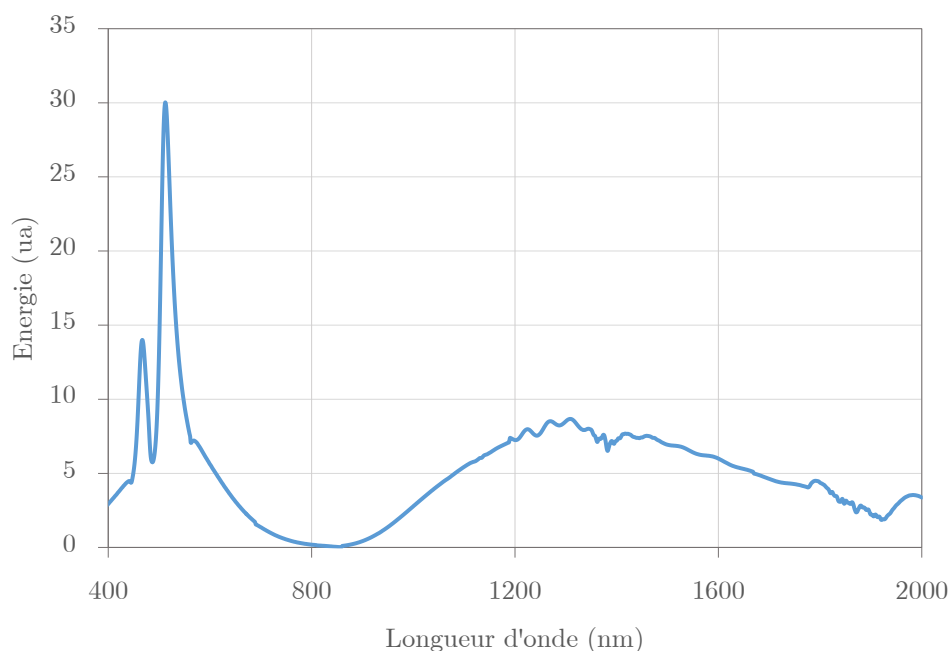


Figure 3-8 : Dépendance spectrale de l'énergie collectée par les détecteurs PMT (400-860 nm) et InGaAs (860-2000 nm) du spectrophotomètre Lambda 1050

Pour finir, les paramètres de mesure ont été choisis pour que la valeur $R+T$ soit proche de 100% sur la gamme spectrale de 400-2000 nm car le substrat de silice est transparent. Les oscillations autour de cette valeur ont donc été minimisées de sorte que l'erreur quadratique moyenne autour de 1 n'excède pas 0,1%.

Nous avons donc trouvé un compromis entre précision et rapidité de mesure. L'ensemble des paramètres et caractéristiques de la mesure au spectrophotomètre ayant été décrit, nous allons maintenant caractériser les propriétés de couches minces déposées.

3.3.4 Caractérisation de monocouches de Ta_2O_5 et SiO_2

Chaque monocouche d'oxyde déposée à la BAK600 a été mesurée avec le spectromètre Lambda 1050 muni du module 8RT. Les mesures spectrales en transmission et réflexion ont été analysées par reverse engineering. Nous avons utilisé le modèle analytique de Cauchy à deux termes pour l'indice de réfraction, et le modèle exponentiel pour le coefficient d'extinction. Pour chaque monocouche, nous avons donc déterminé au total 5 constantes ; 2 pour chaque modèle et 1 pour l'épaisseur du film déposé.

3.3.4.1 Ta_2O_5

Des monocouches de Ta_2O_5 d'environ 150 nm d'épaisseur ont été successivement déposées dans la BAK600 sur des substrats de silice, avec les paramètres définis dans le Chapitre 2. Les Figure 3-9 et Figure 3-10 représentent les indices de réfraction et coefficient d'extinction déterminés pour chacune de ces couches par reverse engineering. La déviation relative standard moyenne en chaque point de ces 4 indices de réfraction est de 0,1% ce qui correspond à une erreur moyenne en chaque point de quelques 5.10^{-3} . La répétabilité du procédé est donc vérifiée pour l'indice n du Ta_2O_5 .

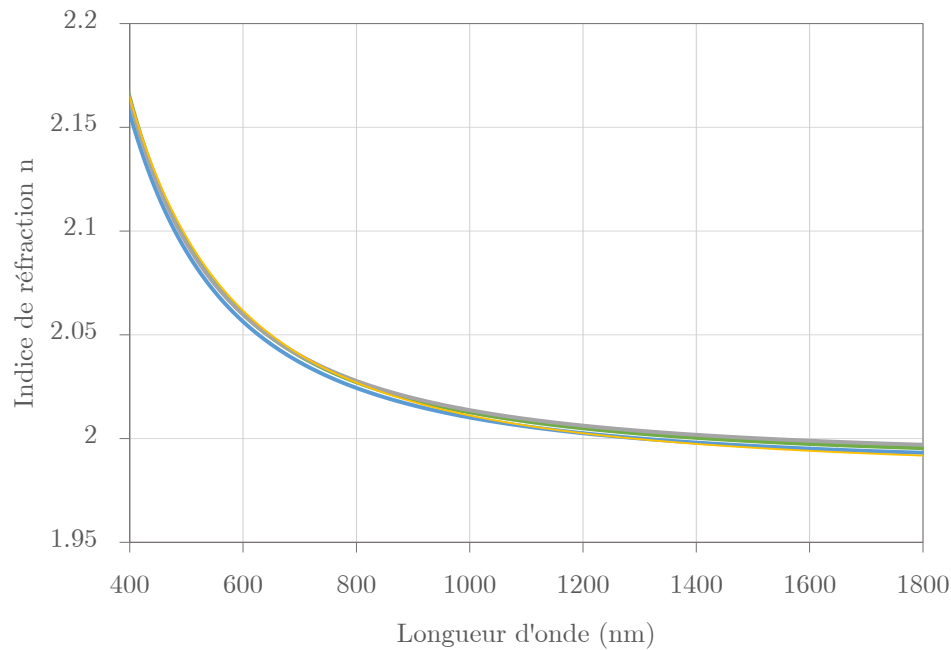


Figure 3-9 : Dépendance spectrale (dispersion) de l'indice de réfraction du Ta_2O_5 mesurée sur un ensemble de quatre échantillons de ~150nm d'épaisseur

Concernant le coefficient d'absorption k , la répétabilité est moins bonne. Cependant, ce qui nous intéresse surtout n'est pas tant la répétabilité que la détermination de la zone de transparence des couches. D'après les courbes mesurées, nous pouvons considérer que pour des longueurs d'onde supérieures à 500 nm, les couches sont quasi-non-absorbantes car le coefficient d'extinction k y est inférieur à 0,002. Ce résultat est tout à fait en accord avec nos futurs travaux. En effet, comme nous le verrons dans les prochains chapitres, nos activités se feront essentiellement pour des longueurs d'onde supérieures à 700 nm où le coefficient d'extinction est inférieur à 10^{-4} .

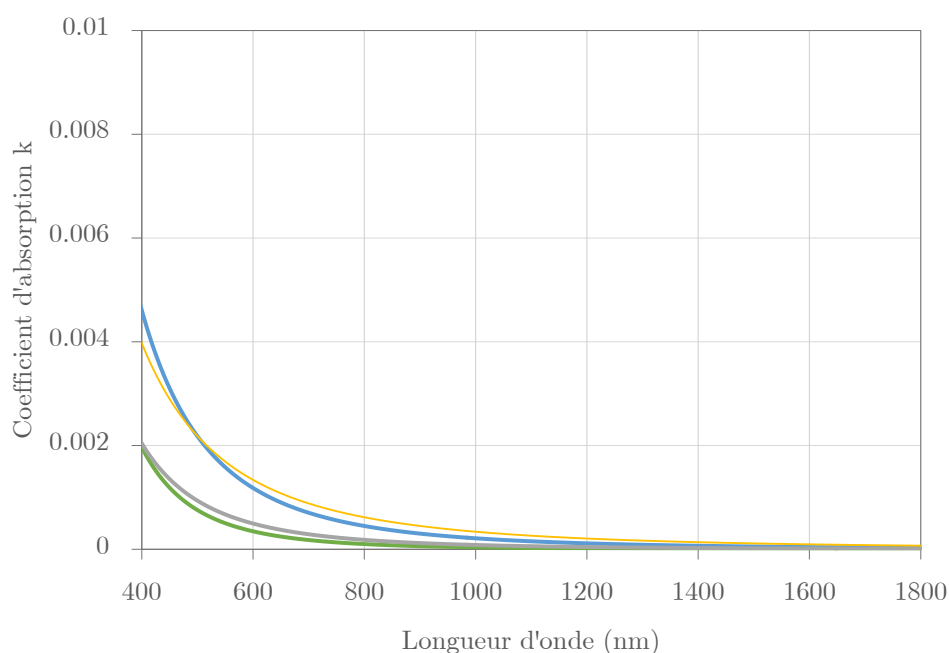


Figure 3-10 : Dépendance spectrale (dispersion) du coefficient d'extinction du Ta_2O_5 mesurée sur un ensemble de quatre échantillons de ~ 150 nm d'épaisseur

3.3.4.2 Influence de la vitesse de dépôt sur les propriétés optiques de monocouches de Ta_2O_5

Une étude de l'influence des vitesses de dépôt a été menée sur l'indice de réfraction du Ta_2O_5 . Les vitesses étudiées sont de 2 A/s, 3 A/s et 6 A/s. Pour chacune de ces vitesses, une couche d'épaisseur égale à environ 150 nm a été déposée sur différents substrats de silice. Chaque couche est déposée à partir du même creuset de Ta_2O_5 et avec le même quartz. A travers la Figure 3-11, on remarque que plus la vitesse de dépôt est grande, plus l'indice de réfraction du Ta_2O_5 est élevé. Ainsi une augmentation de la vitesse de dépôt est favorable à une densification des couches de Ta_2O_5 car l'énergie cinétique des atomes et la température au sein de la chambre de bâti sont alors plus élevées.

Cependant, des vitesses de dépôt trop rapides peuvent nuire à la stœchiométrie du matériau déposé. Le tantale peut alors être partiellement oxydé ce qui provoque une augmentation effective de l'absorption. Ceci est d'autant plus important que les couches d'oxyde déposées avec la BAK600 ne nécessitent aucun apport en oxygène ni élévation préliminaire de la température. Ce résultat est très important dans notre étude puisque nous allons chercher à combiner des oxydes à des matériaux non-oxydes.

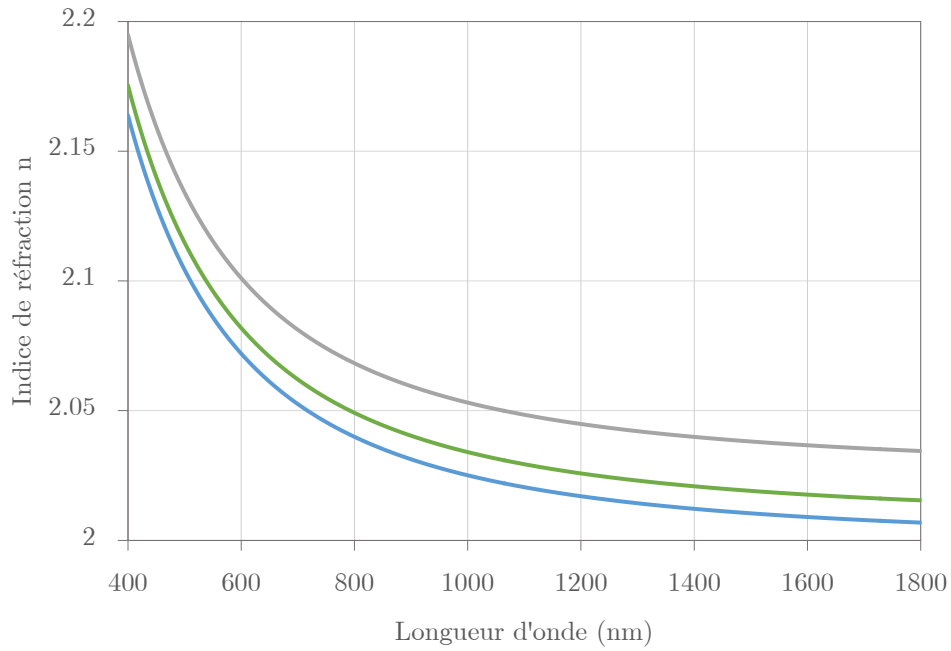


Figure 3-11 : Influence de la vitesse de dépôt sur l'indice de réfraction du Ta_2O_5 : en bleu – 2Å/s, en vert – 3Å/s et en gris – 6Å/s

On observe donc typiquement une variation de l'indice de 0,01/Å/s. Compte tenu des fluctuations de vitesses observées au cours du dépôt de couches de Ta_2O_5 (Chapitre 2, Partie 2.3.1), les fluctuations d'indice induites n'excéderont pas 0,001, ce qui nous permet de considérer les couches déposées comme parfaitement uniformes.

3.3.4.3 SiO_2

Les couches de SiO_2 et le substrat en silice ont des indices quasi-équivalents aux alentours de 1,46. Or l'amplitude des variations de transmission pour une monocouche est directement proportionnelle à la différence d'indice Δn entre le matériau et le substrat. Ainsi pour un dépôt de type Air/ SiO_2 /Substrat, l'amplitude des interférences est faible ce qui rend la caractérisation du SiO_2 très compliquée. Afin de s'affranchir de ce problème, deux solutions existent : la première est de choisir un substrat haut indice, la seconde est de faire une bicouche de design Air/ SiO_2 / Ta_2O_5 /Substrat.

Nous avons opté pour la seconde méthode. Cette méthode repose sur l'hypothèse que l'indice de la couche de Ta_2O_5 qui a précédemment été estimé dans le cas d'une monocouche est le même que celui de la bicouche. Ainsi on peut supposer d'après le formalisme couches minces que l'ensemble Ta_2O_5 /Substrat est équivalent à une couche d'admittance Y_C connue. A partir d'un reverse engineering, la courbe est approximée avec un design de type Air/ SiO_2 / Y_C . (Figure 3-12) On notera que l'épaisseur de la monocouche de Ta_2O_5 est ajoutée en tant que paramètre libre.

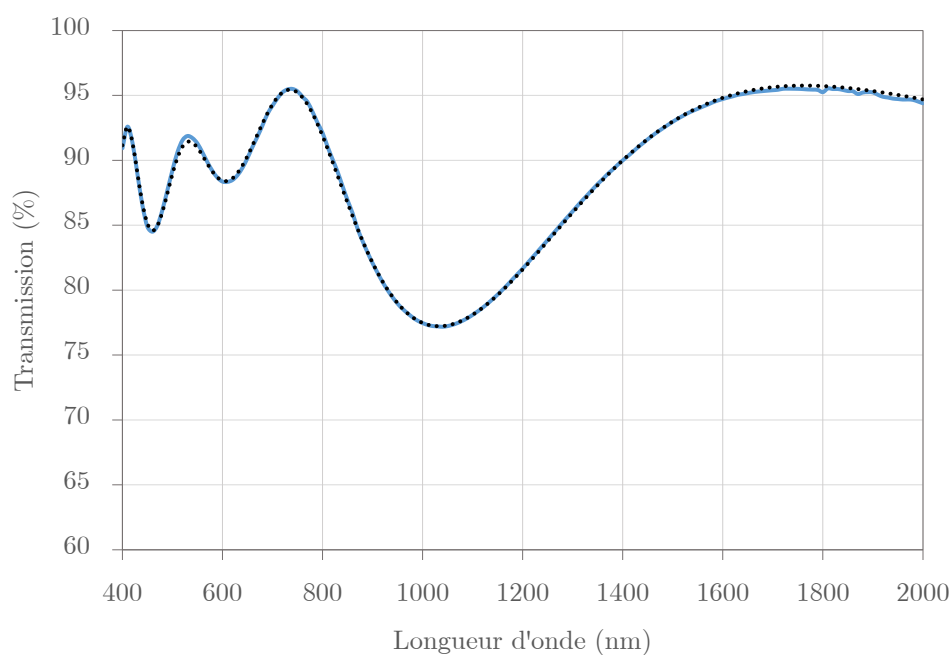


Figure 3-12 : Dépendance spectrale de la transmission mesurée sur une structure bicouche de design : Air/SiO₂/Ta₂O₅ /Substrat : en bleu – transmission mesurée, en noir – transmission calculée par un modèle couches minces optiques

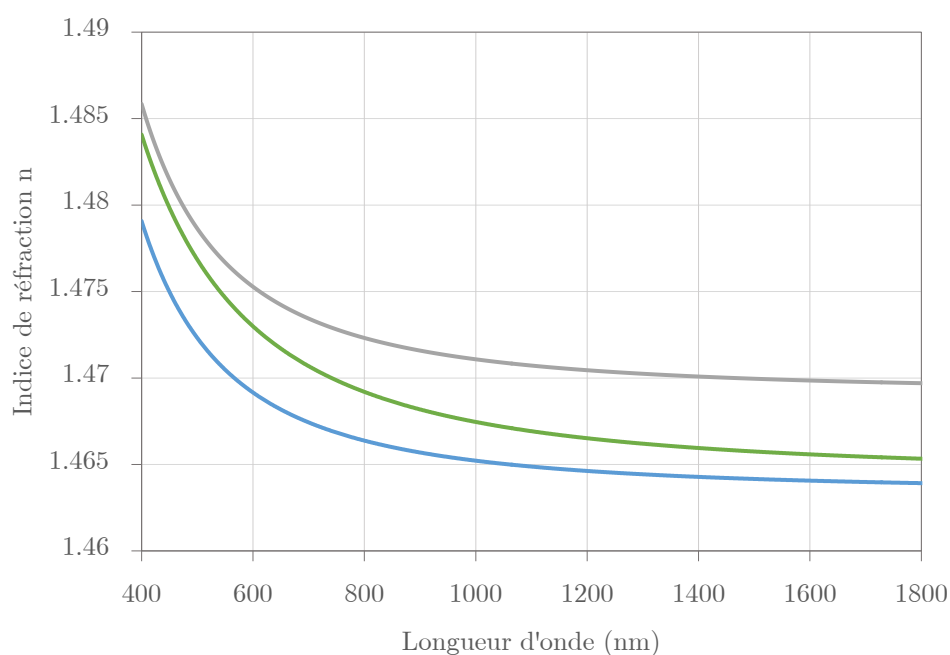


Figure 3-13 : Dépendance spectrale (dispersion) de l'indice de réfraction du SiO₂ mesurée sur un ensemble de trois échantillons

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 3-13. L'indice déposé est de l'ordre de 1,47 à 600 nm, avec une variation d'indice maximale de $5 \cdot 10^{-3}$. Cette différence entre chaque échantillon peut s'expliquer par les fluctuations des vitesses de dépôts qui sont plus larges

avec le SiO_2 . Le coefficient k du SiO_2 sera considéré comme nul car il est très inférieur à 10^{-4} pour des longueurs d'onde supérieures à 400 nm.

3.3.4.4 Conclusion

Nous avons démontré au travers ces différents résultats, notre capacité à déposer des oxydes aux indices de réfraction répétables d'un dépôt à l'autre. Cela valide en parallèle l'ensemble des paramètres de dépôts définis dans le chapitre précédent pour le Ta_2O_5 et le SiO_2 . Le contrôle des vitesses de dépôts et son asservissement en cours de dépôt sont les deux facteurs qui ont permis d'assurer la répétabilité sur l'indice des monocouches d'oxyde. La bonne connaissance des indices des matériaux et leur répétabilité étant essentielles pour le dépôt de filtres optiques interférentiels multicouches.

3.3.5 Caractérisation d'une monocouche d'AMTIR-1

Les couches de chalcogénures déposées par EPBVD ont été caractérisées de la même manière que les couches d'oxydes. Cependant, leur forte absorption dans la gamme du visible a nécessité l'utilisation du modèle de Tauc-Lorentz pour une caractérisation globale, *i.e.* du visible au proche infrarouge ~ 2000 nm. Le modèle de Tauc-Lorentz utilisé comportera dans la suite de cette étude deux oscillateurs, *i.e.* $q=2$, ce qui fait au totale 9 paramètres à optimiser, 8 pour l'indice et 1 pour l'épaisseur.

3.3.5.1 Dispersion d'indice réel et imaginaire

De par l'analyse visuelle des seuls spectres de transmission et réflexion de la Figure 3-14, il est possible de déduire quelques informations qualitatives sur la monocouche d'AMTIR-1 déposée. Nous pouvons tout d'abord dire que la couche déposée est totalement transparente pour des longueurs d'onde supérieures à ~ 900 nm. De 500 à 900, on observe une zone de transition. En dessous de 500 nm, elle devient totalement absorbante et opaque. L'amplitude des oscillations renseigne sur l'indice de réfraction du matériau qui est supérieur à 2 pour toute la gamme de longueurs d'onde de mesure. L'amplitude du minimum local en transmission à ~ 850 nm inférieure à celle du minimum à ~ 1350 nm, permet de prédire une augmentation de l'indice. De même, du nombre d'oscillations de trois à quatre, nous pouvons supposer que l'épaisseur du film doit être comprise entre 200-500 nm. On notera un bruit significatif aux alentours de 840-900 nm, qui est lié aux conditions de mesures qui ont réalisées localement sur une zone circulaire de 6 mm de diamètre avec le module 8RT du spectrophotomètre.

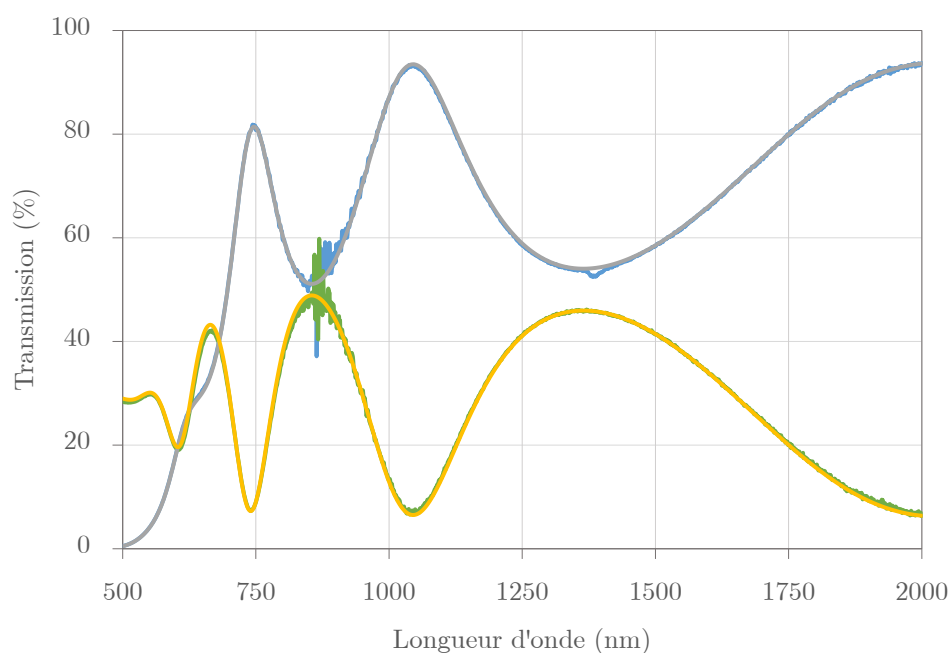


Figure 3-14 : Dépendance spectrale de la transmission et de la réflexion d'une monocouche d'AMTIR-1 : en bleu et vert – transmission et réflexion expérimentales, en gris et jaune – transmission et réflexion calculées à l'aide d'un modèle couches minces optiques

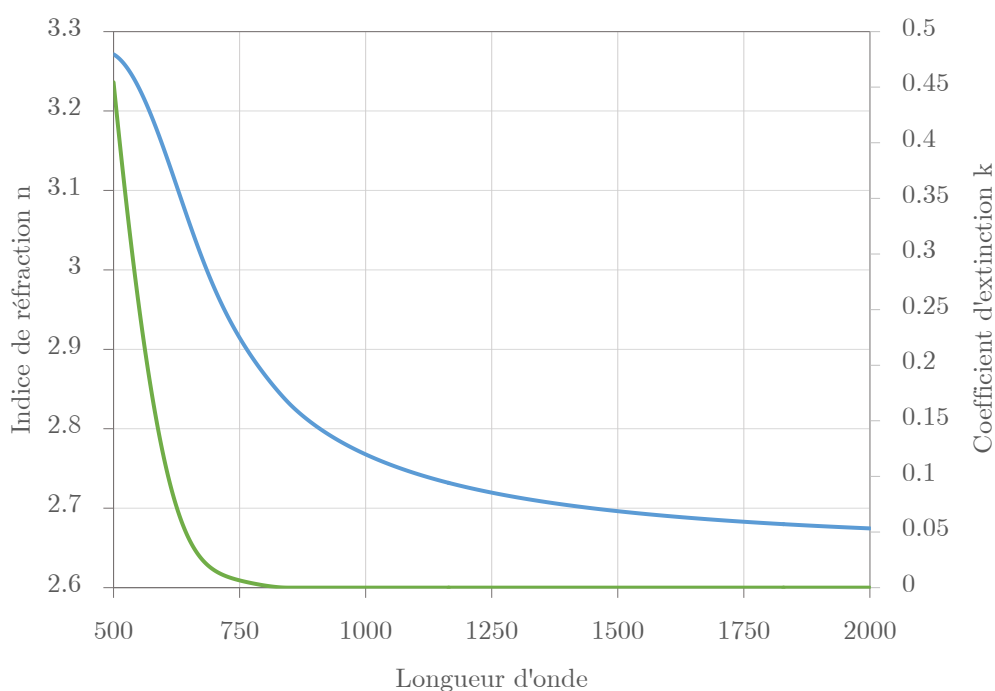


Figure 3-15 : Dépendance spectrale (dispersion) de l'indice de réfraction d'une monocouche d'AMTIR-1

Ces simples informations qualitatives, apportées par l'analyse des spectres, permettent d'une part d'initialiser le problème du reverse engineering, en particulier l'épaisseur, mais aussi de vérifier les résultats qu'il renvoie. La monocouche caractérisée a été déposée à

10 A/s \pm 1 A/s. Son indice de réfraction est compris entre 2.7 et 2.8 de 900 à 1600 nm, et il passe par un maximum de ~ 3.27 aux alentours de 500 nm. Le coefficient d'extinction est comme attendu nul à partir de 900 nm et supérieur à 0,1 pour des longueurs d'onde inférieures à 600 nm. Ces résultats sont illustrés par la Figure 3-15.

3.3.5.2 Influence de la vitesse de dépôt sur les propriétés optiques de monocouches d'AMTIR-1

De la même manière que pour le Ta₂O₅, nous avons étudié l'influence d'un changement de la vitesse de dépôt sur les propriétés optiques des couches d'AMTIR-1. Plusieurs monocouches d'une épaisseur de 350 nm ont été déposées avec des vitesses de dépôt égales à 5, 10 et 20 A/s. Les mesures des spectres de transmission et réflexion ont été réalisées sur chacune des couches fabriquées et les dépendances spectrales de la dispersion d'indice et de coefficient d'extinction ont été extraites (Figure 3-16 et Figure 3-17).

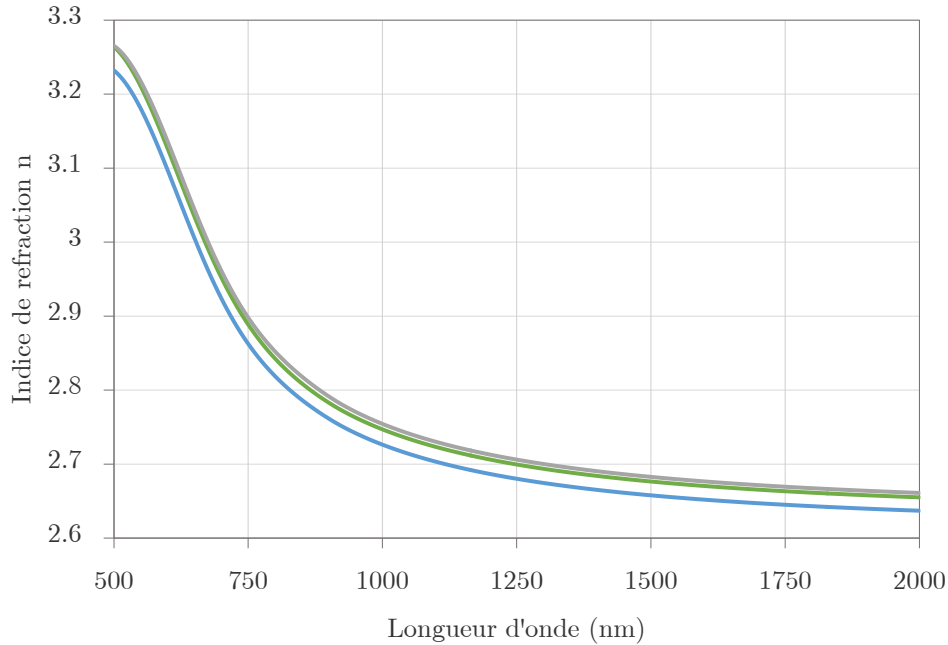


Figure 3-16 : Influence de la vitesse de dépôt sur l'indice de réfraction d'une monocouche d'AMTIR-1 de ~ 350 nm d'épaisseur : en bleu – 5 A/s, en vert – 10 A/s et en gris – 20 A/s

Comme on peut le voir, nous obtenons des résultats analogues à ceux obtenus avec les monocouches de Ta₂O₅, à savoir que plus la vitesse d'évaporation est grande et plus l'indice de réfraction est élevé. Cependant la variation d'indice n'est pas proportionnelle à la vitesse de dépôt ; la variation d'indice entre une couche déposée à 10 A/s et une à 20 A/s est en moyenne de l'ordre de $3 \cdot 10^{-2}$. Concernant le coefficient d'extinction, on note un comportement semblable à celui de l'indice de réfraction, ainsi plus la couche est déposée rapidement plus elle est absorbante. Ce résultat montre que compte tenu des vitesses d'évaporation

enregistrées lors du dépôt de couches d'AMTIR-1, les variations d'indices induites seront faibles et les couches pourront donc être considérées comme homogènes.

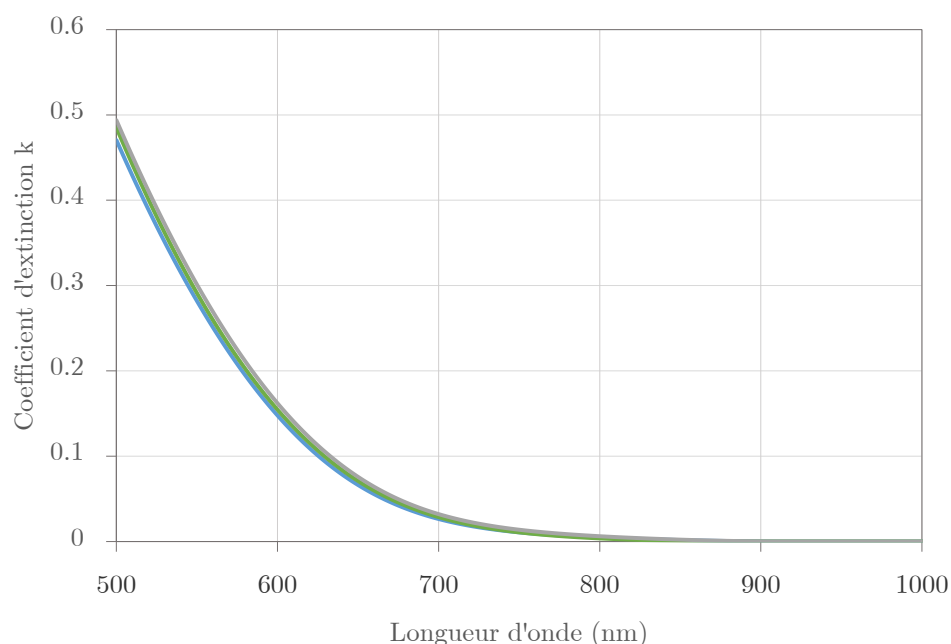


Figure 3-17 : Influence de la variation de vitesse de dépôt sur le coefficient d'extinction d'une monocouche d'AMTIR-1 de ~350 nm : en bleu – 5 A/s, en vert – 10 A/s et en gris – 20 A/s

3.3.6 Caractérisation de filtres optiques interférentiels

3.3.6.1 Principe de la méthode

Sur le même principe que la détermination des paramètres optiques d'une monocouche, il est possible, dans le cas d'un empilement multicouches, de complexifier le modèle de reverse engineering en y ajoutant comme paramètres l'indice de réfraction et l'épaisseur de chacune des couches. Ainsi nous avons développé un programme Matlab permettant le *rétro-fit* de filtres optiques interférentiels simples.

Ce programme a comme paramètres d'entrée : un design prédéfini, *i.e.* alternance de matériaux, indices et épaisseurs initiales. Le programme fonctionne sur l'hypothèse que le modèle du filtre est connu. Les épaisseurs initiales sont pré-estimées à partir des données du quartz obtenues en cours de dépôt et on considérera qu'il n'y a aucune fluctuation d'indice pour chaque couche du même matériau. Différents modes de fonctionnement sont aussi possibles : soit uniquement pour l'estimation des épaisseurs des couches de l'empilement en supposant connu l'indice des matériaux, soit pour la détermination des épaisseurs et indices de chaque couche. Il est enfin important de noter dès à présent que cette approche permet d'obtenir une solution approchée, représentative du dépôt réalisé, mais qui n'est en aucun cas unique et ne représente donc pas la structure exacte du dépôt réalisé.

3.3.6.2 Etude d'un exemple : filtre passe-bande multi-cavités à 633 nm

La Figure 3-18 qui suit décrit les résultats d'optimisation obtenus pour un filtre passe bande constitué de 3 cavités cohérentes. Chacune est composée d'une couche bas indice $\lambda/2$ entourée de 2 couches haut indice $\lambda/4$. Entre chaque cavité, on dépose une couche $\lambda/4$ bas indice qui fait office de couche d'adaptation. Son design s'écrit alors :

$$\text{Substrat} / (H \ 2B \ H) \ B \ (H \ 2B \ H) \ B \ (H \ 2B \ H) / \text{Air}$$

3-33

Le filtre interférentiel est donc composé au total de 11 couches. La principale difficulté du dépôt de ce type de filtre est qu'à la fin de chaque cavité (H 2B H) l'admittance du filtre, à la longueur d'onde centrage (633 nm), est égale à l'indice du substrat. Lorsque la couche d'adaptation bas indice ($n_B \sim 1,46$) dont l'indice est proche de celui du substrat de silice ($n \sim 1,45$) est déposée, le contraste de la modulation d'intensité mesurée au contrôle optique en cours du dépôt est trop faible pour être aisément détecté. Ainsi le contrôle du dépôt s'est fait avec le contrôle optique mais le critère d'arrêt des couches d'adaptation s'est fait par la mesure au quartz en stoppant le dépôt à la valeur donnée par le quartz et correspondant à la demi-épaisseur de la couche 2B précédente et mesurée au contrôle optique.

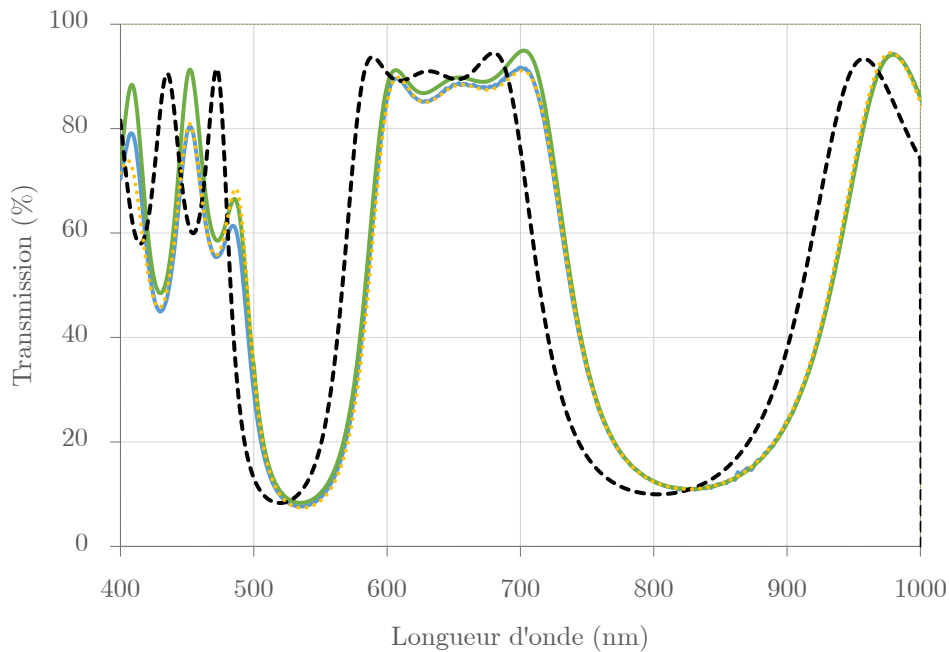


Figure 3-18 : Dépendance spectrale de la transmission d'un filtre passe bande multi-cavités à 11 couches : en noir pointillés – la transmission théorique, en bleu – la transmission expérimentale et en vert et jaune pointillés – les courbes expérimentales modélisées

Sur la Figure 3-18, nous avons tracé les différents spectres de transmission du filtre considéré. La courbe noire est celle du filtre théorique, il est centré à 633 nm. La courbe bleue est celle mesurée sur le filtre fabriqué au spectrophotomètre. La principale différence observée, est un shift du spectre vers les plus grandes longueurs d'onde (« *red-shift* »). Ce décalage est directement lié à la porosité des couches évaporées par canon à électrons sans assistance. Lorsque l'on remet à l'air l'enceinte initialement sous vide, les couches poreuses se gorgent d'eau, l'indice et l'épaisseur sont donc modifiés. Il en résulte ce décalage de l'ordre de 20-30 nm selon la structure. Pour cet échantillon, il est d'environ 24 nm. Un autre défaut discernable est l'asymétrie du spectre en transmission mesuré. Elle est sans aucun doute due à une erreur sur les épaisseurs déposées.

Les résultats de l'optimisation sont rassemblés dans Tableau 7. L'estimation 1 (courbe verte) correspondant à une optimisation avec seulement les épaisseurs, l'estimation 2 (courbe jaune pointillée) recalculant indices et épaisseurs. De nombreuses solutions sont possibles pour ce genre de problème d'optimisation, ainsi l'estimation est contrainte pour que les solutions trouvées soient d'une part physiquement possibles et d'autre part en accord avec les données mesurées en cours de dépôt. Dans ces conditions le fit peut nous renvoyer des informations exploitables. Si nous analysons les épaisseurs du Tableau 7, on remarque que les épaisseurs des matériaux sont cohérentes entre elles. Une analyse statistique montre que la variance des épaisseurs est de l'ordre de 7% pour le matériau haut indice et de 4% pour le matériau bas indice. Par comparaison des ajustements, nous pouvons en déduire que le matériau haut indice est plus absorbant que prévu. Ceci est confirmé par les courbes d'indice de la Figure 3-19. L'indice du matériau bas indice a lui augmenté de quelque 5.10^{-3} d'après le modèle. Cette augmentation peut s'interpréter par la porosité des couches qui peuvent ne pas avoir le même indice lorsqu'elles sont dans un filtre interférentiel ou en monocouche. Pour la même raison, il peut y avoir des zones de transition de quelques nanomètres entre couches bas et haut indices ; elles ne sont pas prises en compte par ce modèle analytique.

	1H	2B	1H	1B	1H	2B	1H	1B	1H	2B	1H
Design	75,5	215,2	75,5	107,6	75,5	215,2	75,5	107,6	75,5	215,2	75,5
Estimation 1	82,8	214,9	78,2	117,3	74,7	232,4	61,0	113,8	83,9	229,6	72,5
Estimation 2	78,6	222,9	81,9	117,3	71,3	240,7	64,0	109,6	79,8	221,8	76,1

Tableau 7 : Epaisseurs déterminées lors de la simulation de la transmission expérimentale d'un filtre passe-bande multi-cavités

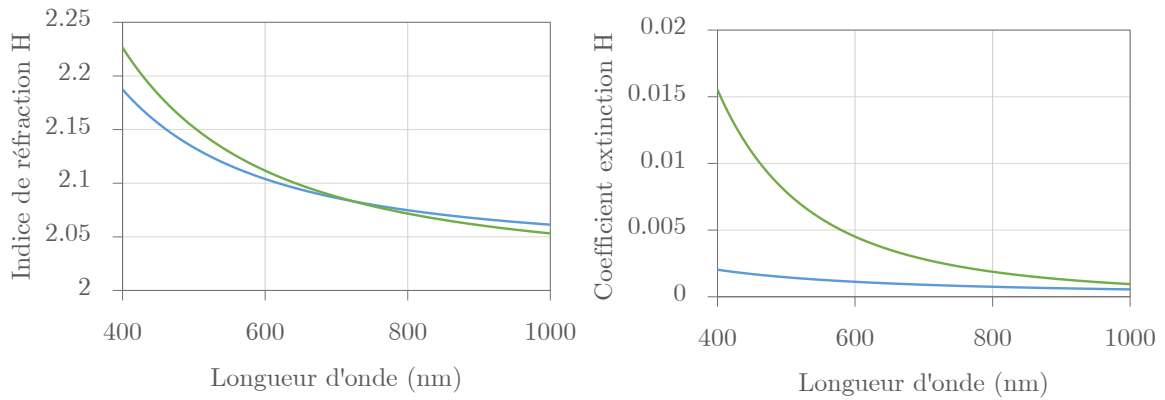


Figure 3-19 : Dépendances spectrales de l'indice de réfraction et du coefficient d'extinction du matériau haut indice utilisé pour la fabrication du filtre passe-bande multi-cavités : en bleu – les dispersions d'indice et du coefficient d'extinction utilisés lors du design de la structure, en vert – les dispersions calculées à partir de la transmission mesurée sur le filtre.

Cet outil de *retro-fit* sur filtre interférentiel peut donc apporter des résultats supplémentaires sur un dépôt, mais les conditions initiales doivent être bien définies afin que les données renvoyées soient interprétables et en accord avec la physique du procédé d'évaporation. Cet outil de caractérisation a été utilisé tout au long de cette thèse pour la caractérisation de certains dépôts.

3.4 Conclusion

A travers ce chapitre, nous avons introduit les différents modèles mathématiques existant pour décrire la dispersion spectrale des constantes optiques (indice de réfraction, coefficient d'extinction, ...). En particulier nous avons introduit le modèle de Tauc-Lorentz basé sur les équations de Kramers-Kronig dont le principal avantage est de pouvoir déterminer des coefficients d'extinction variant de 0 à des valeurs très largement supérieures à 0,1. Par la suite, nous avons présenté les instruments de mesures et les méthodes de reverse engineering utilisées pour la métrologie et la caractérisation de monocouches et de filtres optiques interférentiels. L'ensemble de ces méthodes est basé sur la minimisation de l'erreur entre la mesure et le modèle théorique. Le résultat de ces calculs nous a permis de déterminer les constantes optiques pour les monocouches de Ta_2O_5 , SiO_2 , et AMTIR-1 et de valider les méthodes de dépôt définies dans le Chapitre 2.

La seconde partie du manuscrit est consacrée à l'étude de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1 et à son introduction dans les filtres optiques interférentiels pour la démonstration de nouvelles approches de fabrication de composants optiques spatialement structurés.

Partie II

Eléments optiques à base de couches minces optiques spatialement structurés

Chapitre 4

Etude de la photosensibilité d'une monocouche à base de verres de chalcogénures déposée par EBPVD.

4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons aux propriétés photosensibles d'une couche d'AMTIR-1, *i.e.* quelles sont les variations photo-induites lorsque celle-ci est soumise à un flux lumineux. Nous nous focalisons sur les modifications des propriétés optiques observables au sein d'une monocouche de ce matériau.

4.1.1 Effets photo-induits dans les verres de chalcogénures

Comme il a déjà été mentionné dans le Chapitre 1, les verres de chalcogénures sont sujets à un nombre conséquent d'effets photo-induits. On peut les classer selon sept principaux mécanismes qui modifient chimiquement, optiquement, structuralement ou encore électriquement les propriétés du verre de chalcogénures. Ces effets peuvent être classés en deux grandes classes : réversible et irréversible. Voici un résumé de ces différentes modifications :

1. Photo-cristallisation [92] : la cristallisation d'une couche de chalcogénures est provoquée par l'élévation de température sous un flux lumineux. Cet effet peut s'inverser par traitement thermique et un refroidissement rapide.
2. Photo-polymérisation [93]: Par traitement thermique photo-induit, il est possible qu'une à deux molécules se combinent entre elles pour en former une plus complexe (polymérisation). Cet effet est notamment présent dans les verres de trisulfure d'arsenic, où la polymérisation permet la formation de As_4S_4 .
3. Photo-dissolution de métaux [92]: une fine couche de métal peut-être photo-dissoute au sein du verre de chalcogénures pour modifier ses propriétés optiques. Par exemple l'ajout d'argent permet dans le cas du trisulfure d'arsenic de diminuer fortement le gap du matériau et d'en augmenter parallèlement l'indice de réfraction [94].
4. Photo-densification [95] : sous l'action d'un flux lumineux, les chalcogénures se densifient. Cette densification induit une variation d'indice positive de quelques 10^{-3}
5. Photo-contraction : même phénomène que la photo-densification, cependant ce mécanisme est réversible par traitement thermique.
6. *Photo-darkening* [96, 97]: décalage de l'absorption du matériau vers des plus grandes longueurs d'onde (*e.g.* une diminution de l'énergie du band-gap optique). On parle en anglais de « redshift ». Cet effet photo-induit a été observé dans de nombreux chalcogénures binaires tels que : As_2S_3 ou GeS_2 . Ce phénomène est associé à un changement de structure au sein du matériau et est accompagné parfois d'autres effets tels que la photo-expansion.
7. *Photo-bleaching* : c'est l'inverse du *photo-darkening*, l'absorption du matériau se décale vers des longueurs d'onde plus courtes. On parle donc de « blueshift ». Cet effet est lui aussi provoqué par un changement de structure au sein du verre.

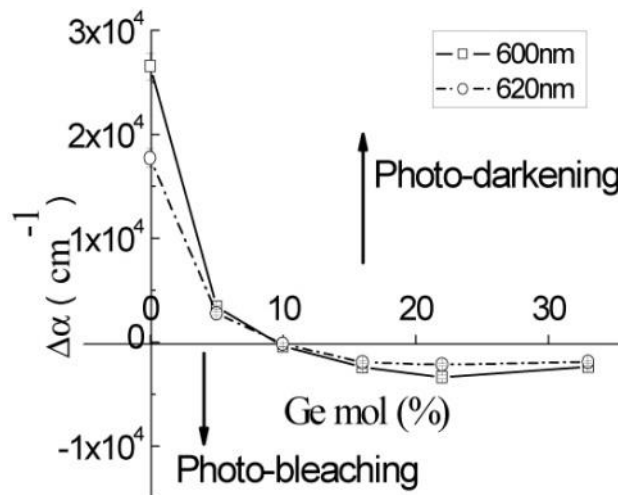


Figure 4-1 : Exemple de la variation d'absorption photo-induite observée dans des verres de type Ge-As-Se en fonction du pourcentage molaire de germanium Ge [37]

Les effets photo induits sont évidemment corrélés à la composition du verre. Par exemple les verres de type binaires comme As-Se sont plus sujet à des réactions de type *photo-darkening*. Les verres composés de germanium *e.g.* Ge-As-Se, sont à l'opposé plus enclins à du *photo-bleaching* à partir d'un certain pourcentage molaire de germanium, comme l'illustre la Figure 4-1.

4.2 Etude de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1

4.2.1 Choix de la source d'exposition

Comme nous venons de le voir les verres de chalcogénures sont sujets à de nombreux effets photo-induits et l'AMTIR-1 n'en est pas exempt (photosensibilité de type : *photo-bleaching*). Des tests d'expositions préliminaires réalisés avec des diodes centrées à différentes longueurs d'onde, nous ont permis dans un premier temps de vérifier la photosensibilité des monocouches déposées. L'objectif était alors de choisir la longueur d'onde d'exposition optimale pour réaliser une étude de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1 en tenant compte de nos futures activités. Celles-ci nécessitaient notamment le dépôt de monocouches d'une épaisseur de 10 μm et plus. La longueur d'onde d'exposition a donc été choisie en tenant compte de cette contrainte.

4.2.1.1 Loi d'absorption

Lors de l'exposition d'une monocouche épaisse, un problème majeur qui peut se poser, est la non uniformité de l'exposition selon son épaisseur dans le cas où la longueur d'onde choisie est fortement absorbée par le matériau au cours de sa propagation. Afin d'en comprendre les futures conséquences sur une monocouche d'AMTIR-1 photosensible, nous avons étudié la distribution de l'intensité du champ électrique dans la couche. Lors de la propagation d'un rayonnement électromagnétique au travers d'un milieu semi-transparent il se produit une diminution exponentielle de l'intensité selon la loi :

$$I(\lambda, X) = I_0(\lambda)e^{-\alpha X} \quad (4-1)$$

Avec I_0 l'intensité de la lumière incidente, I l'intensité de la lumière sortant, X l'épaisseur optique de la couche et α le coefficient d'absorption du matériau. Celui-ci est directement proportionnel au coefficient d'extinction k du matériau d'après l'équation :

$$\alpha(\lambda) = \frac{4\pi k(\lambda)}{\lambda} \quad (4-2)$$

On comprend bien que plus le matériau est épais ou plus le coefficient absorption α est grand, plus le faisceau incident est atténué fortement. Le cas extrême étant l'absorption totale du flux incident. Dans le cas d'une couche mince de type chalcogénure d'une épaisseur de 500 nm et pour trois longueurs d'onde différentes : 500, 600 et 700 nm, nous avons calculé l'atténuation du flux incident en fonction de l'épaisseur de la couche. Comme illustré par la Figure 4-2, chaque longueur d'onde subit une atténuation exponentiellement proportionnelle à la valeur du coefficient d'extinction. Ainsi pour des longueurs d'ondes inférieures à 500 nm, la lumière non réfléchie finie par être totalement absorbée dans la monocouche. A 600 nm, seulement 20% du flux est transmis, et pour 700 nm ou plus on dépasse les 75%.

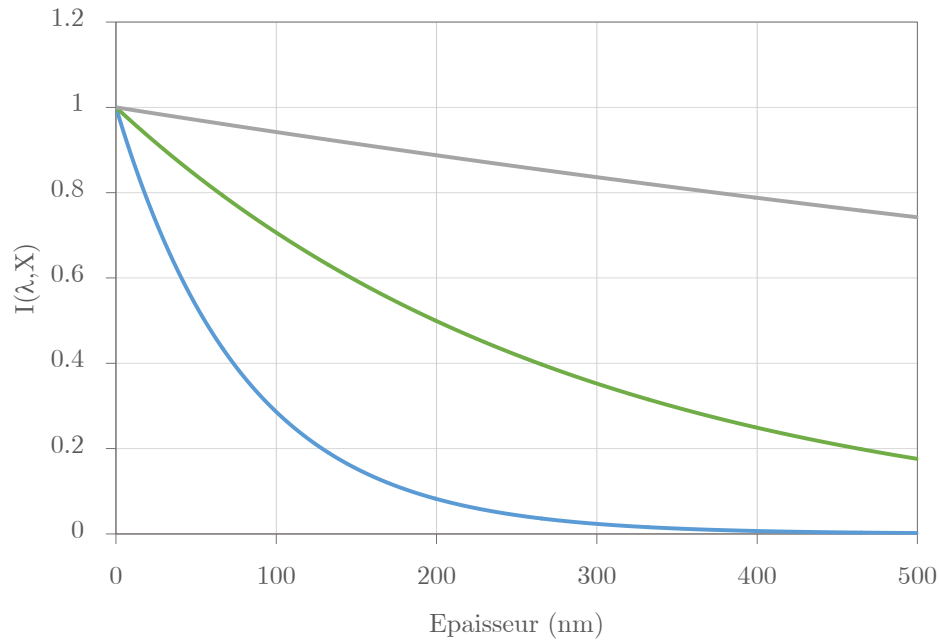


Figure 4-2 : Effet d'atténuation du flux incident I au travers d'une couche de chalcogénures de 500 nm d'épaisseur pour 3 longueurs d'onde différentes : en bleu – à $\lambda = 500$ nm, en vert – à $\lambda = 600$ nm et en gris – à $\lambda = 700$ nm

4.2.1.2 Photosensibilité et variation d'indice d'une monocouche en fonction de la répartition de l'intensité des champs.

Comme nous venons de le voir, la répartition de l'intensité du champ électrique au sein d'une monocouche est directement corrélée à la longueur d'onde et à son absorption associée. L'AMTIR-1 étant photosensible, ses propriétés optiques sont donc modifiées par l'intensité du champ électrique qui la traverse. La photosensibilité de l'AMTIR-1 est en particulier caractérisée par une variation de son indice de réfraction. Cette modification dans l'épaisseur de la couche suit une loi qui s'exprime :

$$n(z) = n_0 + \Delta n f(I(z)) \quad (4-3)$$

Avec $n(z)$ l'indice en z , n_0 l'indice initial, Δn la variation d'indice maximale, $I(z)$ la valeur de l'intensité du champ en z de la couche et f une fonction qui décrit les cinétiques de variation d'indices et qui dépend donc des mécanismes à l'origine de celle-ci. Cette fonction peut être exponentielle [98], hyperbolique [99] ou autre. Ainsi la variation d'indice provoquée par exposition est fonction du module carré du champ électrique. Considérons, en première approximation, que f est une fonction linéaire. Si l'on reprend l'exemple précédent pour $\lambda = 500$ nm et avec une épaisseur 1 μm ; lors de l'exposition du matériau, on peut montrer que le champ électrique s'annule après propagation dans une couche de 500 nm (cf. Figure 4-2). Par conséquent, la première moitié de la couche subira une modification d'indice avec un fort gradient et l'autre moitié ne sera pas modifiée car le champ électrique y est nul. On fabrique alors une bicouche puisqu'une seule partie de la couche est exposée. Ces deux phénomènes (fort gradient d'indice et bicouche) ne sont donc pas compatibles avec les applications visées. De plus, comme nous l'avons déjà mentionné, nous souhaitons en particulier exposer une couche d'épaisseur supérieure à 10 μm le plus uniformément possible. Cet effet d'absorption devient donc de plus en plus critique et il convient donc de choisir précisément la longueur d'onde d'exposition, notamment en limite de band gap ce qui assurera la très faible absorption de la radiation incidente et diminuera les effets de gradients d'indice.

4.2.1.3 Distribution d'intensité du champ électrique, absorption et choix de la longueur d'onde d'exposition.

Le phénomène de type gradient d'indice par photosensibilité est intrinsèque aux mécanismes de la photosensibilité puisque les variations d'indice photo-induites reposent sur un phénomène d'absorption. En effet sans absorption du flux incident, aucune modification des propriétés optiques n'est observable.

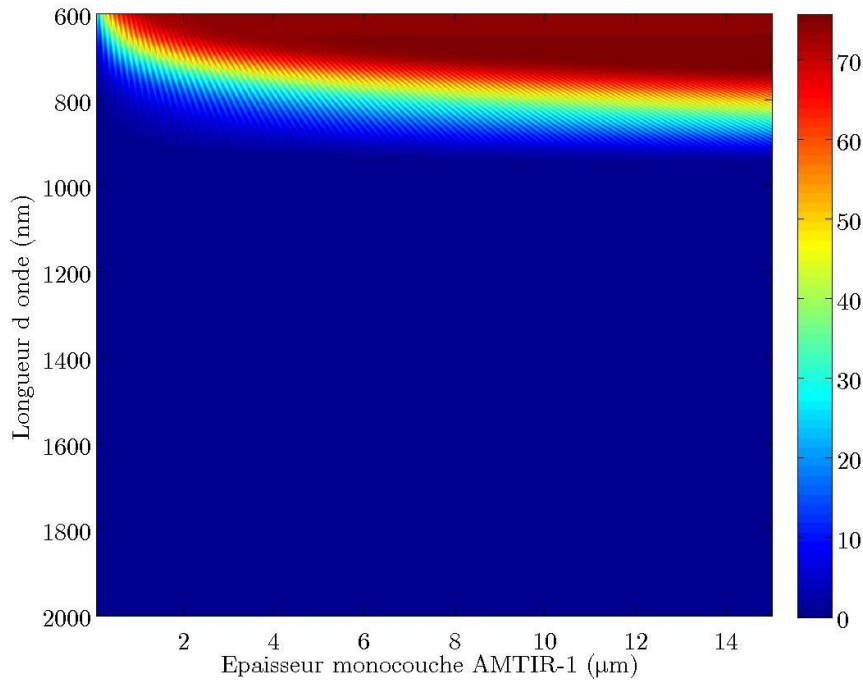


Figure 4-3 : Evolution de l'intensité absorbée (en %) par une monocouche d'AMTIR-1 en fonction de la longueur d'onde incidente et de l'épaisseur de la couche

Compte tenu de ce phénomène physique, nous avons donc cherché à en diminuer ses effets. Pour cela, nous nous sommes imposés la contrainte d'obtenir une intensité du faisceau d'exposition en sortie d'une couche d'AMTIR-1 supérieure ou égale à 70% et avons calculé la gamme spectrale optimale pour l'exposition. A l'aide d'un code de calcul de couches minces optiques développé en interne, l'intensité absorbée a été estimée après propagation à travers une monocouche d'AMTIR-1 pour différentes épaisseurs et pour une gamme de longueurs d'onde allant de 600 à 2000 nm (Figure 4-3). L'absorption maximale est de l'ordre de 75% et est obtenue lors d'une exposition par une courte longueur d'onde. Ce cas correspond à l'absorption totale de la radiation incidente se propageant dans la couche, les 25% restants correspondant à la réflexion de la couche. Pour des longueurs d'ondes supérieures à 900 nm, il n'y a plus d'absorption et toute l'intensité non réfléchie est transmise par la couche. Enfin, on peut également voir apparaître des oscillations dues aux interférences. Il est donc possible, à partir de ce graphe d'estimer la longueur d'onde optimale pour l'exposition et qui se situe aux alentours de 800 nm. Afin de précisément définir cette longueur d'onde nous avons tracé, sur la Figure 4-4, la valeur de la longueur d'onde pour laquelle absorption atteint 30% en fonction de l'épaisseur de la monocouche. Ainsi, nous pouvons voir que pour une épaisseur de couche d'AMTIR-1 supérieure à 7 μm , la longueur d'onde d'exposition est supérieure à 800 nm, ce qui est le cas pour notre application. Par ailleurs, les cinétiques de changement d'indice étant directement proportionnelles au coefficient d'absorption de la couche, une

optimisation de la longueur d'onde est nécessaire afin de maximiser les vitesses de changement d'indice. Cela se traduit donc par le choix d'une longueur d'onde la plus proche de 800 nm.

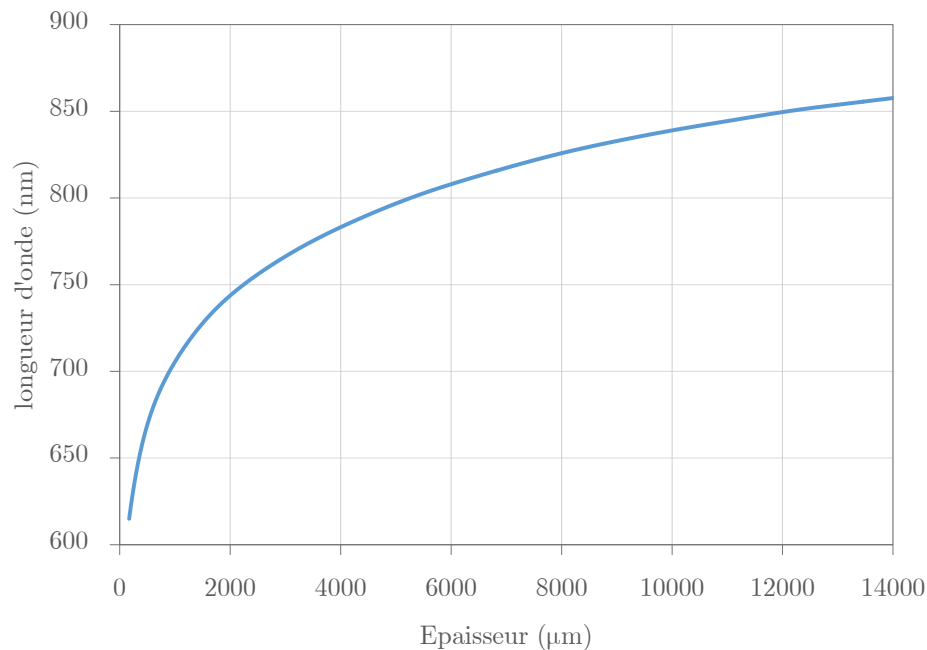


Figure 4-4 : Evolution de la longueur d'onde incidente correspondant une absorption de l'énergie incidente égale à 30%, en fonction de l'épaisseur de la couche d'AMTIR-1

Connaissant l'ensemble des critères pour le choix de la longueur d'onde d'exposition, nous avons approvisionné une diode laser fibrée commerciale de la société LIMO centrée à 808 nm, d'une puissance nominale de 32 W (LIMO32-F200-DL808-LM). La mise en œuvre de cette source utilisée comme laser pompe a nécessité la mise en place d'un système de refroidissement ainsi qu'une alimentation stabilisée en courant.

A cette longueur d'onde le champ électrique et son module carré ont été calculés dans la monocouche d'une épaisseur égale à 10 µm. La Figure 4-5 illustre le résultat de la simulation, les deux lignes verticales orange délimitant la couche d'AMTIR-1. On peut observer une modulation du champ électrique dans l'épaisseur de la monocouche, elle est causée par les interférences de l'onde réfléchiée par la face arrière avec l'onde incidente. Ces modulations de faible amplitude ne seront pas gênantes. Par ailleurs, dans le cas de ce calcul théorique (cas d'une source infiniment monochromatique), nous ne prenons pas en compte la largeur spectrale de la source qui va atténuer cet effet. Concernant la différence d'intensité en entrée et en sortie de la couche, le calcul du rapport renvoie une valeur de l'ordre de 65%. On est donc très proches des 70% que nous nous étions fixés jusqu'à présent. Enfin, on peut noter que le champ électrique moyen dans la couche est 4 fois inférieur à celui du champ incident. Cet effet est dû à la nature interférométrique de la couche. Il sera annulé dans le cas de composants réels par l'ajout de structures antireflets.

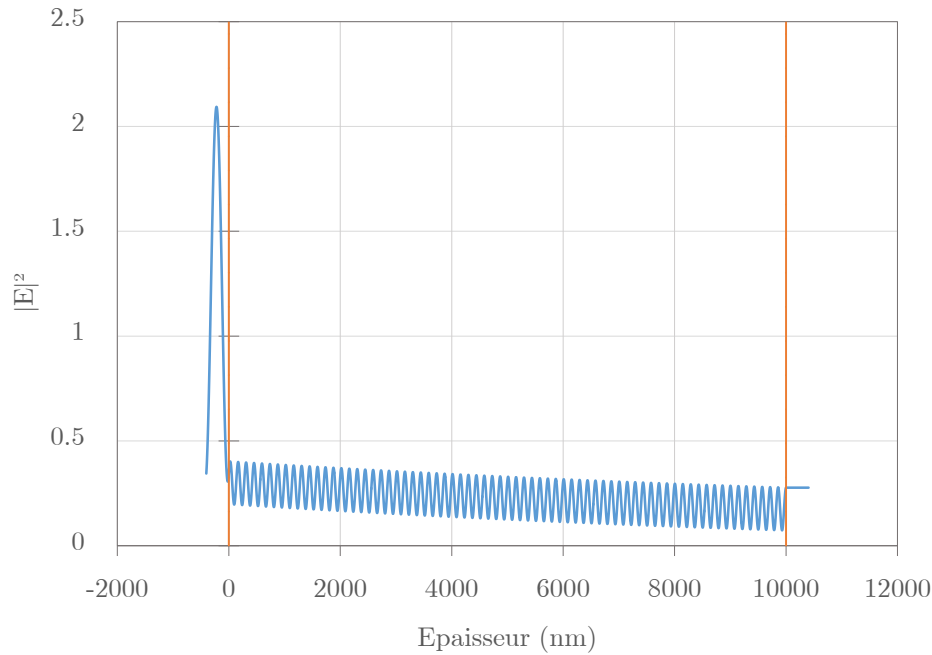


Figure 4-5 : Distribution spatiale de l'intensité du champ électrique à 808 nm dans une monocouche d'AMTIR-1 de 10 μm d'épaisseur

4.2.2 Caractérisation des effets photo-induits dans les couches d'AMTIR-1

L'objectif de cette partie est d'étudier la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1 déposée par évaporation par canon à électrons selon le protocole de dépôt décrit dans le Chapitre 2. Pour cette étude, nous avons caractérisé au spectrophotomètre les monocouches avant et après exposition. Celle-ci est faite avec la source sélectionnée. Les modifications photo-induites seront tout d'abord décrites qualitativement via les spectres en réflexion et en transmission puis quantitativement par reverse engineering. Par ailleurs, afin de contrôler l'évolution des constantes optiques, l'échantillon est mesuré localement pour différent temps d'exposition. Cela a nécessité l'ajout d'un module mécanique de référence composé de deux pièces. La première assure le remplacement de l'échantillon dans le module SRT du spectrophotomètre. La seconde permet de déplacer l'échantillon du spectrophotomètre au montage optique qui sert à l'exposition. La zone d'exposition est circulaire et fait 6 mm de diamètre. Ainsi nous sommes capables de suivre l'évolution des constantes optiques au sein de la couche et d'en tracer l'évolution en fonction de la fluence totale : F reçue par l'échantillon (Figure 4-5). Dans cette étude, l'intensité de la source étant de 17 W/cm^2 et les durées d'exposition sont de l'ordre de 24h.

4.2.2.1 Analyse qualitative des effets

Par comparaison des spectres de transmission avant et après exposition (Figure 3-6), nous pouvons dans un premier temps observer un décalage du spectre de la zone exposée vers les plus courtes longueurs d'onde, ainsi qu'une évolution de l'amplitude des minima locaux. Ces effets sont directement corrélés à une diminution de l'épaisseur optique et notamment de l'indice de réfraction de la couche. Des effets similaires sont observés sur le spectre en réflexion, *i.e.* décalage du spectre de la zone exposée vers les plus courtes longueurs d'onde, ainsi qu'une évolution de l'amplitude des maxima locaux, confirmant que ces effets sont des effets de phase et non d'absorption. Un deuxième effet apparaît à savoir une diminution de l'absorption au sein de la monocouche. Cette diminution s'illustre, par exemple, sur le spectre en transmission (cf. Figure 4-6) par l'augmentation de l'amplitude du dernier maximum local vers 700 nm.

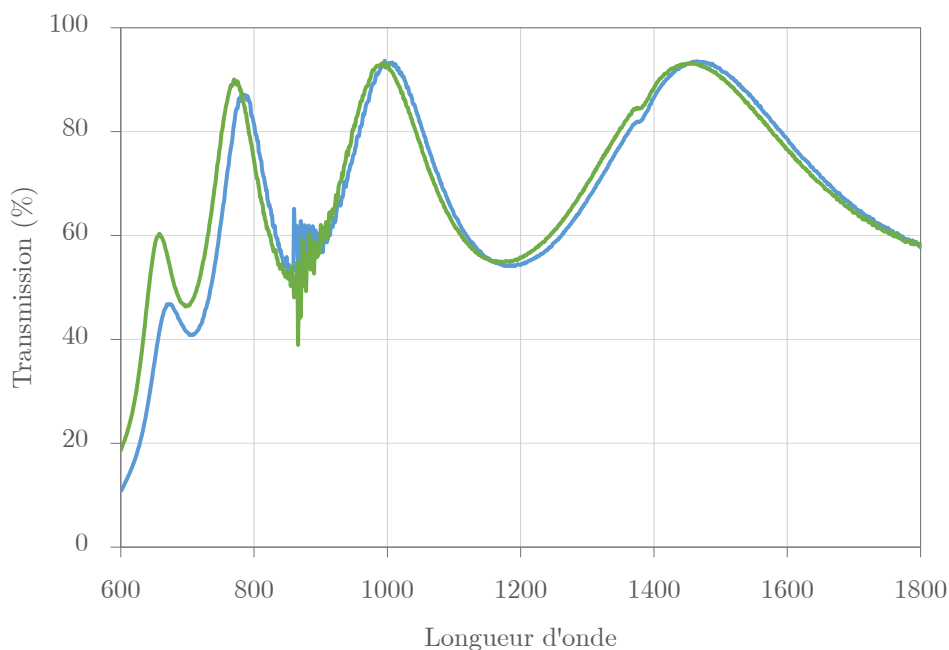


Figure 4-6 : Evolution de la dépendance spectrale de la transmission d'une monocouche d'AMTIR-1 de 350 nm d'épaisseur : en bleu – la transmission avant exposition et en vert – la transmission après exposition

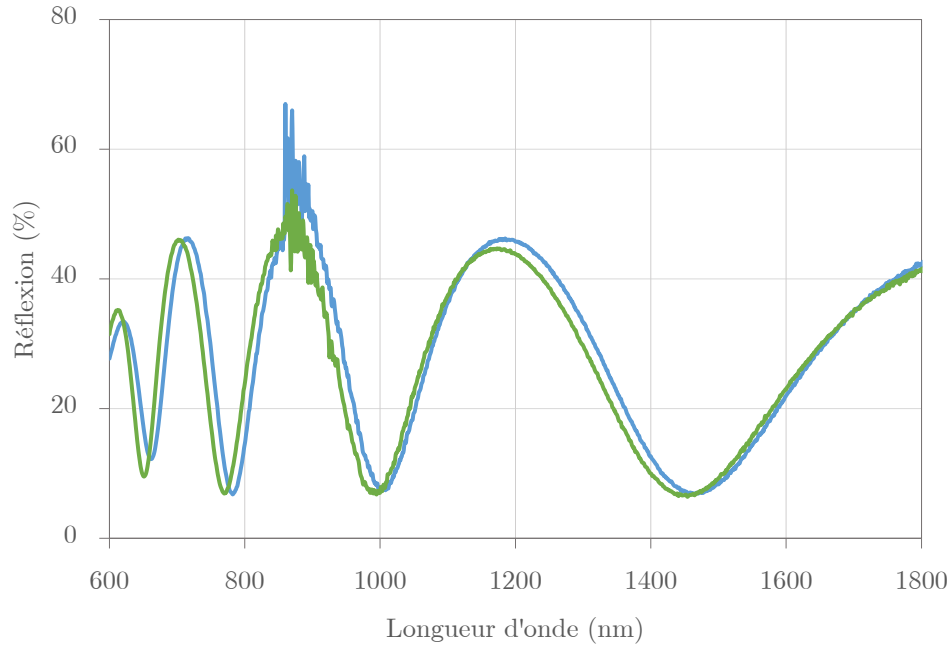
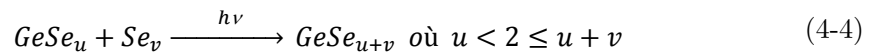


Figure 4-7 : Evolution de la dépendance spectrale de la réflexion d'une monocouche d'AMTIR-1 de 350 nm d'épaisseur : en bleu – la réflexion avant exposition et en vert – la réflexion après exposition

Dans le cas des chalcogénures, les variations d'indice positives ou négatives peuvent s'expliquer au travers deux types d'effets photo-induits : *photo-darkening* et *photo-bleaching*. Dans le cas de l'AMTIR-1, on remarque un décalage des spectres vers des longueurs d'onde plus courtes. Classiquement, cet effet est lié au procédé de *photo-bleaching* qui peut s'expliquer au sein des monocouches d'AMTIR-1 par l'équation (4-4) [37, 100, 101]. Lors de l'évaporation, le GeSe_2 se décompose et se reforme sous forme de fragment GeSe_u avec $u < 2$. Sous l'action de la lumière, les fragments GeSe_u , se recombinent pour reformer des liaisons hétéro-polaires Ge-Se, plus stables que les liaisons homopolaires de type Ge-Ge ou Se-Se.



Cette réaction provoque un réarrangement dans la structure amorphe de la couche mince déposée. Ainsi par l'exposition lumineuse, le pourcentage de molécules GeSe_u diminue, à l'opposé des molécules de type GeSe_{u+v} . Ceci impacte directement l'indice de la couche, et l'on mesure une différence entre l'indice initial et l'indice de couche exposée.

4.2.2.2 Etude de la variation d'indice de réfraction N

Sur une zone circulaire de 6 mm de diamètre d'une monocouche d'AMTIR-1, nous avons mesuré pour différents dosages et donc temps d'exposition les spectres en transmission et réflexion, pour déduire par reverse engineering l'évolution des constantes optiques telles que l'indice de réfraction, le coefficient d'extinction et le band gap optique. Les Figure 4-8 et

Figure 4-9 illustrent les résultats obtenus. Sur ces figures, plus la couleur de la courbe s'éclaircit, et plus le dosage est grand. Ainsi on note une diminution de l'indice de réfraction de quelques $\sim 3,5 \cdot 10^{-2}$ à $1 \mu\text{m}$ sans présence d'absorption. Cette variation d'indice a une dépendance spectrale et atteint un maximum de $-7 \cdot 10^{-2}$ aux alentours de 660 nm .

Le coefficient d'extinction suit la même tendance que l'indice de réfraction, soit une décroissance avec une augmentation de l'énergie déposée dans le matériau. Cette décroissance, d'autant plus importante pour les courtes longueurs d'onde, est critique dans le cas de l'exposition d'une couche épaisse, puisque cela se traduira par une augmentation de la transmission de la couche et par conséquent une exposition plus uniforme dans l'épaisseur de la couche.

Dans le Tableau 8, nous avons rassemblé l'ensemble des paramètres optimisés pour la monocouche initiale et exposée. Pour rappel, ils sont au nombre de 9 : 8 pour le modèle de Tauc-Lorentz à deux oscillateurs, et 1 pour l'épaisseur de la monocouche. De manière générale, lors du reverse engineering, les valeurs sont contraintes afin de ne retenir que des solutions ayant un sens physique. De ces dernières, on retient en particulier l'augmentation de l'énergie du band-gap de $0,3 \text{ eV}$. Une valeur moyenne de $0,2 \text{ eV}$ a été mesurée sur l'ensemble des échantillons exposés au cours de cette thèse (>50). Par ailleurs les énergies de centrage E_{01} et E_{02} se décalent en valeur absolue, elles aussi, vers les plus courtes longueurs d'onde. Ces variations sont bien en accord avec celles observées sur les spectres en transmission. On retiendra que le changement d'épaisseur de $\sim 0,5 \text{ nm}$ sera négligé par la suite car il ne correspond pas à une évolution physique (effet invisible lors d'une mesure par profilométrie optique de la surface d'un échantillon exposé).

	ϵ	ETL	A1	E01	C1	A2	E02	C2	t
Initial	1,78	1,29	85,0	3,91	4,28	14,4	-1,86	1,43	548,5
Saturé	1,80	1,32	85,8	3,98	4,41	14,5	-1,93	1,34	549,0

Tableau 8 : Constantes optimisées du modèle de Tauc-Lorentz à 2 oscillateurs déterminées sur une monocouche d'AMTIR-1 avant et après exposition

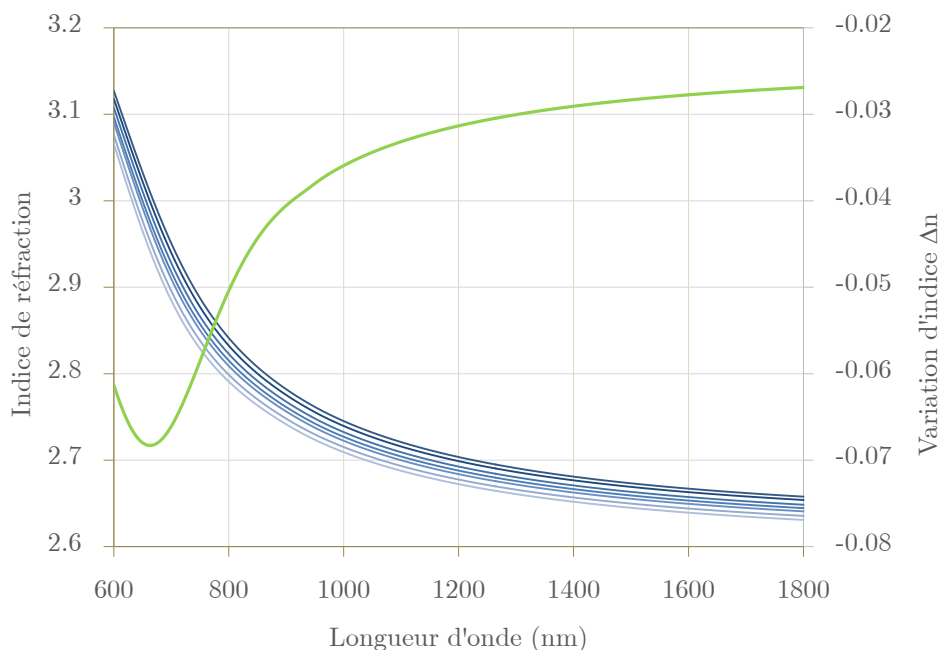


Figure 4-8 : Evolution de la dispersion de la partie réelle de l'indice de réfraction d'une couche d'AMTIR-1 après exposition à 808 nm pour des énergies croissantes (de la courbe bleue la foncée à la courbe la plus claire), en vert – la variation d'indice maximale

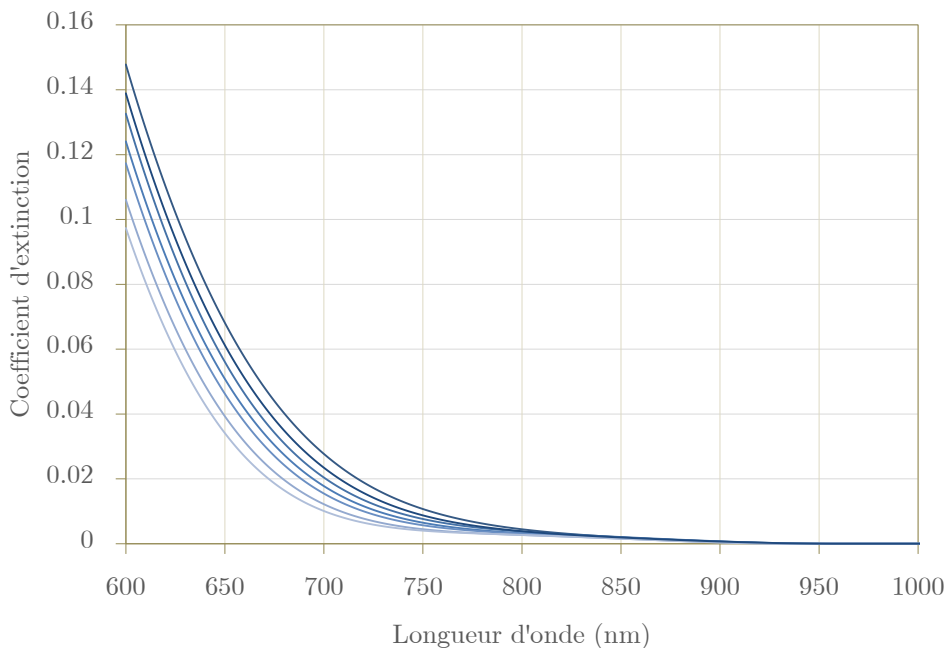


Figure 4-9 : Evolution de la dispersion de la partie imaginaire de l'indice de réfraction (coefficient d'extinction) d'une couche d'AMTIR-1 après exposition à 808 nm pour des énergies croissantes (de la courbe la foncée à la courbe la plus claire)

Grâce à cette étude, nous avons extrait les cinétiques d'indice des couches d'AMTIR-1 en fonction de l'énergie d'exposition ce qui permet ainsi de prédire a posteriori l'évolution des constantes optiques et notamment de l'indice de réfraction en fonction de la fluence reçue par

le matériau. (Figure 4-10). Cette dépendance a ensuite été modélisée à l'aide d'une fonction hyperbolique du type [99] :

$$\Delta n(F) = \frac{aF}{b + F} \quad (4-5)$$

avec F la fluence reçue par le matériau et a et b deux constantes. D'après la Figure 4-10, ce modèle (courbe bleue) donne une bonne approximation de la dépendance de la variation d'indice de réfraction en fonction de la fluence.

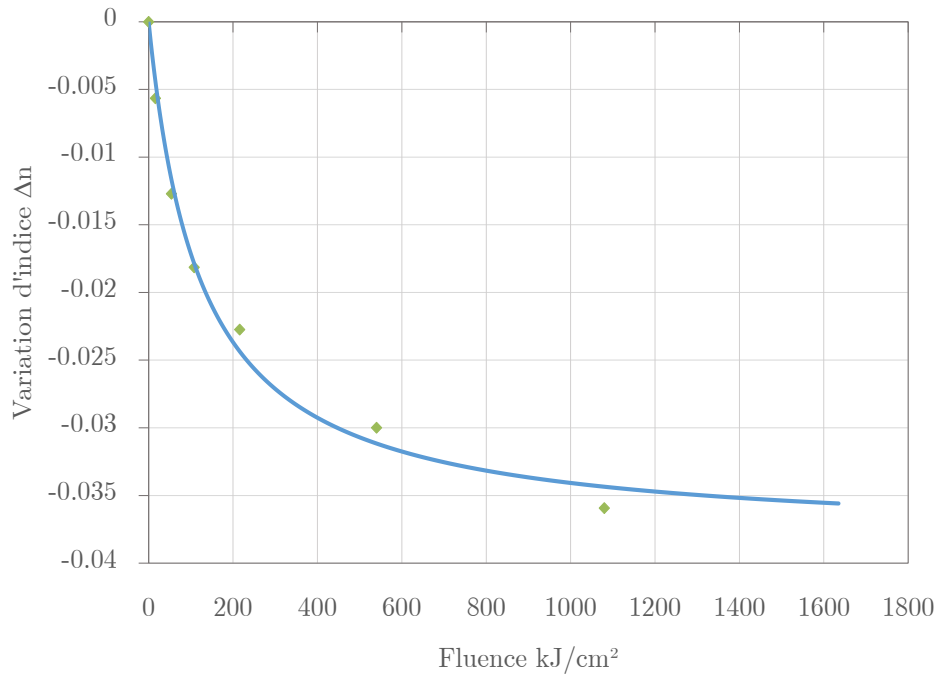


Figure 4-10 : Dépendance de l'indice de réfraction à 1 μm d'une monocouche d'AMTIR-1 en fonction de la fluence reçue à 808 nm : en vert – les valeurs mesurées, en bleu– la courbe modélisée

Enfin, il est important de noter que les valeurs de fluence nécessaires à l'obtention d'un effet de saturation sont égales à plusieurs centaines de kilojoules par centimètres carrés. Ceci est en partie dû au choix d'une longueur d'onde pour laquelle l'absorption de la couche est faible (afin d'obtenir une exposition uniforme) ainsi qu'à l'effet de *photo-bleaching* qui induit une diminution du coefficient d'extinction en cours d'exposition. Le matériau absorbant moins, les cinétiques de variation d'indice s'en trouvent proportionnellement altérées selon l'équation (4-3).

4.2.3 Stabilité des monocouches d'AMTIR-1

4.2.3.1 Evolution temporelle d'une monocouche d'AMTIR-1 non exposée

Notre objectif ici est de décrire la stabilité du matériau, *i.e.* analyser les évolutions naturelles d'une monocouche d'AMTIR-1 protégée de la lumière du jour pour éviter une exposition parasite par des longueurs d'onde comprises dans sa bande d'absorption. De la même manière que précédemment, une zone fixée et définie est mesurée au cours du temps. 3 points de mesure ont été fait. Le premier à la sortie du bâti de dépôt, le second 10 jours plus tard et le troisième au bout de 20 jours (Figure 4-11). Au-delà, aucune évolution significative n'a été enregistrée sur la monocouche. On note ainsi, après plusieurs jours de stockage dans le noir, une augmentation de la transmission dans la bande d'absorption du matériau, corrélée donc par une diminution du coefficient d'extinction. Cette décroissance est tracée sur la Figure 4-11, elle est de l'ordre de 10% à 600 nm. L'indice de réfraction diminue lui de 6.10^{-3} à $1\text{ }\mu\text{m}$, ce qui représente une perte de l'ordre de 15% sur la variation d'indice photo-induite par photosensibilité.

Cet effet peut être expliqué par une réorganisation spontanée du matériau à l'air et qui sature au bout de quelques jours. Une réorganisation plus complète nécessitant un apport d'énergie extérieur, soit sous forme de chaleur, soit sous forme d'un rayonnement optique (photosensibilité). Cet effet, bien que présenté *a posteriori* dans ce manuscrit a été pris en compte lors de la présentation des résultats précédents. En effet, les mesures présentées dans les sections précédentes ont été réalisées une vingtaine de jours après la sortie du bâti et ce afin d'éliminer ces effets parasites.

Cette étude montre donc que le matériau est stable ou du moins se stabilise rapidement dans le temps ce qui permet d'envisager son utilisation, non pas seulement pour des démonstrations scientifiques, mais pour des applications futures.

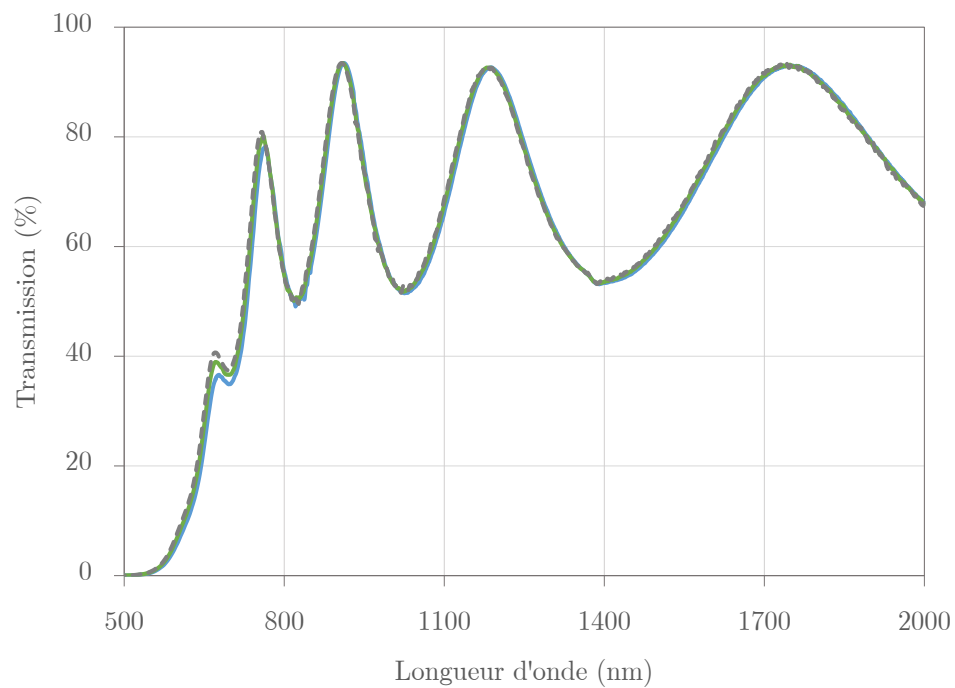


Figure 4-11 : Evolution de la dépendance spectrale de la transmission d'une monocouche d'AMTIR-1 au cours du temps : en bleu – la transmission initiale, en vert – la transmission au bout de 10 jours et en pointillé gris – la transmission au bout de 20 jours

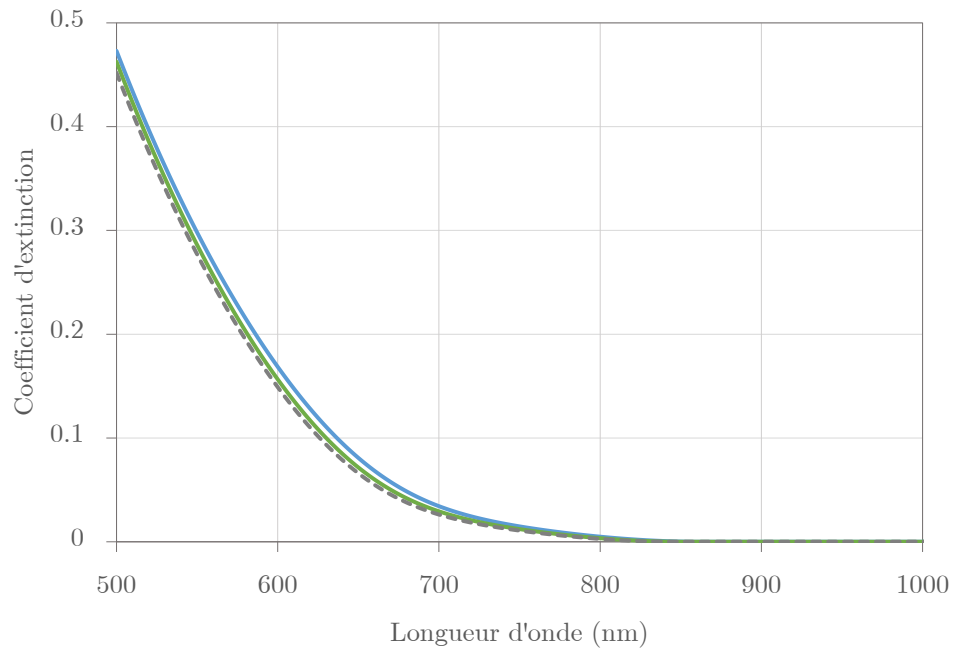


Figure 4-12 : Evolution de la dépendance spectrale du coefficient d'extinction d'une monocouche d'AMTIR-1 au cours du temps : en bleu – la valeur initiale, en vert – la valeur au bout de 10 jours et en pointillé gris – la valeur au bout de 20 jours

4.2.3.2 Evolution temporelle d'une monocouche d'AMTIR-1 après exposition

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à la stabilité de la variation d'indice après exposition du matériau. Ainsi, nous avons exposé une zone et mesuré son spectre en transmission à différents moments : initial, après 1 semaine et après un mois. Les résultats des mesures sont illustrés par la Figure 4-13. Aucune modification n'est apparente sur le spectre en transmission et le reverse engineering de ces couches ne permet pas non plus d'extraire des modifications supérieures au bruit de mesure. Il est ainsi possible de conclure qu'une couche d'AMTIR-1 exposée présente la même stabilité qu'une couche non exposée après 20 jours. La modification de l'indice est donc non réversible dans le temps, ce qui est en accord avec l'effet photosensible de type le *photo-bleaching*. C'est l'apport d'énergie par la lumière seule qui permet la recombinaison des liaisons au sein du matériau.

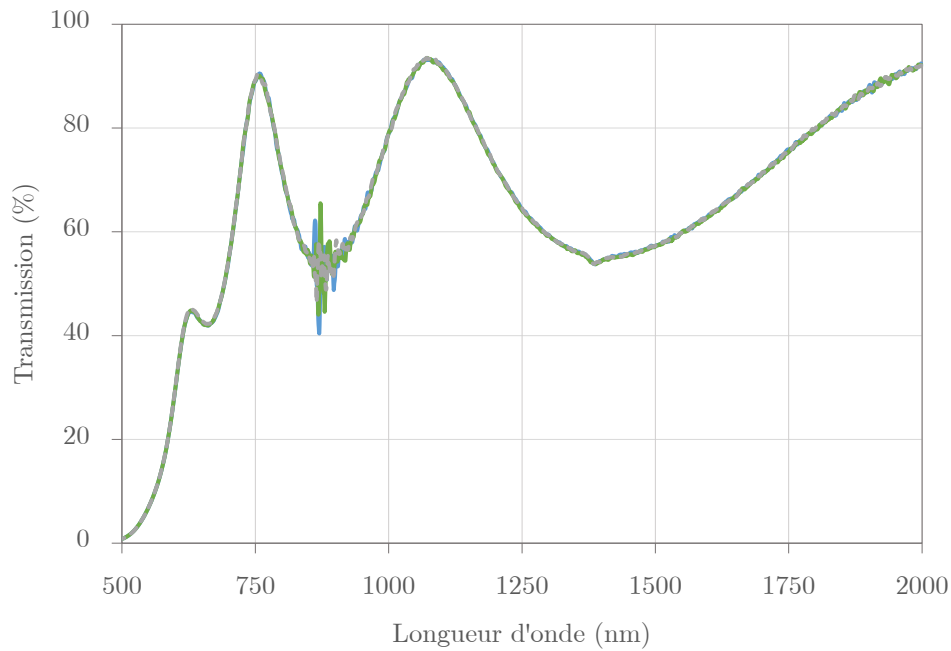


Figure 4-13 : Evolution de la dépendance spectrale de la transmission d'une monocouche d'AMTIR-1 au cours du temps : en bleu – la transmission initiale, en vert –la transmission 1 semaine plus tard et en gris – la transmission au bout d'un mois

4.2.3.3 Evolution temporelle de la photosensibilité d'une monocouche d'AMTIR-1

Afin de caractériser la stabilité de la photosensibilité dans le temps, une monocouche d'AMTIR-1 d'une épaisseur ~400 nm, déposée sur substrat de silice, et conservée à l'abri de la lumière pendant un an, puis exposée et mesurée. Les résultats de la variation d'indice par

photosensibilité à saturation sont représentés sur la Figure 4-14 en fonction de la longueur d'onde. A $1\mu\text{m}$, la variation d'indice est de $3,7.10^{-2}$ soit le même ordre de grandeur que celle présentée dans la partie 4.2.2.2. Par conséquent, nous pouvons en conclure que la photosensibilité est stable et répétable dans le temps, à condition de conserver l'échantillon dans le noir. Cela démontre encore une fois que nos échantillons et couches déposées sont viables dans le temps.

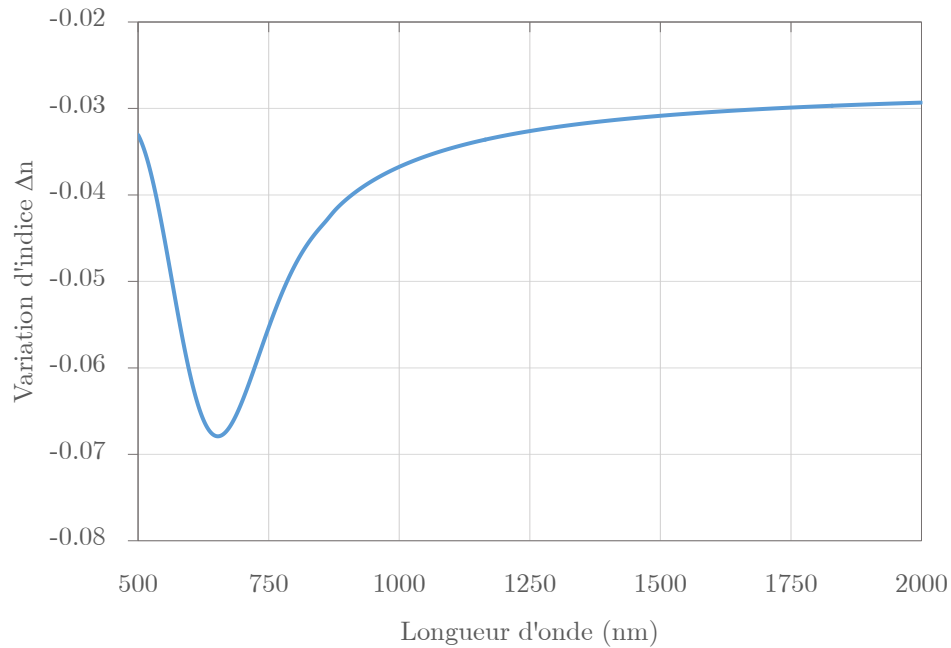


Figure 4-14 : Dépendance spectrale de la variation d'indice photo-induite d'une monocouche d'AMTIR-1 après stockage pendant un an dans un environnement protégé de sources lumineuses externes

4.3 Conclusion

Après avoir introduit les effets photosensibles majeurs et observables dans les verres de chalcogénures, nous avons fait l'étude de la photosensibilité de couches d'AMTIR-1 déposées par EBPVD. Cette étude a débuté par une présentation de la méthode permettant de choisir la longueur d'onde d'exposition en fonction de la gamme spectrale d'absorption des monocouches et des applications visées (épaisseur de couches). Contenu des diodes laser disponibles sur le marché et des cinétiques d'indice, notre choix s'est porté sur une diode centrée laser à 808 nm de chez LIMO. Exposés avec cette source, les verres d'AMTIR-1 sous forme de couches minces optiques révèlent un effet photosensible de type : *photo-bleaching*. Les conséquences de cet effet sur les constantes optiques ont été étudiées à travers l'analyse rigoureuse de l'évolution des spectres en transmission et réflexion par reverse engineering. Ainsi la réorganisation des liaisons Germanium-Sélénium provoque d'une part un décalage de l'absorption vers les plus courtes longueurs d'onde et d'autre part une diminution de l'indice de réfraction de l'ordre de $\sim 0,035$ à $1\mu\text{m}$ et pouvant atteindre 0,07 dans la bande

d'absorption. Dans les prochains chapitres nous nous proposons d'utiliser des couches d'AMTIR-1 pour la fabrication d'éléments optiques diffractifs et de filtres optiques interférentiels.

Chapitre 5

Fabrication d'éléments optiques diffractifs dans le volume d'une monocouche de verre de chalcogénures

5.1 Éléments optiques diffractifs et verres de chalcogénures

5.1.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons étudier l'apport de couches minces optiques à base de verres de chalcogénures pour la fabrication d'Éléments Optiques Diffractifs (EODs). Ce genre de matériau a déjà été utilisé pour la fabrication d'EODs en utilisant des procédés de structuration de surface tels que la gravure laser directe en UV lointain (*Deep-UV*) [102], la lithographie par faisceau d'électrons [103] ou par masquage à niveau de gris [104]. Une autre méthode consiste à utiliser les effets photo-induits tel que la photo-expansion géante [105] notamment avec l'arsenic trisulfure (As_2S_3).

Nous nous proposons d'exploiter les effets photo-induits, en particulier la variation d'indice de l'ordre de quelque $\sim 4.10^{-2}$ d'une monocouche d'AMTIR-1 pour fabriquer des EODs. Cette approche a déjà été utilisée pour l'inscription de réseaux holographiques de volume [106]. En effet, c'est la technique la plus communément utilisée pour la caractérisation des variations d'indice dans des matériaux photosensibles [107]. Nous avons donc étudié les méthodes permettant d'étendre ce principe à l'enregistrement de profils non sinusoïdaux, à savoir

quelles sont les conditions nécessaires à la fabrication d'éléments à base de chalcogénures et quels sont les designs des structures permettant par diffraction de modifier la distribution d'intensité d'un faisceau. Nous avons ensuite développé un banc d'exposition pour la structuration et l'exposition des motifs. Finalement des EODs ont été fabriqués et caractérisés.

5.1.2 Epaisseur physique des couches

Pour la fabrication d'un élément optique diffractif avec un procédé photo-lithographique, la profondeur e de la gravure pour atteindre la valeur locale de phase φ s'écrit :

$$e = \frac{\lambda \varphi}{2\pi(n-1)} \quad (5-1)$$

Nous avons donc cherché, dans notre cas, non pas à graver le matériau, mais à l'exposer localement pour constituer le motif de diffraction par variation d'indice de réfraction dans le volume de la couche. En considérant la variation d'indice de réfraction Δn entre une zone exposée et non exposée pour une épaisseur e , la variation de phase générée s'exprime :

$$\Delta\Phi = \frac{2\pi\Delta ne}{\lambda} \quad (5-2)$$

Pour fabriquer des éléments optiques diffractifs binaires, la variation de phase doit être de π . Dans ce cas l'épaisseur minimale à déposer s'écrit :

$$e = \frac{\lambda}{2\Delta n} \quad (5-3)$$

Connaissant la variation d'indice de réfraction de l'AMTIR-1, nous avons estimé que l'épaisseur de la monocouche devait être de l'ordre de 13 μm pour la fabrication d'EODs dont la longueur d'onde de centrage est aux alentours de 1 μm .

Ce résultat est très important car il montre que l'épaisseur requise pour la réalisation de ce type de composant est seulement un ordre de grandeur supérieure à la longueur d'onde d'utilisation. Des études similaires de fabrication d'EODs de volume ont déjà été réalisées dans des matériaux massifs (verres photo-thermo-réfractifs [108]). Il a été démontré que des éléments simples de type convertisseurs de modes peuvent être fabriqués dans des lames de quelques millimètres d'épaisseur d'un matériau photosensible (variation d'indice de réfraction limitée à quelques 10^{-4}). Cependant, des études complémentaires [109] ont montré que du fait de la trop grande épaisseur de matériau, il est d'une part impossible d'enregistrer des profils complexes, du fait de la divergence des faisceaux Gaussiens pour une inscription points-par-points ou des phénomènes de diffraction et d'interférences parasites dans le cas de

l'enregistrement à travers un masque d'amplitude. D'autre part si le profil est enregistré sans erreur, il a été montré que bien que la phase soit égale à π entre les zones exposées et non-exposées, l'élément ne peut pas être considéré comme infiniment fin. En effet il se produit, à l'intérieur du masque, une interaction entre les faisceaux transmis par les différentes parties du masque qui modifie notamment la distribution d'intensité en champ proche (*i.e.* juste après l'EOD). Ces modifications ont peu d'influence sur la distribution d'intensité en champ lointain dans le cas d'EODs simples (*e.g.* lames à quatre quadrants) mais affectent celle-ci dans le cas d'éléments de phase plus complexe (*e.g.* lentilles de Fresnel). Nos éléments ayant une épaisseur deux ordres de grandeur plus faible que ceux réalisés dans des verres photo-thermo-réfractifs, ces effets pourront être négligés et les éléments fabriqués seront nominalelement comparables à ceux fabriqués par modification locale de l'épaisseur par gravure car la taille des motifs sera de l'ordre $\sim 100 \mu\text{m}$.

5.1.3 Design de la structure multicouches pour la réalisation d'EODs

L'objectif de cette partie est de décrire les problèmes associés au dépôt d'une monocouche photosensible épaisse, notamment après exposition du matériau. Intrinsèquement, du fait de la nature interférométrique de l'interaction de la lumière dans une couche mince optique, l'intensité transmise ou réfléchiée par la couche dépend de la longueur d'onde incidente et de l'épaisseur optique de la couche. Cela se traduit par exemple par des oscillations dans les spectres en transmission et réflexion, comme on peut l'observer sur la Figure 4-6 et la Figure 4-7. Les maxima sont obtenus dans le cas d'interférences constructives et les minima dans le cas d'interférences destructives. La période de ces oscillations est fonction de l'épaisseur optique de la monocouche et s'exprime exactement :

$$T = \frac{1}{2ne} \quad (5-4)$$

avec e l'épaisseur de la couche et n son indice de réfraction. Quant à l'amplitude, elle est fonction du contraste entre l'indice de réfraction du matériau, celui du substrat et du milieu extérieur. Lors de l'exposition d'une couche fabriquée dans un matériau photosensible à variation d'indice négative, le spectre en transmission et réflexion se décale vers les plus courtes longueurs d'onde (cf. Chapitre 4). Ainsi, pour une épaisseur dépassant les 10 microns, il est possible d'être en opposition de phase entre une zone exposée et une zone non-exposée, *i.e.* un maximum de transmission pour une zone et à l'opposé un minimum pour l'autre zone. Cette différence de transmission peut considérablement nuire aux composants optiques diffractifs (cf. Figure 5-1) et ce d'autant plus compte tenu du large indice de réfraction des matériaux de type chalcogénures qui induisent une grande amplitude de modulation de la transmission. En effet, dans ce cas, ces éléments ne seraient plus des éléments de phase pure mais des éléments de phase et d'amplitude.

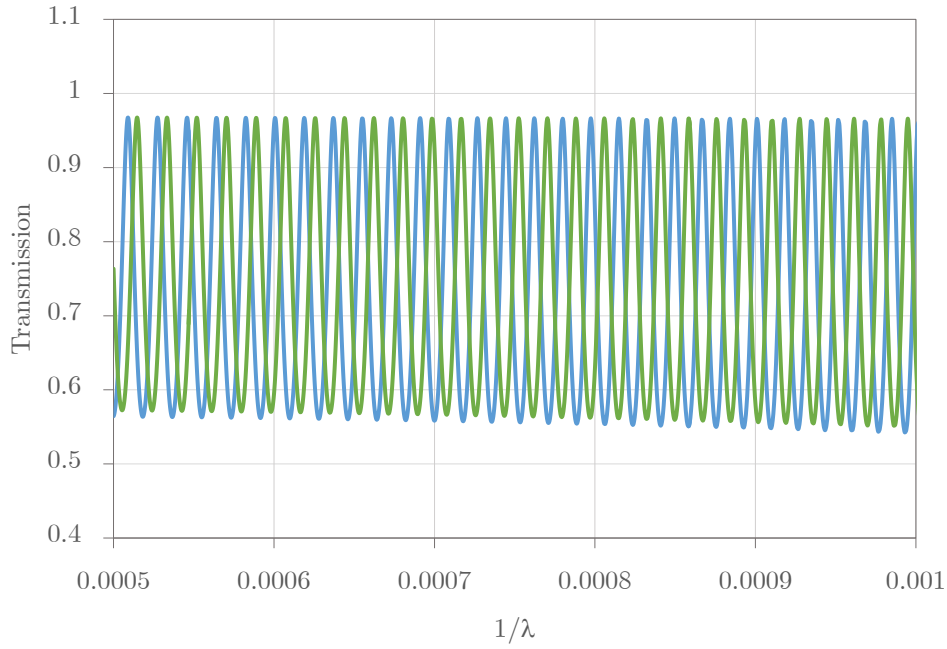


Figure 5-1 : Simulation du spectre en transmission d'une monocouche d'AMTIR-1 d'une épaisseur de 10 μm : en bleu – la transmission initiale et en vert – la transmission observée après exposition et une variation d'indice photo-induite de 0.04

Afin de s'affranchir des effets de variation d'amplitude transmise, l'idée est d'éliminer la réflexion aux interfaces de la monocouche en ajoutant des antireflets. Ceux-ci vont permettre de supprimer les interférences autour de leur longueur d'onde de centrage. Les deux antireflets sont de type « *V-coating* » c'est-à-dire qu'ils présentent un minimum de réflexion à une longueur d'onde donnée puis une lente augmentation de la réflexion de part et d'autre du minimum. Le premier antireflet permet alors d'annuler la réflexion air-chalcogénure. Le second, lui annule la réflexion chalcogénure-substrat. Le design de la structure à déposer s'écrit donc :

$$\text{Substrat} / \text{AR1} / \text{AMTIR} - 1 / \text{AR2} / \text{air} \quad (5-5)$$

Les deux antireflets sont constitués de deux couches, *i.e.* une première couche de Ta_2O_5 suivie d'une seconde de SiO_2 . Le design de chaque antireflet est donné par l'équation :

$$n_s / (n_H, e_H), (n_B, e_B) / n_0 \quad (5-6)$$

Dans le cas de l'AR1, n_s est l'indice du substrat et n_0 l'indice de l'AMTIR-1. Pour l'AR2, cette fois-ci, l'AMTIR-1 constitue le substrat n_s et n_0 est l'air. Les épaisseurs des couches sont calculées pour annuler le facteur de réflexion à la longueur d'onde de centrage du filtre. Elles se déterminent par les formules suivantes :

$$\tan^2(\delta_1) = \frac{(n_s - n_0)(n_h^2 - n_0 n_s) n_B^2}{(n_B^2 n_s - n_0 n_H^2)(n_0 n_s - n_B^2)}$$

$$\tan^2(\delta_2) = \frac{(n_s - n_0)(n_0 n_s - n_B^2) n_H^2}{(n_B^2 n_s - n_0 n_H^2)(n_H^2 - n_0 n_s)} \quad (5-7)$$

$$\delta_1 = 2\pi n_B e_B / \lambda_0$$

$$\delta_2 = 2\pi n_H e_H / \lambda_0$$

La résolution de ce jeu d'équations génère quatre couples d'épaisseurs. Selon la valeur des indices, il peut y avoir ou non une solution. Si la solution existe, seulement deux couples d'équations sont valables (Tableau 9).

	Indice n	couple 1	couple 2	couple 3	couple 4
AMTIR-1	2,7	Epaisseur			
SiO₂	1,46	129,1	211,8	129,1	211,8
Ta₂O₅	2,05	70,3	173,7	173,7	70,3

Tableau 9 : Couple d'épaisseur pour un traitement antireflet Air/AMTIR-1

Le spectre en transmission théorique de l'ensemble de la structure multicouche a été calculé pour un centrage des antireflets à 1 μm et pour une monocouche d'AMTIR-1 d'épaisseur égale à 13 μm avant et après exposition. Les résultats du calcul théorique de la structure sont représentés sur la Figure 5-2. On peut observer que les oscillations causées par les interférences sont bien annihilées par le couple d'antireflets autour de la longueur d'onde de centrage des antireflets ce qui permet d'obtenir une transmission identique avant et après exposition du matériau photosensible. La forte décroissance de la transmission est intrinsèque au coefficient d'extinction k de la monocouche d'AMTIR-1. Dès que l'efficacité des antireflets diminue, l'amplitude des oscillations augmente. Il est également intéressant de noter que les interférences sont également très faibles à la longueur d'onde d'exposition (808 nm), ce qui permet d'assurer une exposition plus uniforme de la couche (*i.e.* pas de modulation sinusoïdale de l'intensité selon l'épaisseur de la couche).

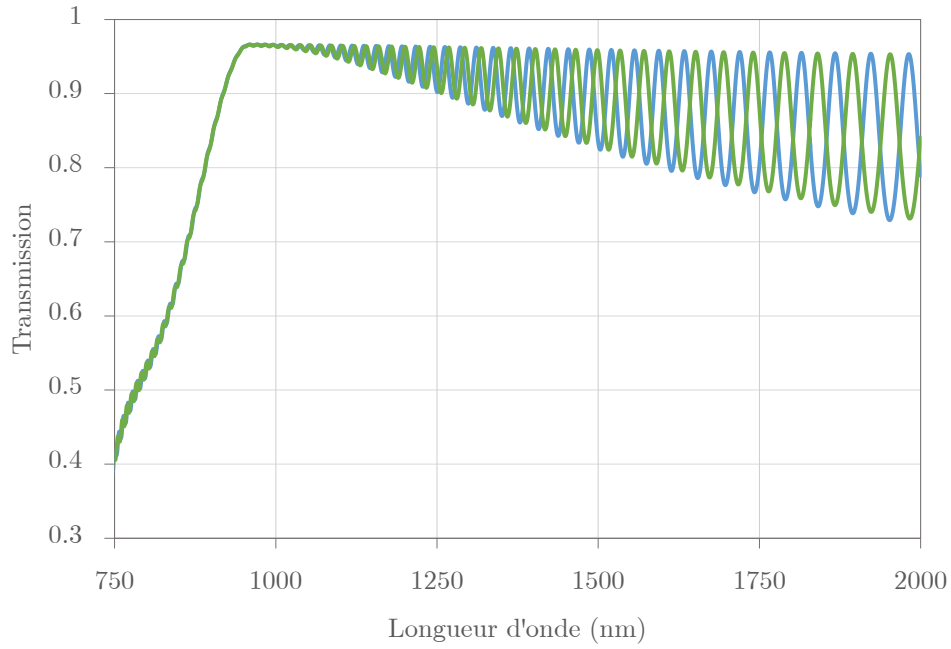


Figure 5-2 : Dépendance spectrale de la transmission de la structure : Substrat /AR1/AMTIR-1/AR2/air : en bleu – avant exposition et en vert – après exposition de la monocouche d’AMTIR-1

Nous avons donc défini dans cette section toutes les briques de base pour la fabrication d’un élément optique diffractif, *i.e.* composant, matériau et design. Il reste à élaborer les structures qui seront inscrites dans le matériau photosensible.

5.2 Mise en forme de faisceau et design d’EODs

5.2.1 Introduction au design d’EODs

Comme précédemment introduit, il existe de nombreuses fonctions réalisées par les éléments optiques diffractifs, chacune demandant un design ou motif qui lui est propre. Le design du motif dépend de la fonction optique définie mais aussi de la longueur d’onde, des tolérances angulaires et de la distribution du faisceau incident (habituellement TEM_{00}). La conception du motif diffractif se fait en général par des algorithmes itératifs. Par ailleurs, le design de ces composants est intimement lié à la configuration expérimentale.

Au cours de notre étude, nous nous sommes intéressés à la mise en forme d’un faisceau gaussien dans le plan focal d’une lentille connue de focale f (Figure 5-3). Le problème qui se pose est donc de définir le design de l’élément qui, placé devant une lentille, permet de passer d’une distribution d’intensité I_1 dans le plan P1 défini par :

$$I_1 = |U_1(x, y)|^2 = |A(x, y)e^{i\varphi(x, y)}|^2 \quad (5-8)$$

À une répartition d’intensité désirée I_2 dans le plan focal de la lentille P2, définie par :

$$I_2 = |U_2(u, v)|^2 = \frac{1}{\lambda^2 f^2} \left| TF_{\left(\frac{u}{\lambda f}, \frac{v}{\lambda f}\right)} [U_1(x, y) * t_{DOE}(x, y) * P(x, y)] \right|^2 \quad (5-9)$$

où :

- $t_{DOE}(x, y)$ est la phase introduite par le composant optique diffractif,
- $P(x, y)$ la fonction pupille définie par :

$$P(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{à l'intérieur de la lentille} \\ 0 & \text{à l'extérieur de la lentille} \end{cases} \quad (5-10)$$

Ces résultats sont directement issus des calculs de l'optique de Fourier [110] qui démontrent que calculer la distribution du champ dans le plan focal d'une lentille revient à effectuer la transformée de Fourier du champ incident à un terme de phase près. Les fréquences spatiales sont définies par $f_x = \frac{x}{\lambda f}$ et $f_y = \frac{y}{\lambda f}$. Ainsi les deux plans P1 et P2 correspondent au champ proche et au champ lointain.

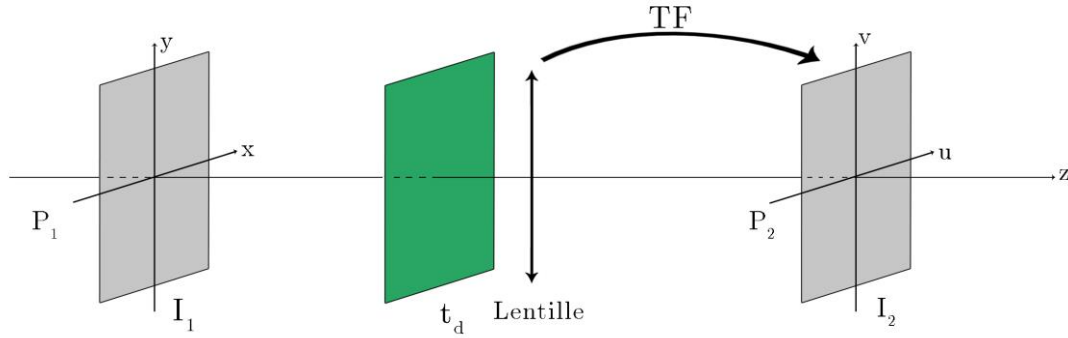


Figure 5-3 : Principe du calcul de l'intensité du champ dans le plan focal d'une lentille

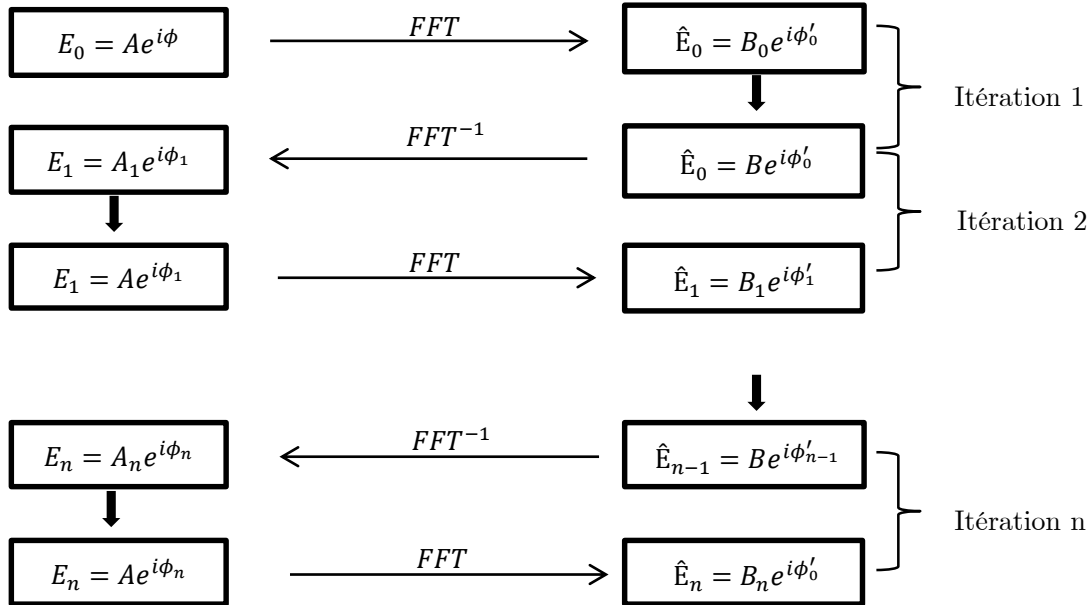
Afin de déterminer la distribution de phase $\phi(x, y)$ qui permet de passer d'une intensité I_1 connue à une intensité I_2 désirée, il existe différents types d'algorithme tels que l'*Iterative Fourier Transform Algorithm* (IFTA) [111], le *Simulated Annealing* (SA) [112, 113] ou encore les algorithmes génétiques (GA) [114]. Nous avons utilisé la méthode la plus connue et une des plus simples à implémenter : l'algorithme de Gershberg & Saxton (GS) [115] c'est-à-dire basée sur l'IFTA. L'objectif de cette thèse étant de démontrer une nouvelle technique de fabrication basée sur la fabrication d'éléments plans parallèles par modification d'indice de réfraction et non le design d'éléments optiques diffractifs à proprement dit. Nous avons opté pour la technique de design *a priori* la plus simple à implémenter afin de pouvoir rapidement obtenir les designs des structures à fabriquer.

5.2.2 Algorithme de design d'EODs

5.2.2.1 Principe

L'algorithme utilisé porte historiquement le nom de ses inventeurs : Gershberg & Saxton. Cet algorithme dont le principe a été introduit dans le début des années 70, est schématisé sur la Figure 5-4. La condition initiale est un champ électrique $E_0 = A e^{i\phi_0}$ d'amplitude connue A (dans notre étude, ce sera un faisceau gaussien numériquement normalisé à 1), et une phase initiale ϕ_0 définie arbitrairement. La transformée de Fourier de ce champ permet de passer dans le plan des fréquences spatiales et le champ calculé s'écrit $\hat{E}_0 = B_0 e^{i\phi'_0}$. L'amplitude B_0 est ensuite remplacée par B , l'amplitude du champ désiré. Puis par transformée de Fourier inverse, on obtient alors $E_1 = A_1 e^{i\phi_1}$. L'amplitude A_1 est finalement remplacée par A l'amplitude du champ en entrée. L'ensemble de ces opérations est itéré N fois, jusqu'à convergence de l'algorithme vers le résultat désiré. Il est important de noter que:

- dans le plan initial P1, l'amplitude A du faisceau est multipliée par l'élément de phase ϕ_n
- dans le plan de Fourier P2, par transformée de Fourier, l'amplitude B_n obtenue tend vers l'amplitude B désirée. La phase importe peu, seul le profil d'intensité a de l'intérêt ici.



5.2.2.2 Paramètres de modélisation numérique

La complexité du fonctionnement de cet algorithme vient de la transformée de Fourier numérique et du principe d'incertitude. Ils obligent à concilier la fréquence d'échantillonnage en champ proche (Plan P1) et la fréquence spatiale du plan de Fourier (Plan P2). Ainsi on ne peut pas à la fois bien définir le motif diffractif et l'intensité de sortie. Les deux plans reliés par une transformation de Fourier sont définis par deux matrices $N \times M$. Si on note X la taille réelle du plan P1 selon une direction, les échantillonnages des plans sont nécessairement définis par:

$$\Delta X = \frac{X}{N}$$

$$\Delta f = \frac{1}{X}$$
(5-11)

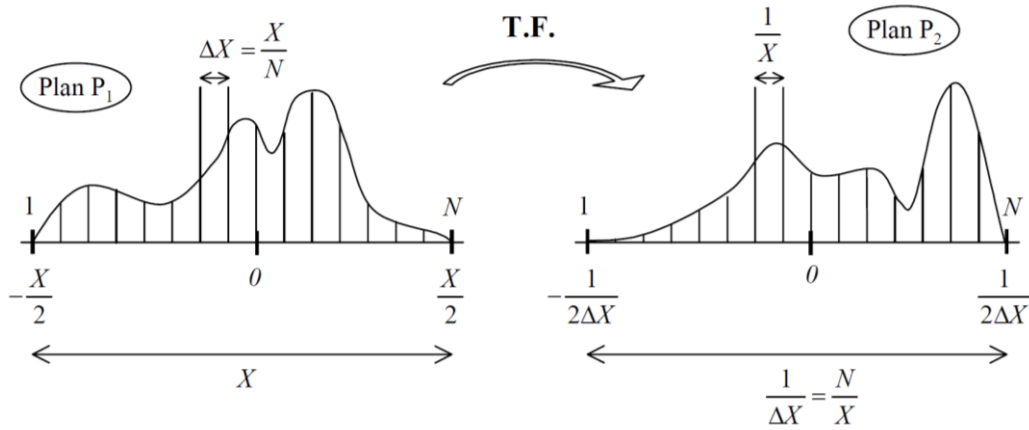


Figure 5-5 : Schéma des relations entre les résolutions en champ proche et en champ lointain. Résultat issu du principe d'incertitude [140]

Dans le cas de notre étude, sauf précision contraire, les motifs diffractifs générés seront définis par une matrice de 1024 x 768 pixels sur une distance de 14 mm selon X et 10 mm selon Y. Ces paramètres sont directement corrélés par le système d'exposition utilisant une matrice de micro-miroirs présentant ces spécifications et présenté dans la partie 5.3.

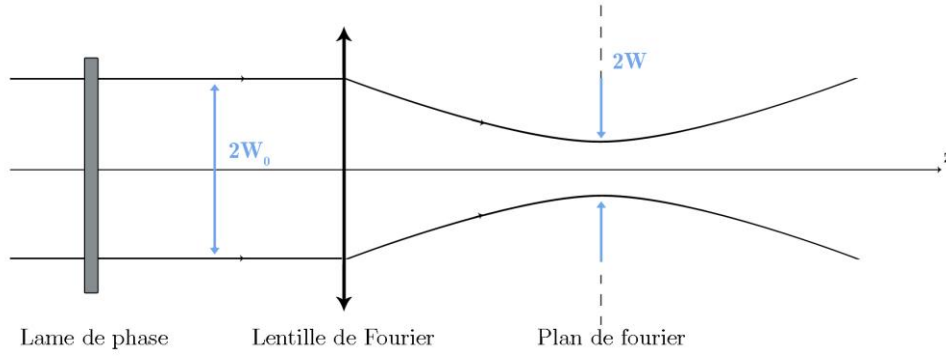


Figure 5-6 : Schéma de la configuration numérique et expérimentale introduisant les paramètres des faisceaux en champ proche (plan P1) et en champ lointain (plan P2)

Une autre des limitations concerne la taille finale w du faisceau désiré dans le plan de Fourier. Elle est contrainte d'une part par des raisons physiques, d'autre part des raisons numériques. Expérimentalement et numériquement, nous nous placerons toujours dans la configuration de la Figure 5-6. Ainsi w_0 , la demi-largeur du faisceau gaussien incident et w_f , la demi-largeur du faisceau dans le plan focal f d'une lentille, sont reliés par la formule de propagation des faisceaux gaussiens. Elle s'écrit :

$$w_0^2 = w_f^2 \left[1 + \left(\frac{\lambda f}{\pi w_f^2} \right)^2 \right] \quad (5-12)$$

Dans les conditions expérimentales, la distance focale f fait plusieurs centimètres. Le « 1 » est donc négligé. Ainsi on a :

$$w_f = \frac{\lambda f}{\pi w_0} \quad (5-13)$$

La taille du faisceau diffracté w ne pourra donc pas descendre en-dessous de w_f , la tache limite de diffraction. L'autre limitation est d'ordre numérique, puisque la taille du faisceau ne peut pas dépasser la taille de la matrice. En considérant les fréquences spatiales, w_{\max} s'exprime :

$$w_{\max} = \frac{\lambda N f}{2X} \quad (5-14)$$

où N désigne le nombre de pixels et X la taille de la fenêtre de calcul.

5.2.2.3 Initialisation de l'algorithme

Pour obtenir la convergence de l'algorithme, le choix de la carte de phase initiale peut s'avérer déterminant lors des premières itérations. A priori l'initialisation peut se faire de différentes façons ; il est possible de considérer une phase plate constante, de générer une phase aléatoire ou même mieux, de choisir une phase proche du résultat. L'algorithme convergera d'autant

plus rapidement s'il part d'une solution initiale proche de la solution finale. Dans le cas où l'élément doit permettre de transformer un faisceau gaussien en un faisceau top-hat, la carte de phases initiale est choisie avec une composante convergente ou divergente afin de modifier la taille du faisceau Gaussien dans le plan focal de la lentille. Par ailleurs le faisceau initial ayant une symétrie de révolution, il en sera de même pour le composant. L'amplitude A du faisceau gaussien est donc multipliée par une phase initiale de la forme :

$$\phi(r) = \exp(-i\pi r^2/\lambda f) \quad (5-15)$$

avec r la distance par rapport au centre, et f la distance focal d'une pseudo-lentille ($f > 0$ lentille convergente, $f < 0$ lentille divergente). On génère ainsi une carte des phases semblable à celle d'une lentille de Fresnel.

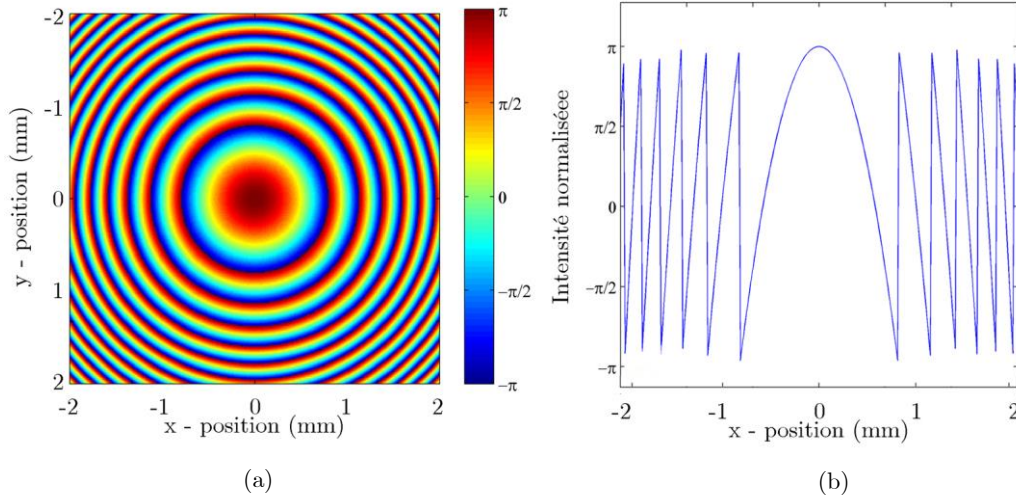


Figure 5-7 : Carte des phases initiales pour débuter l'algorithme de GS : (a) image de la carte des phases, (b) profil central de la carte des phases.

5.2.2.4 Convergence

La convergence de l'algorithme est calculée par un critère d'erreur caractérisant la différence entre l'intensité de référence désirée $I_{ref} \propto |B|^2$ et celle obtenue par la convergence de l'algorithme $I \propto |B_n|^2$. Le critère d'erreur utilisé est basé sur une définition standard de l'erreur aux moindres carrées, il s'écrit :

$$\%MSE = 100 \times \frac{\sum_i^N \sum_j^M \left(I(i,j) - I_{ref}(i,j) \right)^2}{\sum_i^N \sum_j^M I_{ref}(i,j)^2} \quad (5-16)$$

La double somme est effectuée pour les indices i et j représentant les coordonnées des pixels de la matrice rectangulaire $N \times M$ qui décrivent les profils d'intensité. Tel qu'il est défini, ce

critère d'erreur a pour principal avantage d'être sans dimension. Il est égal à 0 si I_{ref} et I sont égaux et égal à 1 si I est nul. Ainsi plus ce facteur tend vers zéro plus on est proche de la distribution d'intensité que l'on cherche à obtenir par l'élément optiques diffractif

5.2.3 Validation de l'algorithme et résultat numérique

5.2.3.1 Motifs diffractifs non binaire

Afin de vérifier le fonctionnement de l'algorithme implémenté sous Matlab, nous avons recalculé le design d'un élément optique diffractif en utilisant des paramètres publiés [116]. Ce composant est conçu pour transformer un faisceau gaussien en un faisceau super-gaussien. L'amplitude du profil d'entrée normalisé en son origine s'exprime, avec les notations de la Figure 5-4, par :

$$A(x, y) = \exp\left(-\frac{(x^2 + y^2)}{w_0^2}\right) \quad (5-17)$$

où w_0 la taille du rayon du faisceau gaussien pour lequel l'intensité est égale à $1/e^2$ fois l'amplitude maximale. Sa valeur est fixée à 2 mm. La fenêtre de calcul est un carré de 10 mm de côté échantillonné sur une grille de 1024×1024 points. Le profil d'intensité en champ lointain est un super-gaussien de section carrée $w = 250 \mu\text{m}$ élevé à la puissance n . Il est défini par :

$$I_{output}(x, y) = \exp\left(-\frac{x^{2n} + y^{2n}}{w^{2n}}\right) \quad (5-18)$$

d'où

$$B = \sqrt{I_{output}(x, y)}$$

Dans cette étude n est fixé à 200, la longueur d'onde de la source est $\lambda = 532 \text{ nm}$ et la focale de la lentille utilisée $f = 75,3 \text{ mm}$. L'algorithme converge après environ 500 itérations vers la solution décrite par les Figure 5-8 et Figure 5-9. L'erreur commise par rapport au profil d'intensité désiré et défini par l'équation (5-16), est de l'ordre de 3%. Ces erreurs se concentrent principalement au niveau du plateau d'intensité par la présence d'oscillations en partie générées par la raideur des flancs du profil d'intensité demandé.

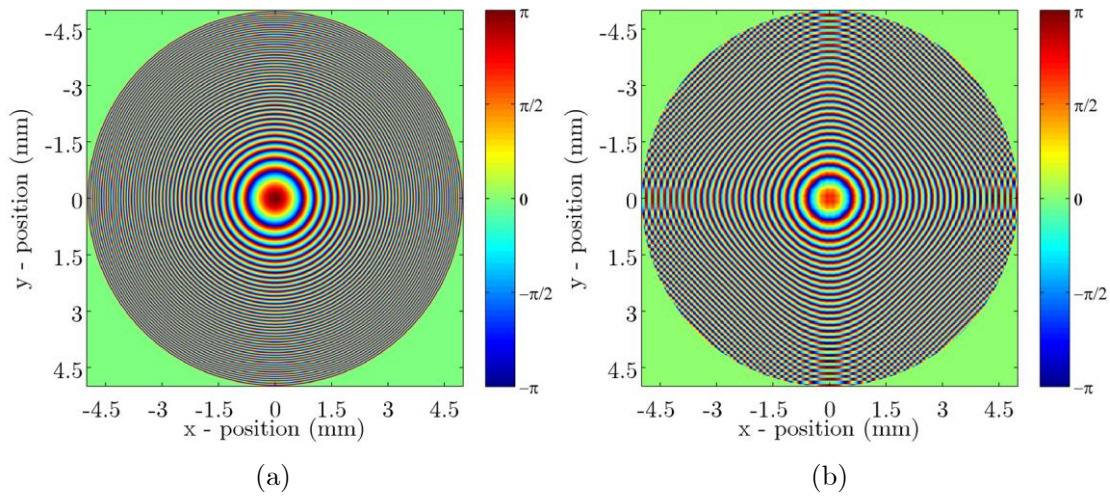


Figure 5-8 : Carte des phases générée par l'algorithme de G.S. pour la transformation d'un faisceau gaussien en une super-gaussienne : (a) la carte des phases initiale et (b) la carte des phases pour la mise en forme du faisceau.

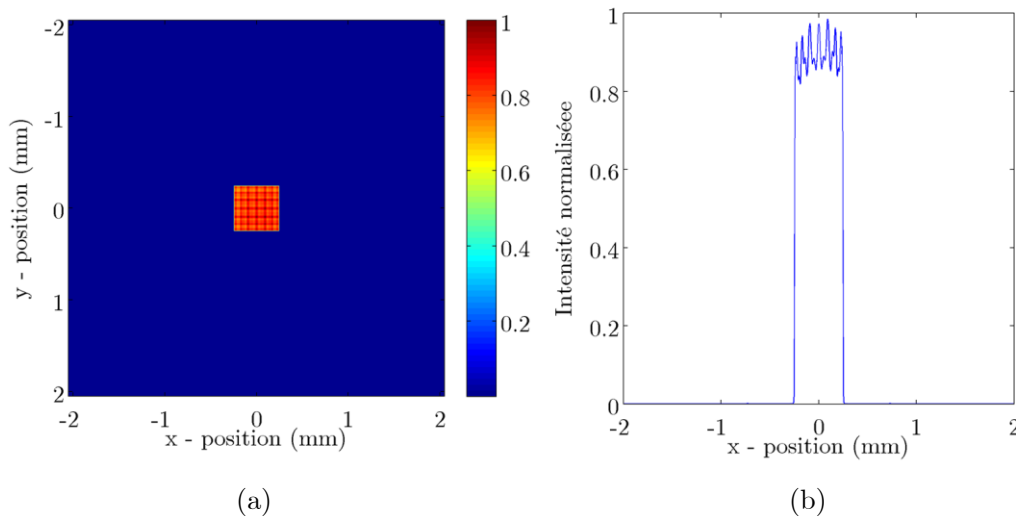


Figure 5-9 : Simulation de la distribution d'intensité dans le plan focale d'une lentille après mise en forme de faisceau avec l'élément décrit par la carte des phases de la Figure 5-8: (a) profil d'intensité 2D et (b) profil d'intensité 1D en $y=0$

Bien que les performances obtenues soient légèrement moins bonnes que celles présentées dans la référence, ces résultats sont néanmoins satisfaisants et confirment que l'algorithme est fonctionnel et permet donc de générer des cartes de phases pour la fabrication d'éléments optiques diffractifs.

5.2.3.2 Motifs diffractifs binaires

L'algorithme de G.S. présente des performances moindres pour générer des motifs binaires puisque celui-ci ne prend pas compte de cette contrainte, *i.e.* une phase valant soit zéro soit

π . Dans tous les cas, la phase du motif est échantillonnée entre $-\pi$ et π et n'est pas contrainte. Pour s'en affranchir les motifs sont binarisés après calcul de la structure, en appliquant à la phase la transformation suivante :

$$\phi_{\text{binaire}}(x,y) = \begin{cases} 0 & \text{si } |\phi(x,y)| < \pi \\ \pi & \text{si } |\phi(x,y)| \geq \pi \end{cases} \quad (5-19)$$

Le profil d'intensité en champ lointain est ensuite recalculé avec cette carte des phases binaire afin de vérifier que la répartition d'intensité obtenue est bien conforme à celle requise. La Figure 5-10 donne un exemple de motif diffractif binaire calculé permettant la transformation d'un profil d'intensité gaussien d'une largeur de 1 mm à 980 nm en un faisceau de type top-hat carré de 700 μm de côté. Les résultats correspondant à une réalisation expérimentale de ce motif seront présentés à la section 4.4.2.3.

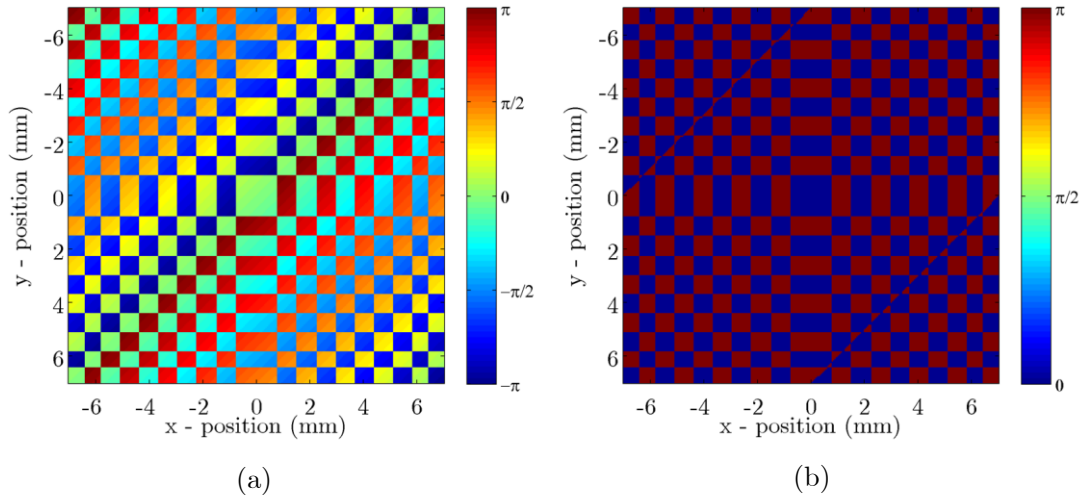


Figure 5-10 : Illustration de la méthode de binarisation des motifs diffractifs avec la transformation de l'équation (5-19) : (a) carte des phases initiale et (b) carte des phases binarisée

5.2.4 Conclusion

Nous avons introduit au cours de cette partie l'essentiel des outils nécessaires à la conception et le design de composants optiques diffractifs ; notamment le fonctionnement de l'algorithme de Gershberg & Saxton et l'ensemble des paramètres de l'algorithme dans la configuration expérimentale. Des algorithmes plus performants existent, cependant, compte tenu des objectifs de cette thèse, nous nous sommes restreints à ce seul modèle. Nous allons maintenant nous intéresser dans la partie suivante au banc d'exposition développé pour la fabrication des EODs.

5.3 Etude et développement d'un banc optique d'exposition spatialement structurée

5.3.1 Introduction

Similairement aux techniques utilisées en photolithographie par masquage [117, 118] où l'on vient inscrire un motif dans une résine photosensible, nous avons voulu concevoir un dispositif expérimental qui permet d'exposer intégralement un motif dans une couche mince optique photosensible. Cependant, pour avoir un système avec plus de degrés de liberté, nous n'avons pas utilisé de masque en transmission pour le contrôle de la distribution spatiale d'intensité à inscrire mais une matrice de micro-miroirs (Digital Micromirror Device, DMD). Cet élément optique couramment utilisé dans les rétroprojecteurs [119] permet de moduler spatialement la lumière et de générer facilement un motif binaire. Les matrices de micro-miroirs ont été introduites par le passé dans divers montages optiques pour des applications scientifiques, *e.g.* en imagerie confocale [120], pour l'enregistrement d'hologrammes [121], en spectrophotométrie [122] ou pour la réalisation d'EODs [123]. On se propose, dans cette étude, de les utiliser pour photo-inscrire dans une couche photosensible d'AMTIR-1 un élément optique diffractif. Après avoir présenté brièvement la matrice de micro-miroirs. Nous décrirons globalement le fonctionnement du montage expérimental ainsi que ses caractéristiques techniques.

5.3.2 Modulateur spatial de lumière

Le modulateur spatial de lumière que nous avons utilisé dans le montage optique est une matrice de micro-miroirs de type 0.7 XGA DDR pilotée par le DMD Discovery™ 1100 Controller Board et produite par Texas Instrument. Elle est composée de 1024×768 miroirs carrés en aluminium de $13,68 \mu\text{m}$ de côté. Soit une taille physique totale de $14 \text{ mm} \times 10,5 \text{ mm}$. En fonctionnement, les miroirs sont pilotés indépendamment par un champ électrostatique et peuvent basculer dans leur diagonale en position « on » à $+12^\circ$ et en position « off » à -12° [124]. Ce basculement dans la diagonale, nous a obligé à la positionner avec un angle de 45° par rapport à l'horizontal afin de garder une propagation horizontale des faisceaux réfléchis

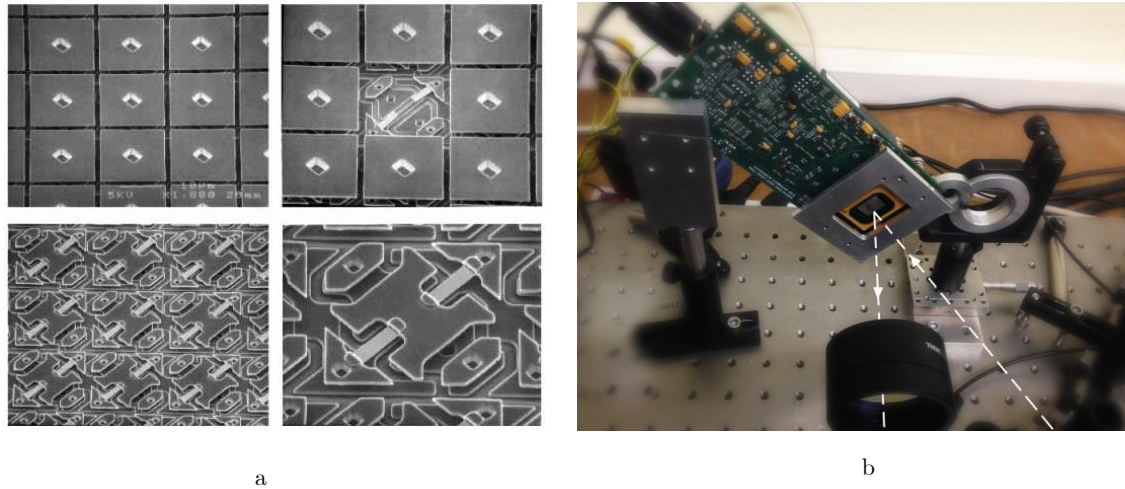


Figure 5-11: Image de la matrice de micro-miroirs : (a) zoom local sur 9 micro-miroirs [141] et (b) DMD-1100 placé dans le banc d'exposition avec une inclinaison à 45°

Un autre élément caractéristique du DMD est sa fenêtre de protection qui encapsule les micro-miroirs dans un gaz neutre. Cette fenêtre peut être traitée antireflet. Celle utilisée était traitée dans le visible, *i.e.* dans la bande 400-700 nm.

5.3.3 Description du montage optique

La matrice de micro-miroirs est éclairée avec un angle de 12° par la diode laser d'exposition fibrée, collimatée et centrée à 808 nm. Le diamètre du spot circulaire généré par le collimateur est de 10 mm, il définit la zone utile de la matrice de micro-miroirs. Le motif diffractif à enregistrer est chargé sous forme d'image bitmap en noir et blanc et permet de sélectionner le basculement des miroirs à $\pm 12^\circ$. Si le miroir est basculé à $+12^\circ$, la lumière est réfléchie dans un système d'imagerie 4-f composé de deux doublets achromatiques traités antireflet dans l'infrarouge et de focale égale à 100 mm. Il image la lumière spatialement modulée sur l'échantillon à exposer avec un grandissement de 1 (Trajet rosâtre sur la Figure 5-12). Le flux lumineux non absorbé par l'échantillon est capté par un absorbeur pour éviter toute réflexion parasite. Un trou de filtrage placé à l'intersection des plans focaux des lentilles permet de filtrer spatialement la lumière et de sélectionner l'ordre zéro du motif de diffraction généré par la matrice de micro-miroirs. En effet, de par la taille des miroirs de $13,68 \mu\text{m}$, elle se comporte comme un réseau de diffraction [125]. Dans le cas où les miroirs sont basculés à 12° , la lumière n'est pas réfléchie vers le montage 4-f mais vers un absorbeur de lumière.

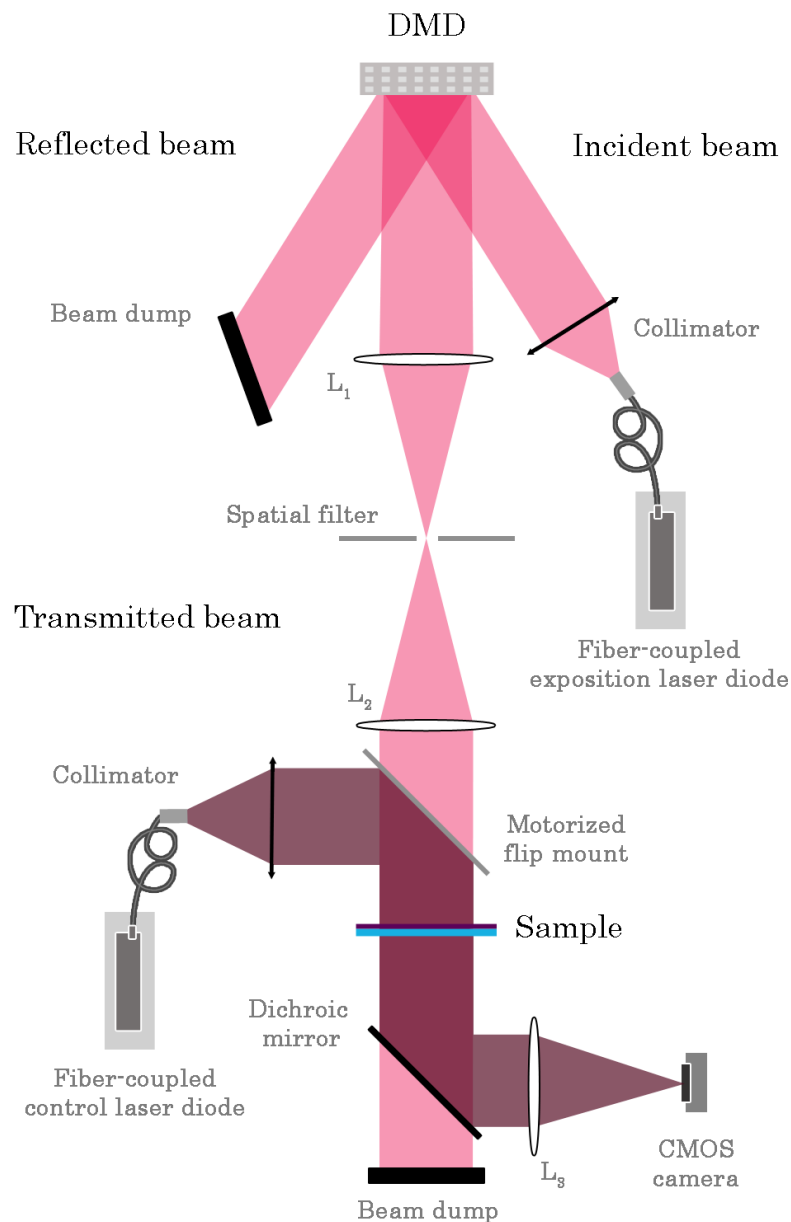


Figure 5-12 : schéma descriptif du banc pour l'exposition spatialement structurée de couches minces optiques photosensibles à base de verres de chalcogénures.

La seconde partie du montage (trajet violet de la Figure 5-12) est composée d'une diode laser de contrôle, d'une séparatrice, d'un filtre dichroïque, d'une lentille et d'une caméra CMOS. Elle sert à surveiller l'évolution du motif inscrit en cours de fabrication. La diode laser génère un faisceau de profil d'intensité TM_{00} centrée à 980 nm qui est réfléchi vers le composant diffractif par un miroir fixé sur une monture motorisée. L'EOD est alors conçu et fabriqué pour la longueur d'onde de centrage de la diode. Le filtre dichroïque placé après l'EOD est un filtre passe-bas avec pour longueur d'onde de coupure : 900 nm, il est utilisé pour séparer la source d'exposition et celle de contrôle. Ainsi dans le plan focal de la lentille où se situe la caméra CMOS, la transformation du profil d'intensité TM_{00} par l'EOD est imagée en champ

lointain. Lors de l'exposition, il est ainsi possible de suivre l'évolution du changement d'intensité induit par l'EOD en cours de fabrication. Elle peut donc être arrêtée lorsque le profil d'intensité désiré est enregistré sur la caméra CMOS. Il est important de noter que cette capacité à mesurer en direct et *in-situ* l'évolution du profil d'intensité généré par l'EOD en cours de fabrication est un des points forts de l'approche proposée. Dans le cas d'éléments binaires, il ne devient plus nécessaires de réaliser d'étapes de calibrations précises puisque l'exposition est arrêtée dès que la profil expérimental est identique au profil théorique.

5.3.4 Caractéristiques et performances du banc optique

5.3.4.1 Spécifications de la diode laser d'exposition

La diode d'exposition centrée à 808 nm peut fournir une puissance nominale maximale de 32 W. Cette puissance ne peut cependant pas être utilisée dans son intégralité. L'élément optique qui limite l'utilisation de la totalité du flux lumineux est la matrice de micro-miroirs. D'après les données de sa fiche technique, la densité de puissance maximale que peut supporter la matrice entre 400-700 nm vaut 25 W/cm². Les miroirs sont conçus en aluminium et leur réflectivité est de 92% dans le visible et chute à 88% aux alentours de 830 nm. Dans le visible ils absorbent donc 2 W/cm² ; on supposera que c'est la densité de puissance maximale absorbée que peuvent supporter les miroirs. Par précaution afin de ne pas endommager la matrice de micro-miroirs, nous avons donc choisi les conditions les plus défavorables. Ainsi à 808 nm, la densité de puissance maximale ne doit pas dépasser 2/0,12% ~ 17W/cm². A la sortie du collimateur, le diamètre de la source est de 10 mm, ce qui signifie que la puissance de la source ne doit pas excéder ~13,5 W. C'est cette puissance que nous avons utilisée pour l'exposition des motifs diffractifs.

5.3.4.2 Imagerie des motifs générés par la matrice de micro-miroirs

Pour calibrer les motifs et connaître les performances d'imagerie de la matrice de micro-miroirs, nous avons généré des damiers de différents pas : 2×2 pixels, 4×4 pixels et 8×8 pixels sur la matrice de micro-miroirs. Un pixel est en réalité un micro-miroir de 13,68 μm de côté. Une caméra CMOS de 1280x1024 pixels carrés de 5 μm de côté est placée dans le plan focal du montage 4-f à la place de l'échantillon sur la Figure 5-12 pour faire l'acquisition d'images de ces damiers (Figure 5-13). Chacune des images est acquise avec le même temps d'intégration et est codée sur 256 niveaux de gris.

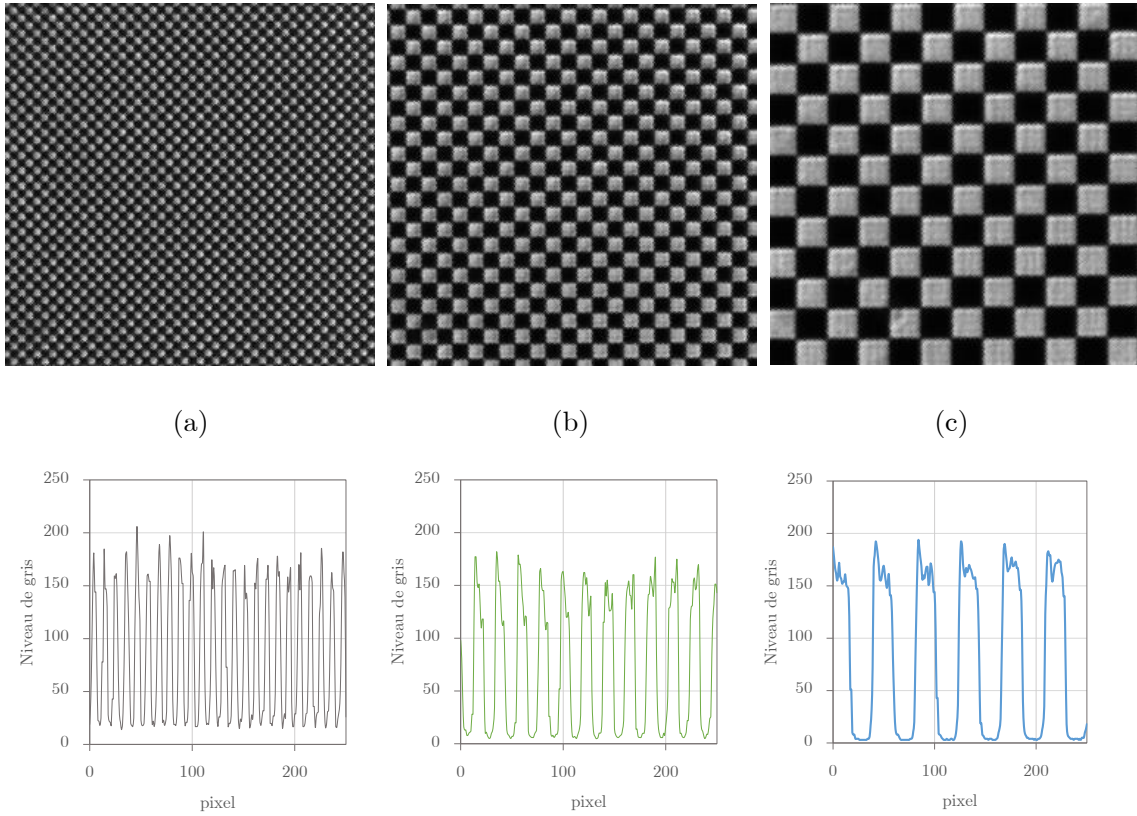


Figure 5-13 : Image et profil d'intensité des différents damiers générés par la matrice de micro-miroirs dans le plan focal du montage 4-f : (a) damier 2×2 pixels, (b) damier 4×4 pixels, et (c) damier 8×8 pixels

Si l'on définit le contraste comme

$$C = \frac{V_{pmax} - V_{pmin}}{V_{pmax} + V_{pmin}} \quad (5-20)$$

Où V_{pmax} et V_{pmin} sont réciproquement la valeur moyenne des pixels allumés (*i.e.* niveau de gris proche du blanc) et la valeur moyenne des pixels éteints (*i.e.* niveau de gris proche du noir) de l'image. Par calcul du contraste, on déduit des images précédentes que les motifs sont bien définis pour les damiers 4×4 et 8×8 pixels puisque la valeur de leur contraste est de 0,82 et de 0,91. Le contraste du damier 2×2 chute lui à 0,65. Il est donc encore plus bas pour un damier de 1×1 , c'est pour cela que nous ne l'avons pas représenté. Ainsi, il sera difficile de générer des motifs en dessous de 2×2 pixels puisqu'un contraste de 0,65 signifie qu'on expose à 35% une zone que l'on ne souhaiterait pas exposer, cela fait donc perdre en dynamique de variation de phase pour les EODs. Ainsi, dans la conception des futurs motifs diffractifs nous imposerons un pas $\sim 56 \mu\text{m}$, soit environ quatre fois la taille d'un miroir.

Le motif en damier 8×8 a été exposé sur un échantillon de $\sim 500 \text{ nm}$ d'épaisseur afin de produire un profil de phase avec la même distribution que celle de la Figure 5-13 et de réaliser une caractérisation dans la gamme spectrale du visible. Une image a ensuite été réalisée sur un banc optique (SPHERE) développé au sein de l'équipe [126]. Ce banc de mesure a été

spécifiquement développé pour la caractérisation de filtres optiques interférentiels pixélisés [127], c'est-à-dire constitués de pixels de filtres carrés de côté de l'ordre de quelques dizaines de microns. Il permet de réaliser des cartographies de la réponse spectrale en transmission de filtres avec une résolution spectrale de 0,5 nm et une résolution spatiale de 2 μm . Ce banc a été utilisé afin de réaliser une image du motif inscrit dans une couche photosensible d'AMTIR-1 à la longueur d'onde de 700 nm (Figure 5-14). L'effet principal observé n'est pas dans ce cas une variation de la transmission due à une variation de l'indice de réfraction mais à une variation d'absorption elle aussi liée à mécanismes de photosensibilité. En effet, lors de l'exposition d'une couche d'AMTIR-1, il se produit une augmentation du gap qui se traduit par une diminution du coefficient d'extinction, notamment à 700 nm (cf. partie 4.2.2.2). C'est ce que l'on observe ici, les carrés blancs étant les zones exposées. Par ailleurs, on remarque que le grandissement est bien de 1 ou très proche puisque la taille de chaque carré est de l'ordre de 100 μm de côté ce qui correspond bien à la taille de 8 micro-miroirs de 13.68 μm de côté, *i.e.* 109,4 μm .

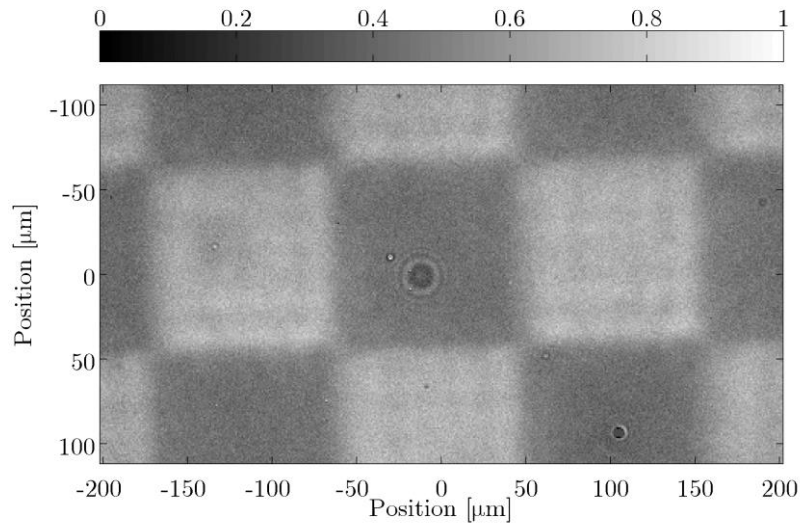


Figure 5-14 : Image du motif en damier 8×8 exposé sur une monocouche d'AMTIR-1 de ~500 nm réalisée à $\lambda = 700 \text{ nm}$ sur le banc SPHERE

5.4 Fabrication d'EODs binaires

Les composants diffractifs binaires que nous avons réalisés ont donc été fabriqués à l'aide d'une monocouche d'AMTIR-1 de 13 μm d'épaisseur déposée sur des substrats de diamètre 25 mm, et entourée de deux antireflets. La longueur d'onde pour laquelle ces composants ont été conçus puis fabriqués est 980 nm, c'est-à-dire identique à la longueur du laser de contrôle. Ce choix est justifié par, d'une part le fait que cette longueur d'onde est proche de 1 μm et que l'AMTIR-1 y est transparent et d'autre part, plus la longueur d'onde de design du composant est petite et moins la variation d'épaisseur optique nécessaire pour obtenir une

phase de π est importante. Dans cette partie, nous allons décrire l'ensemble des étapes nécessaires à la réalisation d'EODs binaires, de la réalisation du dépôt à la caractérisation en passant par l'exposition des motifs.

5.4.1 Fabrication et caractérisation de la structure multicouche

5.4.1.1 Dépôt d'une structure multicouche d'épaisseur supérieure à $10\ \mu\text{m}$ par EBPVD

Une des difficultés majeures associées à la réalisation d'EODs binaires est le dépôt d'une couche d'AMTIR-1 de $\sim 13\ \mu\text{m}$ d'épaisseur par EBPVD. En effet, nous avons jusqu'à présent déposé des couches ne dépassant pas le micromètre. Or, le dépôt de couches plus épaisses pose plusieurs problèmes incluant notamment des problèmes d'adhésion ou des problèmes d'homogénéité des couches. Une autre difficulté, cette fois-ci technologique, est la durée de vie du quartz qui est utilisé pour réguler la vitesse de dépôt et qui ne présente qu'un seul capteur (les bâtis plus modernes présentent un ensemble de plusieurs quartz qui peuvent être changés sans casser le vide). Au-delà de $\sim 4\text{-}5\ \mu\text{m}$ déposés, une quantité appelée « la vie du quartz », dépasse les 15%. Or, une réponse linéaire du quartz est estimée entre 0 et 10% de vie et au-delà de 15%, la réponse devient chaotique si bien que la régulation de la puissance des canons électrons ne devient plus possible. La Figure 5-15 donne un exemple l'effet de l'augmentation de la quantité « durée de vie » sur la régulation des vitesses de dépôt. Pendant environ une heure, on observe une bonne régulation de la vitesse de dépôt qui oscille autour de $10\ \text{Å/s}$, la vitesse de consigne les oscillations étant de l'ordre de $\pm 1\ \text{Å/s}$ en moyenne. Les quelques pics observés sont associés à la présence de quelques arcs électriques de la source haute tension qui perturbent très temporairement la régulation. De plus, on peut observer une lente augmentation de la consigne de puissance qui est liée à une augmentation de la pression résiduelle de la chambre au cours du dépôt. Au-delà d'une heure de dépôt, soit après le dépôt de $3,6\ \mu\text{m}$ d'AMTIR-1, le quartz et son contrôleur atteignent leur limite. La mesure de la vitesse de dépôt indiquée devient non seulement fausse mais cette mauvaise indication impacte le contrôleur qui sur-réagit à cette variation ; ce phénomène induit de fortes variations de puissance (courbe grise) au niveau du canon à électrons ce qui se traduit par une vitesse très instable (courbe bleue). Nous avons donc été contraints à interrompre le dépôt, rouvrir le bâti, recharger en AMTIR-1, changer le quartz et redéposer en deux étapes successives la quantité de matière nécessaire à l'obtention d'une couche d'épaisseur supérieure ou égale à $13\ \mu\text{m}$. Il est à noter que le dépôt du premier anti reflet AR1, directement sur le substrat, a été fait intégralement au quartz, avant le dépôt de la couches d'AMTIR-1. Le second antireflet a été fait au temps puis au contrôle optique, afin de maximiser son effet. En effet l'épaisseur de la dernière couche de SiO_2 est choisie pour permettre d'obtenir un

maximum de transmission à 980 nm, longueur d'onde de réalisation des composants. Le contrôle optique à cette longueur d'onde permet donc de garantir cette propriété.

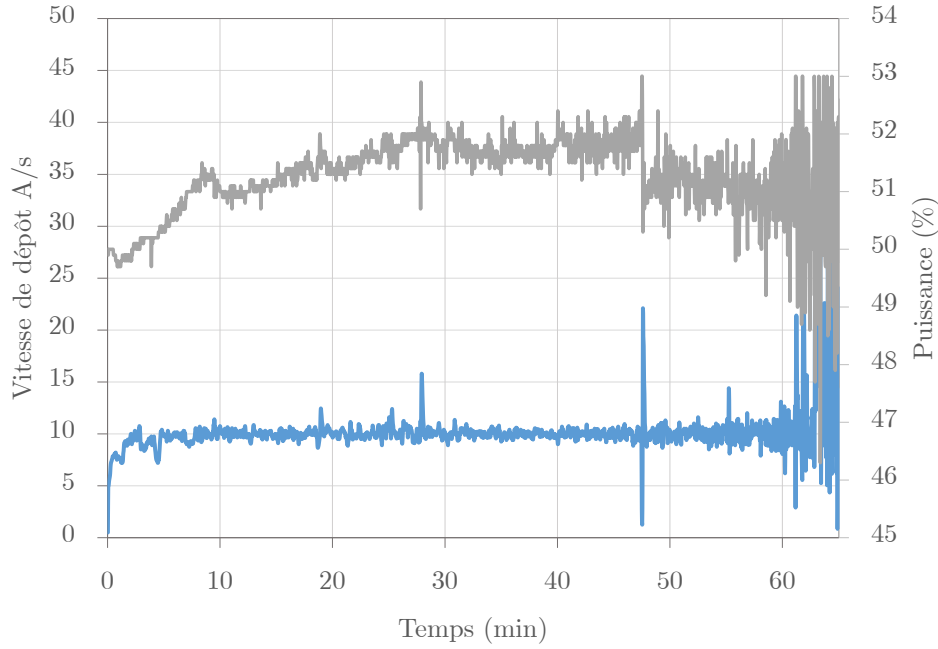


Figure 5-15 : Données mesurées pendant le dépôt d'une couche d'AMTIR-1 d'épaisseur supérieure à 10 μm : en bleu – la courbe de vitesse de dépôt et en gris – la régulation de la puissance du canon à électrons

Par ailleurs, en parallèle du contrôle au quartz, l'indication fournie par le contrôle optique a également été utilisée au cours du dépôt de la monocouche d'AMTIR-1. A chaque couche demi-onde $\lambda/2$, la valeur de la transmission passe par un maximum. De ce fait, en connaissant la valeur de l'indice de l'ordre de $\sim 2,7$ à 980 nm, nous avons été en mesure de suivre précisément l'épaisseur réellement déposée, et ce même si l'indication donnée par le quartz devenait erronée avec le temps. Une couche de 13 μm d'épaisseur d'AMTIR-1 correspond à $k = 72$ couches demi-onde (Equation (5-21)).

$$k = \frac{ne}{\frac{\lambda}{2}} \quad (5-21)$$

Nous avons donc utilisé cette indication pour arrêter le dépôt après passage du 72^{ème} maximum, correspondant à une épaisseur totale déposée de l'ordre de 13 μm .

5.4.1.2 Caractérisation spectrophotométrique de la structure de la multicouche

L'ensemble du composant multicouche AR1/AMTIR-1/AR2 a été caractérisé à l'aide du spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda 1050 (Figure 5-16). Nous avons caractérisé la transmission (courbe bleue), la réflexion (courbe verte) et leur somme (courbe grise). On

observe que $R+T$ est différent de 1 dans la gamme entre 1 μm à 2 μm . Ces pertes (associées soit à de l'absorption soit de la diffusion) ont une amplitude de l'ordre de 2% sur toute la gamme spectrale.

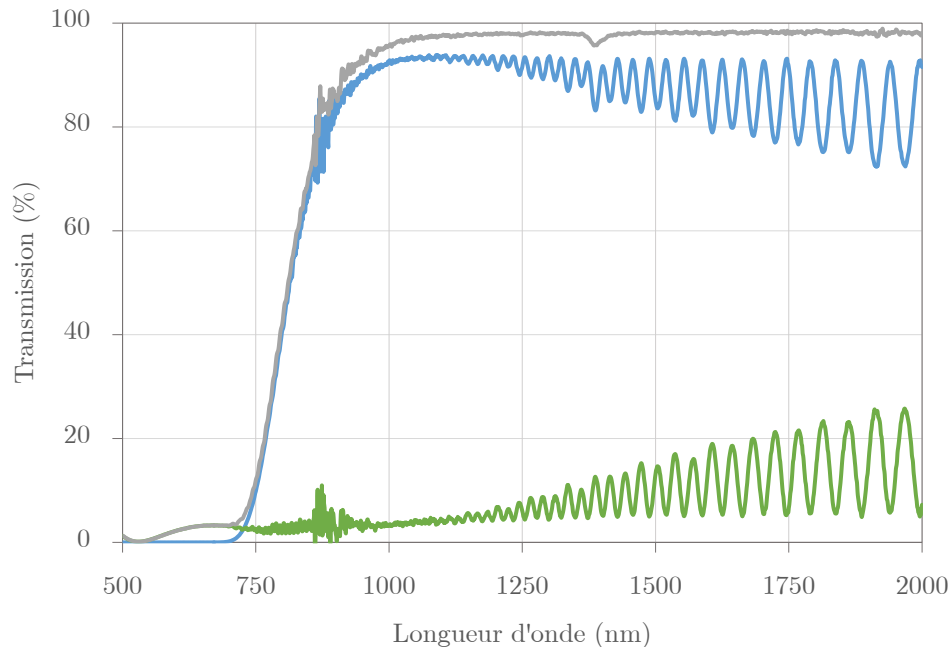


Figure 5-16 : Dépendance spectrale de la transmission (courbe bleue) et de la réflexion (courbe verte) du multicouche déposé et mesuré au spectrophotomètre Lambda 1050 avec le module 8RT : en gris – la somme des 2 courbes égale à $1-A$, avec A l'absorption

Les antireflets sont bien centrés dans la bande de 750-1000 nm et les oscillations des interférences y sont amorties. L'absorption de l'échantillon est de l'ordre de 3.5% à 980 nm, la longueur d'onde de fabrication des futurs EODs. Ces pertes viennent s'ajouter aux 2% précédents soit en tout 5.5% de pertes à 980 nm. La transmission à 808 nm est de l'ordre de 50%. Cette valeur est inférieure à celle prédite dans le Chapitre 4 égale à 75%. Le gradient d'indice sera donc deux fois plus élevé. Cette différence peut être due à une variation des propriétés du matériau quand il est déposé en couches minces ou épaisses. Cependant, la diminution du coefficient d'extinction au cours de l'exposition devrait permettre de compenser cette différence et diminuer le gradient d'indice photo-induit. On peut également observer que les minima du spectre en transmission présentent une enveloppe de type sinusoïdale non prévue par la théorie. Celle-ci peut s'expliquer soit par la présence d'inhomogénéités dans la couche, soit par un comportement de type bicouche causée par la création d'une interface l'ouverture du bâti au cours du dépôt de la couche d'AMTIR-1. L'amplitude de cette surmodulation étant très faible, on peut montrer que les fluctuations d'indice liées aux inhomogénéités ou à une interface sont très faibles et donc négligeables au premier ordre. Les multicouches fabriquées répondent au cahier des charges nécessaire pour la réalisation de prototypes d'EODs de volume.

5.4.2 Démonstration expérimentale d'EODs de volume

Nous présentons dans cette partie les résultats que nous avons obtenus par exposition de différents motifs diffractifs dans la monocouche d'AMTIR-1 de 13 μm . Le protocole expérimental pour la fabrication et la caractérisation des performances des EODs se décompose en 3 étapes

1. Génération du design avec l'algorithme de Gershberg & Saxton
2. Exposition du motif sur une couche d'AMTIR-1 épaisse avec suivi *in-situ* de l'évolution du profil d'intensité transmis en champ lointain de la diode de contrôle à des intervalles de temps ~ 10 minutes.
3. Caractérisation précise du profil d'intensité généré avec l'EOD dans le plan focal d'une lentille sur un système de caractérisation *ex-situ*.

Pour le dernier point, on notera que les profils ont été caractérisés en utilisant une fonction d'erreur EF défini par l'équation (5-22) :

$$EF = 100 \times \sqrt{\frac{1}{mn-1} \sum_m \sum_n (I_{mes}(m,n) - I_{th}(m,n))^2} \quad (5-22)$$

où I_{mes} et I_{th} sont respectivement les profils d'intensité normalisés théorique et mesuré. Les coefficients m et n correspondent à la taille des matrices définissant numériquement ces profils.

5.4.2.1 Caractérisation de la diode de contrôle

La réalisation du design d'un motif diffractif est fonction du profil d'intensité d'entrée. Ainsi, il est nécessaire de caractériser le profil d'intensité émis par la diode laser monomode. La source centrée à ~ 980 nm est fibrée et collimatée. Son profil d'intensité a été caractérisé dans le plan où sera positionné l'EOD. Pour sa caractérisation, une image du profil d'intensité est d'abord acquise via une caméra CMOS (Figure 5-17 (b)), puis un programme d'optimisation détermine les paramètres qui définissent le faisceau gaussien, *i.e.* w_0 la taille du faisceau gaussien, x_{pos} et y_{pos} la position en x et en y du centre du faisceau.

Les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure 5-17. Le diamètre du faisceau Gaussien optimal est estimé à 0,95 mm, dans le plan où sera placé l'EOD. Cette valeur a été utilisée pour le calcul du design des EODs. Le M^2 du faisceau n'ayant pu être caractérisé, il est supposé égal à 1.

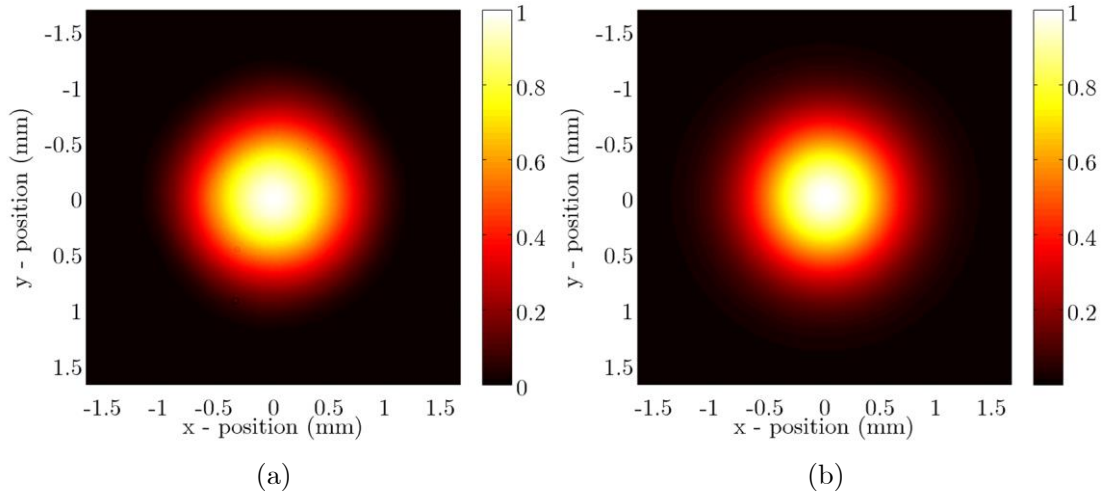


Figure 5-17 : Distribution d'intensité du faisceau gaussien de la diode laser de contrôle centrée à 980 nm : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité modélisée

5.4.2.2 Génération de faisceau d'ordre supérieur

Afin de valider notre approche d'EODs de volume, nous avons fabriqué un composant binaire simple qui permet de transformer un faisceau Gaussien en faisceau d'ordre supérieur, *i.e.* convertir un TM_{00} en un TM_{nm} défini par l'équation

$$E_{mn} = E_0 H_n \left(\frac{\sqrt{2}x}{w_0} \right) H_m \left(\frac{\sqrt{2}y}{w_0} \right) \exp \left(-\frac{(x^2 + y^2)}{w_0^2} \right) \quad (5-23)$$

avec H_n et H_m les polynômes d'Hermite d'ordre n et m . Le composant conçu permet de passer de l'ordre TM_{00} en un TM_{11} . Le design d'un tel composant est simple et est représenté sur la Figure 5-18. Les zones noires de l'image étant celles où le motif est exposé et les zones blanches sont non-exposées. On obtient ainsi de zones déphasées de π .

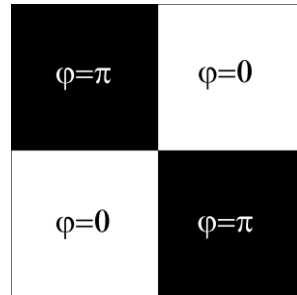


Figure 5-18 : Distribution spatiale de phase d'un EOD pour la conversion d'un faisceau de distribution d'intensité dans le mode TM_{00} vers le mode TM_{11}

Le motif a été ensuite enregistré dans un des composants multicouches précédemment fabriqués. Un contrôle *in-situ* de l'intensité en champ lointain obtenu après propagation dans

le composant en cours de fabrication a été réalisé. L'exposition a été stoppée à partir du moment où le profil d'intensité obtenu était proche du profil théorique (*i.e.* erreur quadratique moyenne inférieure à 5%). Une fois ce composant terminé, une caractérisation *ex-situ* dans le plan focal d'une lentille de 500 mm a ensuite été réalisé. Son intensité théorique à elle aussi été calculée avec la formule (5-24) en tenant compte bien évidemment de la valeur de la distance focale.

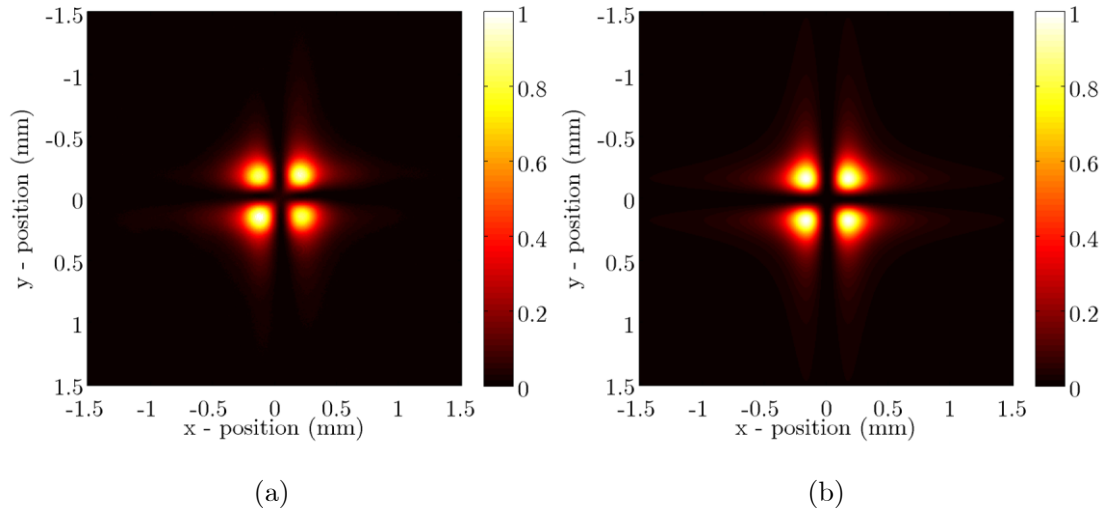


Figure 5-19 : Distribution d'intensité en champ lointain obtenu après propagation d'un faisceau gaussien au travers un EOD à quatre quadrants : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité prédite par la théorie

$$I_{theorique} = \frac{1}{\lambda^2 f^2} \left| TF\left(\frac{u}{\lambda f}, \frac{v}{\lambda f}\right) \left[e^{j\left(\frac{x^2+y^2}{w_0^2}\right)} * e^{j\phi_{DOE}(x,y)} * P(x,y) \right] \right|^2 \quad (5-24)$$

Le résultat de ces calculs et de la caractérisation sont illustrés par la Figure 5-19. Par comparaison qualitative des deux images, on note la bonne corrélation entre la mesure et le calcul. Le défaut principal du composant fabriqué est la présence d'une faible dysmétrie du profil d'intensité, certains lobes ayant plus d'énergie que d'autre. Cela peut être dû au centrage de l'EOD sur le faisceau gaussien. Cette dissymétrie est notamment bien illustrée par la coupe de profil de la Figure 5-20 et estimée de l'ordre de $\pm 6\%$. Par ailleurs, on mesure une énergie résiduelle au centre des quatre lobes de l'ordre de 4% alors que théoriquement elle doit être de 0%. Cette différence peut être expliquée par une zone de transition douce et non abrupte comme prévue par la théorie. Pour quantifier ces erreurs, nous avons calculé la valeur quadratique moyenne de la différence entre les profils d'intensité théoriques et mesurés. Sur les images, dans la région d'intérêt : un carré centré de 2 mm de côté, la valeur de l'écart RMS vaut 7% et sur la coupe, elle vaut 6%. Ces valeurs indiquent que malgré quelques

défauts, le composant fabriqué permet de transformer l'ordre Gaussien TM_{00} en un TM_{11} et ce avec un bon accord théorie/expérience. Ce résultat valide donc l'ensemble des éléments mis en place pour la fabrication d'EODs de volume, *i.e.* le procédé de dépôt et le banc d'exposition avec DMD. Compte tenu de ces résultats, nous avons cherché à réaliser des composants plus complexes.

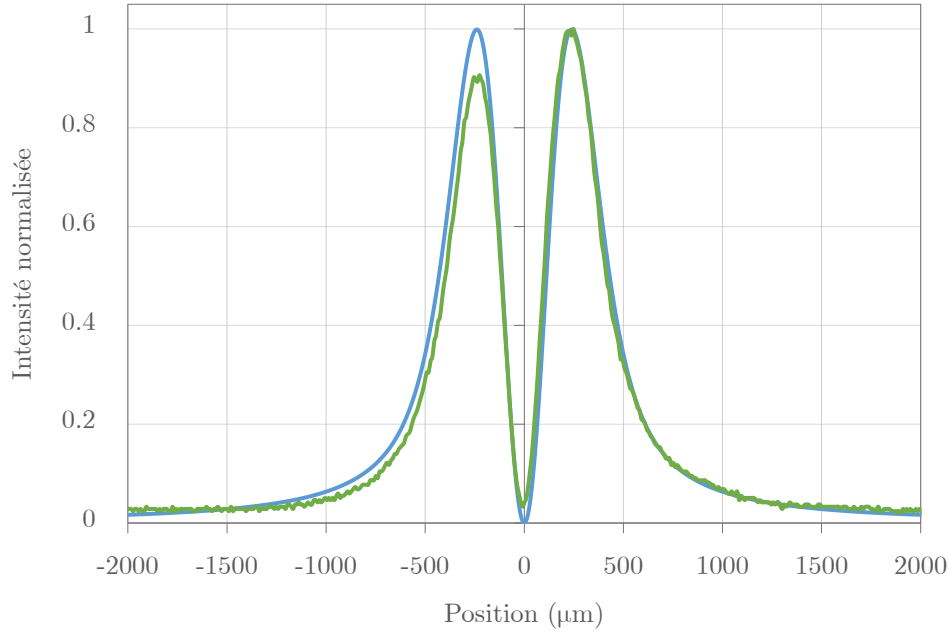


Figure 5-20 : Distribution en $X = 0,4$ mm, du profil d'intensité du faisceau TM_{11} généré après propagation à travers une EOD à quatre quadrants dans le plan focal d'une lentille de 500 mm : en bleu – l'intensité théorique et en vert – l'intensité mesurée

5.4.2.3 Transformation d'un faisceau gaussien en Top-hat

Le design d'EODs permettant de convertir un faisceau Gaussien en top-hat circulaire ou carré a été réalisé en combinant l'algorithme de Gershberg & Saxton (G.S.) avec des résultats de la littérature. Par exemple pour le cas du top-hat circulaire, son design est très largement inspiré de la publication de J.J. Yang [128]. Il repose sur le fait que la transformée de Fourier d'un sinus cardinal est une fonction porte. Ainsi le produit de l'amplitude du faisceau Gaussien initial par le motif binaire désigné représente, de manière approximée, un sinus cardinal. Le design du motif est illustré par la Figure 5-21, le rayon du cercle central, l'inter-espace et l'épaisseur de chaque anneau valent w_0 , la demi-largeur du faisceau Gaussien. Pour le top-hat carré, le motif a été calculé en utilisant la technique de binarisation de l'algorithme de G.S. de la partie 5.2.3. Le profil obtenu est également présenté sur le Figure 5-21 où le côté du carré blanc central fait $\sim 2 \times w_0$

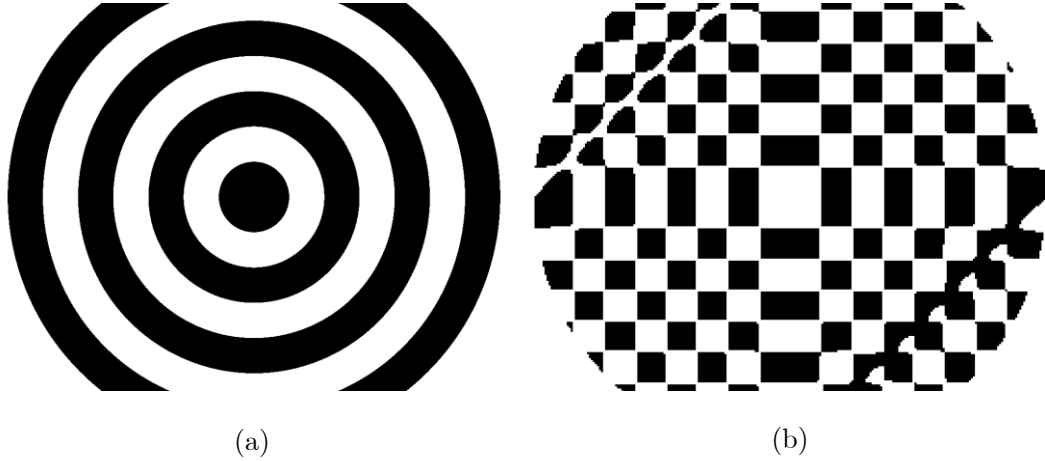


Figure 5-21 : Distribution spatiale de phase d'un EOD binaire pour la conversion d'un faisceau gaussien en faisceau de type top-hat : (a) motif pour un top-hat circulaire et (b) motif pour un top-hat de section carrée

Les motifs ont été enregistrés sur un des composants multicouches de 13 μm d'épaisseur. Nous avons utilisé la même procédure d'enregistrement et de contrôle *in-situ* et *ex-situ* que pour le composant quatre-quadrants. Ainsi sur les Figure 5-22 et Figure 5-23, nous avons à gauche le profil d'intensité expérimental mesuré dans le plan focal d'une lentille et à droite le profil d'intensité théorique au voisinage du plan focal de la lentille. En effet, une observation précise de cette répartition d'intensité a permis de mettre en évidence que les composants fabriqués présentaient en amont ou en aval du plan focal un profil d'intensité plus homogène. Pour estimer théoriquement la répartition du champ électrique à une distance z de la lentille, nous utilisons un résultat issu du principe de Huygens-Fresnel et de l'approximation de Fresnel. Ce résultat stipule que la propagation du champ électrique U du plan P1 de coordonnée (ξ, η) au plan P2 de coordonnée (x, y) perpendiculaire à l'axe z positif s'écrit (cf. Figure 5-3):

$$U_z(x, y) = \iint_{-\infty}^{\infty} U(\xi, \eta) h(x - \xi, y - \eta) d\xi d\eta = (U * h)(x, y) \quad (5-25)$$

Avec h le propagateur de Fresnel, donné par :

$$h(x, y) = \frac{e^{jkz}}{j\lambda z} \left[e^{jk\left(\frac{x^2 + y^2}{2z}\right)} \right] \quad (5-26)$$

Dans notre cas le champ $U(\xi, \eta)$ est le champ juste derrière la lentille, il s'exprime :

$$U(\xi, \eta) = U_{gauss}(\xi, \eta) \times t_L(\xi, \eta) \times t_{DOE}(\xi, \eta) \quad (5-27)$$

avec t_{DOE} la phase introduite par le composant optique diffractif, U_{gauss} le champ électrique du faisceau Gaussien TM_{00} de la diode laser et t_L la phase introduire à la traversée de la lentille. Par approximation mathématique, avec f la distance focale de la lentille, on démontre que t_L vaut :

$$t_L(\xi, \eta) = \exp \left[-j \frac{k (x^2 + y^2)}{2f} \right] \quad (5-28)$$

Ces formules permettent donc de calculer le champ électrique en tout point z derrière la lentille. Afin de réaliser une comparaison précise entre théorie et expérience, nous avons donc calculé la distribution d'intensité théorique aux mêmes positions que les mesures. Pour le top-hat circulaire, nous étions placé à $0,92f$, *i.e.* 92% de la focale f de 500 mm et à $102f$ pour le top-hat de section carrée.

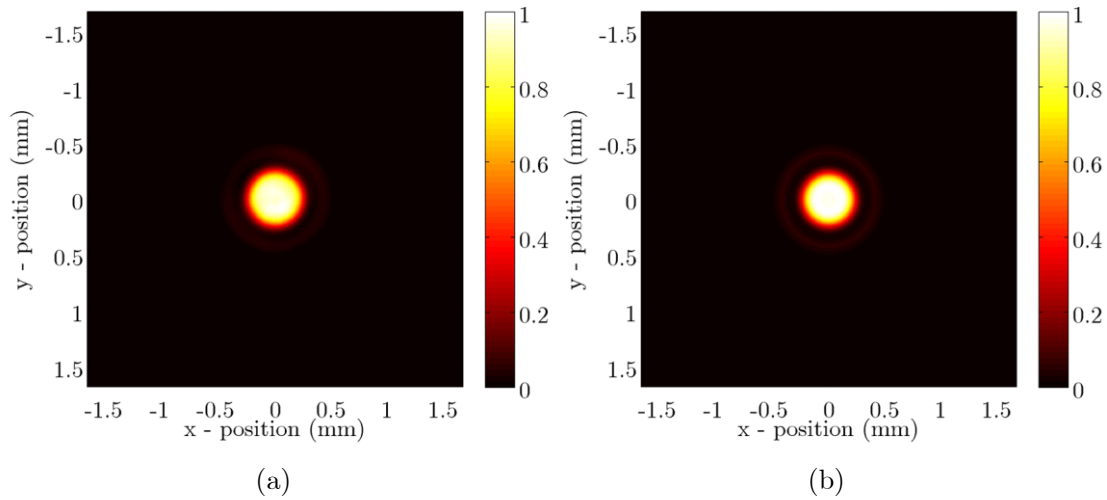


Figure 5-22 : Distribution d'intensité en champ lointain obtenu après propagation d'un faisceau gaussien au travers un EOD permettant la génération d'un top-hat de section circulaire : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité prédite par la théorie

On peut observer un très bon accord entre théorie et expérience. Afin de quantifier cet accord, nous avons également estimé la valeur de l'écart RMS sur le profil 1D et 2D dans une région d'intérêt carrée centrée de 1.5 mm de côté. Les résultats de ces calculs sont affichés en pourcentage sur le Tableau 10 et sont de l'ordre de $\sim 4\%$ en moyenne. Les valeurs étant un peu meilleures pour les images 2D. Les profils 1D, représentant une coupe au centre des images, sont représentés sur les Figure 5-24 et Figure 5-25.

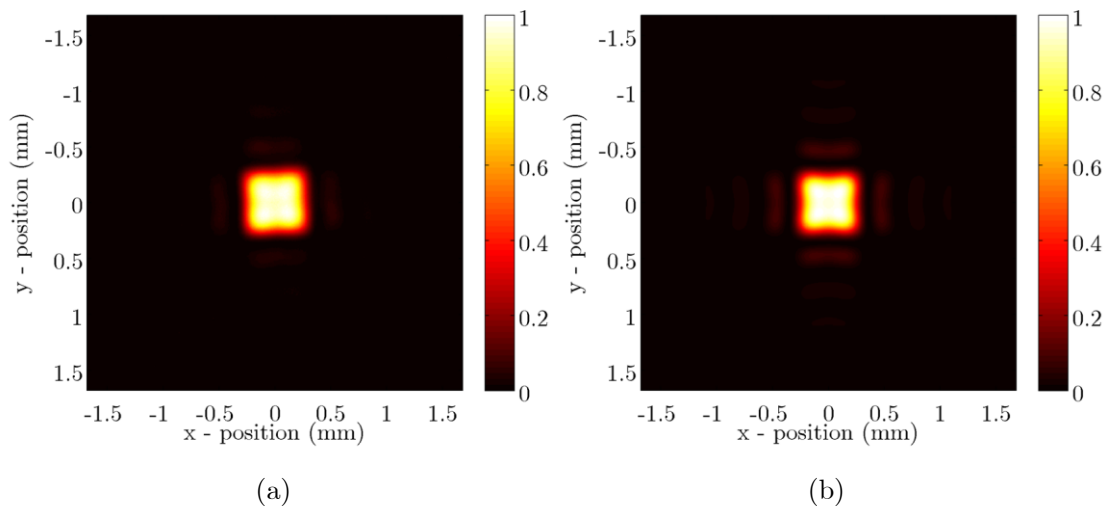


Figure 5-23 : Distribution d'intensité en champ lointain obtenu après propagation d'un faisceau gaussien au travers un EOD permettant la génération d'un top-hat de section carrée : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité prédite par la théorie

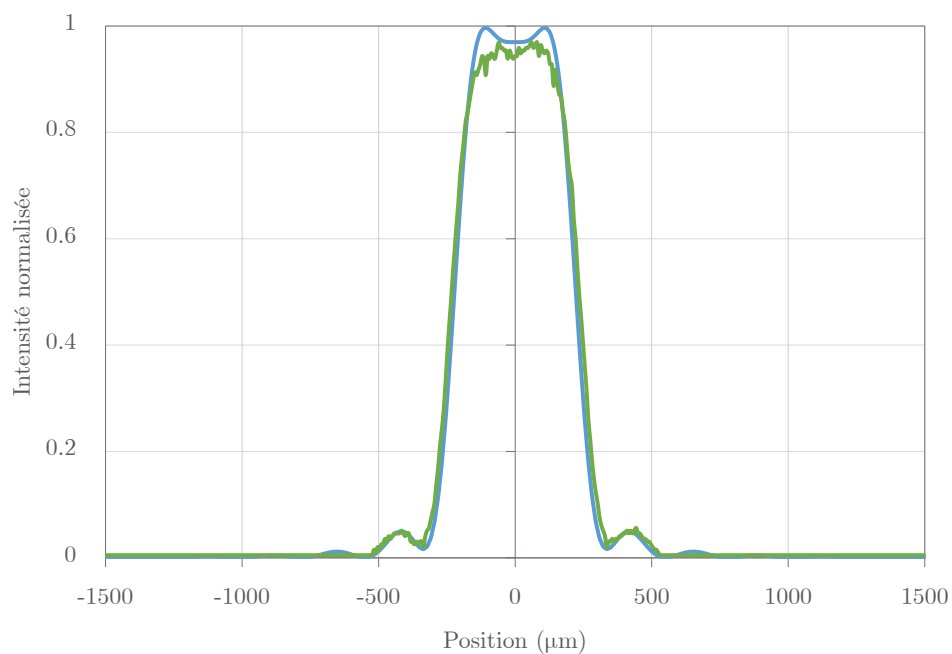


Figure 5-24 : Distribution en $X = 0$ mm, du profil d'intensité du faisceau top-hat à section circulaire généré après propagation à travers un EOD dans le plan focal d'une lentille de 500 mm : en bleu – l'intensité théorique et en vert – l'intensité mesurée

	RMS - 1D (%)	RMS - 2D (%)
Top-hat circulaire	3,6	2,7
Top-hat carrée	5,0	3,6

Tableau 10 : Résultat des valeurs de RMS 1D et 2D des différents profils top-hat réalisés

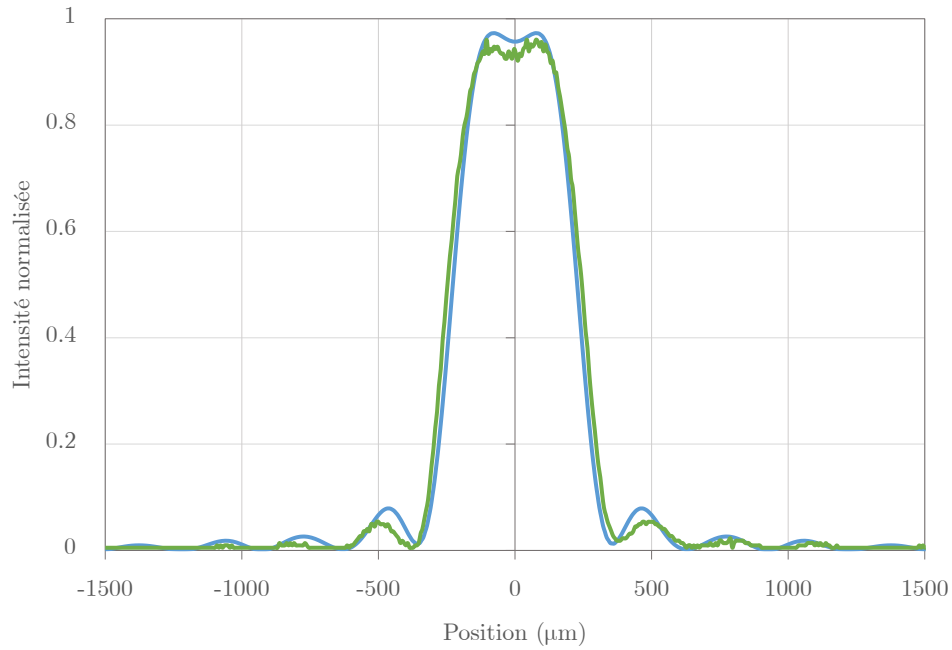


Figure 5-25 : Distribution en $X = 0$ mm, du profil d'intensité du faisceau top-hat à section carrée généré après propagation à travers un EOD dans le plan focal d'une lentille de 500 mm : en bleu – l'intensité théorique et en vert – l'intensité mesurée

L'ensemble de ces résultats démontre une nouvelle fois que la méthode de fabrication d'éléments diffractifs développée est valable. Tout en considérant quelques erreurs, néanmoins acceptables.

5.4.2.4 Génération d'une matrice de points

Nous avons enfin cherché à fabriquer un EOD permettant de transformer un faisceau Gaussien en une matrice de 2×2 points dans le plan focal de la lentille. Le motif généré par l'algorithme de GS et binarisé est représenté sur la Figure 5-26. Le motif à enregistrer présente une plus grande complexité que celle des éléments précédemment fabriqués. En particulier, la taille des motifs est plus petite que les précédents. Nous vérifierons ainsi en partie les résultats de la section : 5.3.4.2, relative à la capacité de notre système à enregistrer, en l'état, des motifs diffractifs d'une résolution de $\sim 50 \mu\text{m}$.

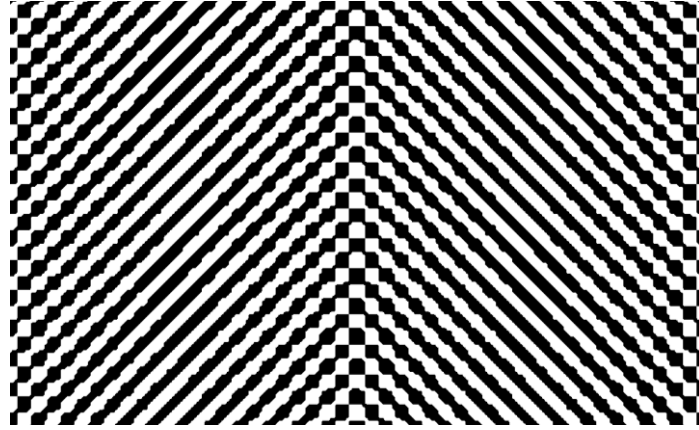


Figure 5-26 : Distribution spatiale de phase d'un EOD binaire pour la conversion d'un faisceau gaussien en une matrice 2×2 en champ lointain

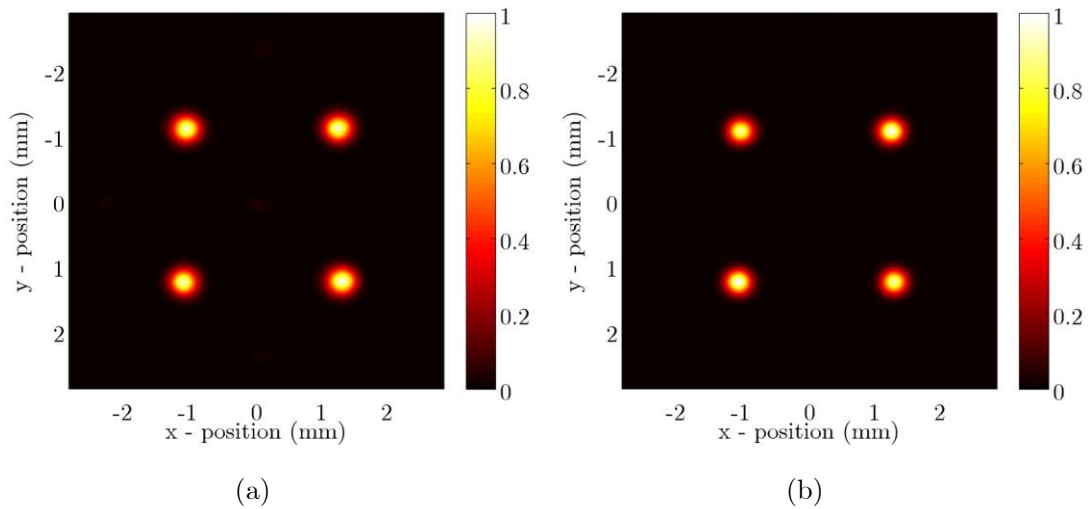


Figure 5-27 : Distribution d'intensité en champ lointain obtenu après propagation d'un faisceau gaussien au travers un EOD permettant la génération d'une matrice de points : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité prédite par la théorie

Nous avons utilisé à nouveau la même procédure d'enregistrement et de contrôle *in-situ* et *ex-situ* que pour le composant à quatre-quadrants. La caractérisation s'est de nouveau faite aux alentours du plan focal. La valeur de l'écart RMS pour les profils d'intensité dans une région d'intérêt délimitée sur un des points de la matrice est en moyenne de $\sim 4,7\%$. Ces derniers résultats viennent corroborer les résultats précédents et confirmer notre capacité à enregistrer des EODs binaires de volume.

5.4.3 EOD binaire sur lentille sphérique

Des lentilles plan-convexes en BK7 de 200 mm de focale ont été placées sur le porte substrat de la BAK600 pendant le dépôt. Nous avons ainsi déposé sur la face bombée de la lentille les mêmes traitements antireflet et monocouche précédemment décrits.

Le motif diffractif de la Figure 5-21 généré pour le top-hat de section a ensuite été exposé sur le système lentille-monocouche. Le composant final intègre donc à la fois la lentille et l'EOD. La distribution d'intensité générée par celui-ci a été caractérisée au voisinage du plan focal de la lentille. Le motif créé présente une taille du même ordre de grandeur que précédemment, *i.e.* $\sim 700 \mu\text{m}$ de côté.

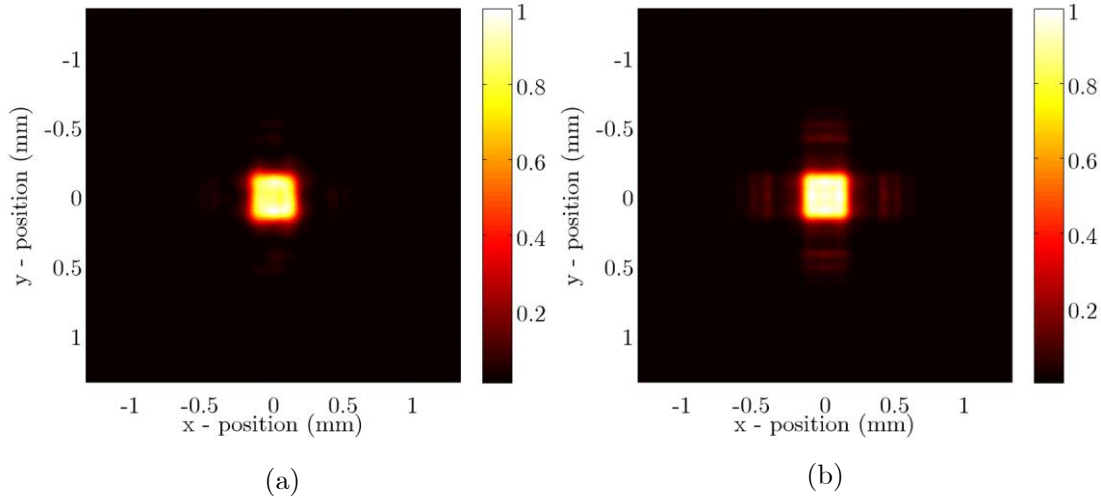


Figure 5-28 : Distribution d'intensité en champ lointain obtenu après propagation d'un faisceau gaussien au travers un EOD permettant la génération d'un top-hat de section carrée fabriqué sur une lentille plan/convexe : (a) intensité mesurée expérimentalement et (b) intensité prédite par la théorie

Comme on peut le voir sur la Figure 5-28, cet élément permet d'obtenir un faisceau carré central de dimension similaire à celle prévue par la théorie mais avec une moins bonne uniformité. De plus, on peut voir que les ordres de diffraction supérieurs, *i.e.* hors du carré central, n'apparaissent pas aussi clairement sur le motif diffractif du composant que sur la figure théorique. Ces différences peuvent s'expliquer par des erreurs de fabrication, par des erreurs de positionnement de la caméra CCD au moment de la caractérisation ou par des erreurs de positionnement de l'EOD sur le faisceau d'éclairement. En effet la distribution spatiale d'intensité varie rapidement de part et d'autre du plan de mesure (précision requise du placement de la caméra de l'ordre de quelques dizaines de microns).

Ces résultats montrent néanmoins la possibilité de fabriquer des éléments optiques diffractifs monolithiques, *i.e.* qui incluent à la fois la lentille et l'EOD. Ces composants optiques sont une voie à la miniaturisations ou l'augmentation de la compacité de certains systèmes optiques. Cette méthode de réalisation pourrait également être utilisée pour corriger certaines aberrations de systèmes optiques et notamment pourraient permettre de réaliser des lentilles asphériques à partir de lentilles sphériques par correction globale des aberrations associées à ces lentilles de manière segmentées avec une approche similaire à celle utilisée pour les lentilles de Fresnel.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons démontré la possibilité de fabriquer des éléments optiques diffractifs de volume dans une monocouche épaisse d'AMTIR-1. La fabrication des EODs a nécessité le développement d'un banc optique équipé d'une matrice de micro-miroirs. Cet élément optique est la clef du montage puisqu'il permet, par réflexion, de structurer la lumière d'un faisceau collimaté incident, par basculement de ses micro-miroirs. Une étude précise de la bande d'absorption des couches d'AMTIR-1 a été réalisée afin de choisir la longueur d'onde d'exposition (808 nm) et ainsi d'optimiser le temps d'exposition tout en maîtrisant les effets de gradient d'indice que l'on peut rencontrer avec une couche épaisse. La structure requise pour la réalisation d'EODs a été fabriquée. Elle est constituée d'une couche d'AMTIR-1 de $10+ \mu\text{m}$ d'épaisseur entourée de deux antireflets, afin de diminuer les pertes dues à la nature interférométrique d'une monocouche. Enfin divers composants optiques diffractifs binaires ont été fabriqués à partir de ces couches puis caractérisés dans le plan focal d'une lentille de 500 mm. Les profils spatiaux générés sont comparables, à ceux prévu par la théorie ($\sim 5\%$ d'erreur en RMS) ce qui valide le principe d'éléments optiques diffractifs de volume obtenus par modulation locale de l'indice d'une couche mince optique photosensible.

Chapitre 6

Exploitation des couches minces d'AMTIR-1 photosensibles dans les filtres optiques interférentiels

6.1 Introduction

Au-delà de l'utilisation de couches minces optiques photosensibles pour la réalisation d'éléments optiques diffractifs, nous avons également étudié l'impact de l'insertion de couches minces d'AMTIR-1 dans les filtres optiques interférentiels. La littérature rapporte de nombreuses études sur les propriétés des verres de chalcogénures sous forme de couches minces amorphes, *i.e.* indice [129], photostabilité [130], effets photosensibles [131, 132], etc [133]... mais on relève assez peu d'applications exploitant les couches minces à base de verres de chalcogénures dans les filtres optiques interférentiels. Nous nous sommes donc intéressés à cette application.

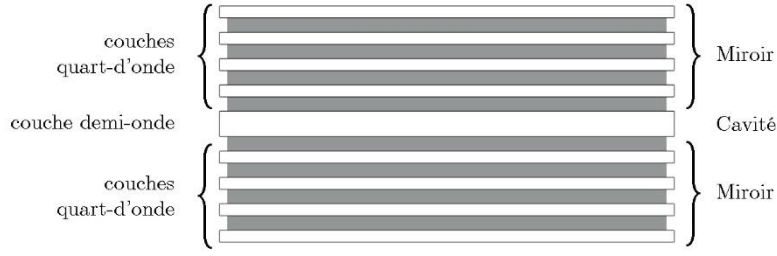


Figure 6-1 : Structure d'un filtre interférentiel bande-étroite à une cavité : Fabry-Perot

Le premier intérêt d'intégrer des couches minces à bases de verres chalcogénures dans des structures de type filtres optiques interférentiels est le fort contraste d'indice qui est obtenu quand il est combiné à un matériau bas indice de type silice (2,7 vs. 1,46 à 1 μm). Ce fort choc d'indice permet alors de diminuer le nombre de couches à déposer pour un gabarit donné. Cet intérêt est néanmoins limité et ce compte tenu de l'évolution des technologies de dépôt des couches minces optiques au cours de ces 15 dernières années et l'apparition de nouvelles machines qui permettent de déposer des structures complexes ayant plus d'une centaine de couches avec une précision sur l'épaisseur de chacune des couches de quelques 0,1% [134]. Le deuxième intérêt (intérêt majeur) des couches à base d'AMTIR-1 est leur photosensibilité. En effet, comme nous allons le voir dans la suite de ce chapitre, cet effet permet de modifier les propriétés de filtres optiques interférentiels après leur fabrication et ce, en changeant l'indice de réfraction de l'une ou plusieurs des couches de l'empilement. L'apport de la photosensibilité pour la fabrication de filtres optiques interférentiels a déjà été étudié par le passé au sein de l'équipe Couches Minces Optiques (RCMO) de l'Institut Fresnel [69, 79]. Mais ces études s'étaient limitées à des filtres à bande étroite ayant une structure de type Fabry-Perot. Ces filtres interférentiels sont composés de deux miroirs diélectriques à base de couches quart-d'onde respectivement haut (H) et bas (B) indices séparées d'une couche k-fois demi-onde (Figure 6-1). Ainsi la formule typique d'un filtre Fabry-Perot à une cavité s'écrit :

$$HBHBH \dots 2kB \dots HBHBH \quad (6-1)$$

Le spectre en transmission d'un filtre optique interférentiel Fabry-Perot constitué de miroirs à 7 couches est représenté sur la Figure 6-2. Sa longueur d'onde de centrage est donnée par la formule suivante :

$$\lambda_0 = \frac{2n \cos(\theta)}{k + (\phi_a + \phi_b)/2\pi} \quad (6-2)$$

Avec n , l'indice de la couche, e son épaisseur, θ l'angle d'incidence, k l'ordre du pic (égal à 1 sur la Figure 6-2) et ϕ_a et ϕ_b , les phases à la réflexion des deux miroirs. A incidence normale, la variation de la longueur d'onde de centrage s'écrit :

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_0} = \kappa \frac{\Delta(ne)}{ne} \quad (6-3)$$

Où κ est un coefficient positif compris entre 0,3 et 1 dont la valeur est directement corrélée à la dérivée de la dépendance spectrale du déphasage à la réflexion des deux miroirs qui entourent la cavité [135]. D'après l'équation (4-22) le décalage de la longueur d'onde de centrage est donc proportionnel à la variation de l'épaisseur optique de la cavité. Pour une épaisseur physique de la cavité fixée, il dépend alors directement de la variation d'indice. Ainsi, si le matériau constituant la cavité est constitué d'un verre à base de chalcogénures photosensibles [136], l'indice de réfraction de la cavité peut être localement modifié par exposition, ce qui induit un décalage de la longueur d'onde de centrage du filtre. Si l'exemple du Fabry-Perot a été principalement étudié dans la littérature, c'est en grande partie pour la simplicité de mise en œuvre de cette technique avec ce type de structure et parce qu'elle ne nécessite pas de design particulier si ce n'est celui d'une structure de type Fabry-Perot classique.

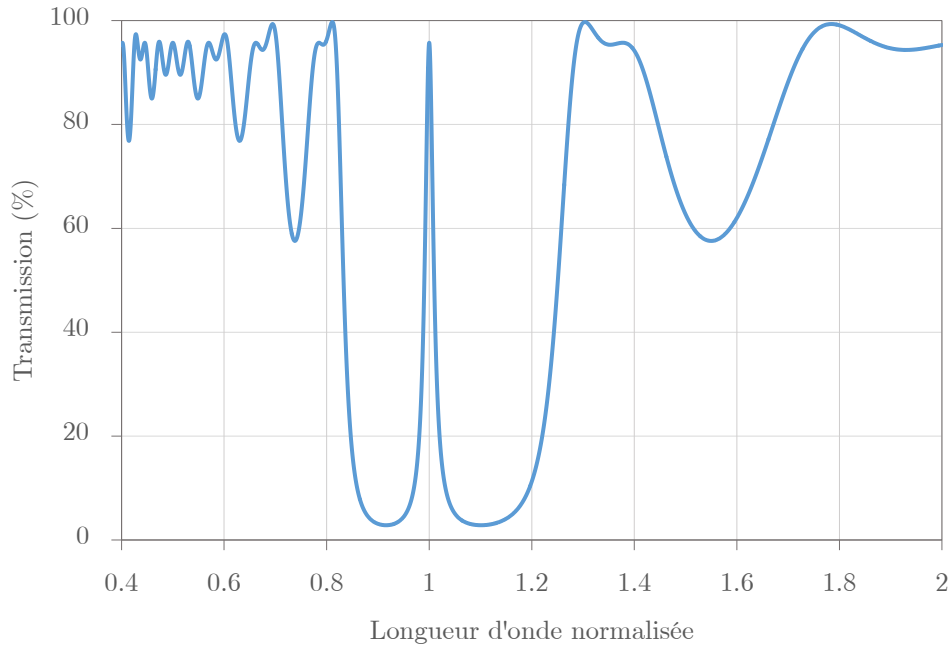


Figure 6-2 : Transmission d'un filtre Fabry-Perot de formule standard ns/M7 2B M7/air

Dans cette étude, nous avons dans un premier temps, ré-investigué les activités consacrées aux filtres interférentiels Fabry-Perot à base de verres de chalcogénures. Puis l'objectif a été d'améliorer le contrôle de la variation locale d'indice en mettant en œuvre d'une part un contrôle *in-situ* de la longueur d'onde de centrage du filtre et d'autre part en améliorant la

résolution spatiale de la correction. Dans un second temps, nous avons étudié l'introduction de couches minces à base de verres de chalcogénures photosensibles dans d'autres types de structures à base de couches minces optiques telles que les filtres dichroïques, passe-haut ou passe-bas, et les traitements antireflets. Les démonstrations ont été faites en déposant des couches d'AMTIR-1 combinées à des couches d'oxydes (SiO_2 et Ta_2O_5).

6.2 Filtres interférentiels bande étroite avec cavité à base de verre de chalcogénures

6.2.1 Fabry-Perot constitué d'une cavité en AMTIR-1

Pour valider l'ensemble des éléments qui ont été mis en place pour le dépôt de couches minces optiques et de filtres optiques interférentiels (Chapitre 2), nous avons dans un premier temps cherché à reproduire la fabrication d'un filtre optique interférentiel bande étroite de type Fabry Perot, similaire à ceux produits dans l'équipe RCMO et présentés dans la référence [69]. Nous avons opté pour un filtre Fabry-Perot composé de deux miroirs à 5 couches quart-d'onde ($\text{Ta}_2\text{O}_5(\text{H})/\text{SiO}_2(\text{L})$) et d'une cavité en AMTIR-1 (C) deux fois demi-onde. Le design du filtre s'écrit :

$$\text{Air}/\text{HBHBH}/4\text{C}/\text{HBHBH}/\text{Substrat} \quad (6-4)$$

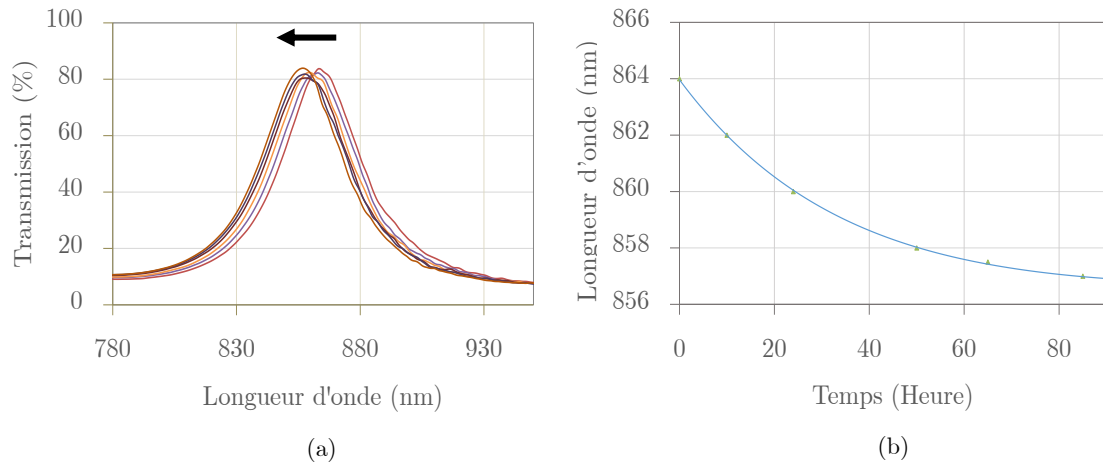


Figure 6-3 : Dépendance spectrale de la transmission du filtre interférentiel Fabry-Perot mesurée après différent temps d'exposition : (a). décalage du spectre en transmission en fonction du temps d'exposition (b) décalage de la longueur d'onde de centrage

Le filtre est centré à longueur d'onde de 850 nm. Les couches ont été déposées selon les paramètres définis dans le Chapitre 2 et contrôlées par contrôle optique monochromatique à 850 nm. Le filtre a enfin été caractérisé *ex-situ* par spectrophotométrie (Perkin Elmer Lambda 1050). La courbe rouge de la Figure 6-3 représente la transmission du filtre à la sortie du

bâti. Le composant final est centré à 864 nm avec une transmission maximale de 83,6% et une largeur à mi-hauteur de 40 nm. Cette différence de centrage de longueur d'onde peut être associée à deux effets. D'une part une erreur de centrage du filtre lors de sa fabrication et d'autre part un décalage de la longueur lors de la remise à l'air du bâti et ce du fait de la non-assistance lors du dépôt des couches et de la nature poreuse des couches fabriquées.

La cavité du filtre bande étroite est à base d'AMTIR-1 et son épaisseur optique peut donc être ajustée par photosensibilité. D'après l'équation (5-2), il est donc possible de modifier la longueur d'onde de centrage du filtre. Nous avons donc étudié l'évolution de la longueur d'onde de centrage du filtre quand celui-ci est exposé à une diode laser centrée à 808 nm et donc incluse dans la bande d'absorption de la couche d'AMTIR-1. Les résultats de cette étude sont représentés sur la Figure 6-3. Sous l'action de la lumière et par l'effet photo-induit qu'est le *photo-bleaching*, l'indice de réfraction de la cavité diminue. En conséquence l'épaisseur optique décroît et la longueur d'onde de centrage du filtre se décale vers les plus courtes longueurs d'onde (Figure 6-3(a)). Expérimentalement, la longueur d'onde de centrage du filtre a été décalée de 7 nm à saturation. Théoriquement d'après l'équation (5-3) et par simulation à l'aide d'un logiciel couche mince, cela correspond à une variation d'indice de $\Delta n = -0,055$ avec un $\kappa = 0,3$.

Nous venons de valider notre capacité à réaliser un filtre Fabry-Perot dont la longueur d'onde de centrage est contrôlable post-dépôt grâce à une couche à base d'AMTIR-1 photosensible. On notera que le *photo-bleaching*, responsable de ce phénomène, est irréversible. Il en va donc de même pour toutes modifications qui s'opèrent ici dans un unique sens, *i.e.* vers une diminution de la longueur d'onde de centrage du filtre. Pour avoir une augmentation, il faudrait une variation d'indice positive et donc avoir verre de chalcogénures sujet à un effet de type *photo-darkening* [69].

L'intérêt de pouvoir décaler la longueur d'onde de centrage d'un filtre Fabry-Perot est immédiat puisqu'il est ainsi possible de corriger *a posteriori* soit une erreur de centrage du filtre liée à une erreur de fabrication, soit de corriger les défauts d'uniformité du filtre. Ceux-ci entraînent dans le cas d'un Fabry-Perot, une longueur d'onde de centrage non-uniforme sur la surface de l'échantillon. Ce principe a été démontré par l'équipe RCMO il y a quelques années [79] en particulier sur la correction du défaut d'uniformité afin d'obtenir un filtre à

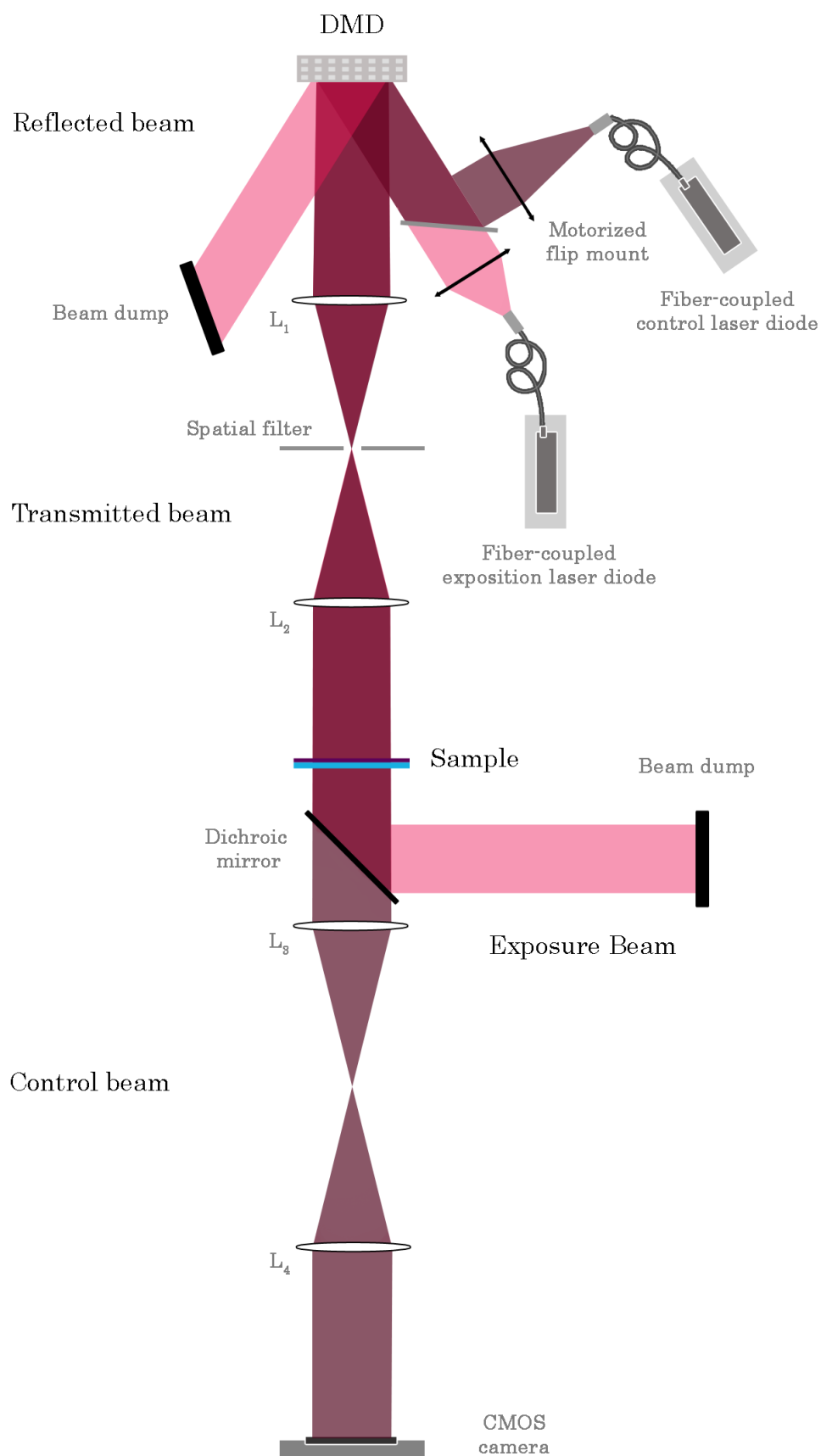


Figure 6-4 : Montage optique pour l'exposition structurée d'un Fabry-Perot ajustable à base de de verres de chalcogénures

bande étroite ultra-homogène. Cependant, lors de cette étude, la correction avait été réalisée point par point en boucle ouverte et avec une faible résolution spatiale (1 mm). Dans la partie suivante, nous nous proposons d'utiliser le DMD et le montage optique développé dans le Chapitre 5 afin de localement contrôler, et ce avec une bonne résolution spatiale (13,6 μm), la longueur d'onde de centrage d'un filtre à bande étroite.

6.2.2 Méthode d'exposition pour le contrôle local de la longueur d'onde de centrage d'un filtre bande étroite

Jusqu'à présent, les travaux sur l'uniformisation des filtres Fabry-Perot ont consisté à mesurer la transmission locale du filtre sur une zone de 1 mm de diamètre avec un analyseur optique de spectre puis à exposer cette même zone pour décaler la longueur d'onde de centrage du filtre. Ces deux étapes sont répétées jusqu'à ce que la longueur d'onde d'uniformisation soit atteinte. Ainsi pour uniformiser le composant sur une aire de 5 mm², ces opérations sont répétées sur 25 zones donc 25 fois ce qui rend le procédé d'uniformisation astreignant et surtout fastidieux. Dans le cadre de la thèse, nous avons essayé d'améliorer ce procédé et d'en faire une routine *in-situ* notamment en utilisant le banc d'exposition développé dans le Chapitre 5. Comme nous allons le voir, il a légèrement été modifié pour s'adapter à cette application. Le principe du montage d'exposition pour l'uniformisation s'inspire très largement de celui utilisé par les EODs. Il est composé : d'une diode d'exposition à 808 nm, d'un montage 4-f, d'un absorbeur et d'une matrice de micro-miroirs pour une exposition structurée de l'échantillon. La seconde partie du montage (celle de contrôle) est placée plus en amont juste avant le DMD. Une séparatrice ($R = 8\%$) montée sur un support de miroir rabattable automatiquement permet de réfléchir le faisceau collimaté de la diode de contrôle fibrée sur le DMD à différents instants. Un second montage 4-f, composé des mêmes lentilles, *i.e.* deux doublets achromatiques de 100 mm de focale, ré-image l'échantillon (et par conséquent le DMD) sur une caméra CMOS (1280 \times 1024 pixels de 5,2 μm de côté). Ainsi chaque micro-miroir est conjugué avec 3 \times 3 pixels de la matrice CMOS. Via la matrice de micro-miroirs, ce montage permet d'avoir un contrôle local de la transmission avec une résolution de $\sim 15 \mu\text{m}$ sur une zone d'intérêt définie par la taille du capteur CMOS soit 6.7 \times 5.3 mm². En réalisant au préalable une image du profil d'intensité de la source de contrôle sans échantillon (intensité pour $T = 100\%$), il est possible, une fois le filtre placé, de générer une cartographie de la transmission à la longueur d'onde de contrôle. La longueur d'onde de contrôle est identique à celle utilisée pour la fabrication des EODs. Elle est donc centrée à $\sim 980 \text{ nm}$. Son spectre a été caractérisé à l'analyseur optique de spectre. L'analyseur, équipé d'une fibre monomode de 200 μm de cœur, permet d'obtenir une mesure spectrale de la distribution d'intensité de la source avec une résolution spectrale de 0,5 nm. Pour une puissance de consigne de 1,5 mW, le profil spectral de la diode est centré à 984 nm avec une largeur à mi-hauteur de $\sim 1 \text{ nm}$ (Figure 6-5). Les filtres Fabry-Perot dont nous allons étudier

l'évolution de la longueur d'onde de centrage ont donc été fabriqués aux alentours de cette longueur d'onde dans la limite de précision de notre procédé de dépôt. Les filtres, dont le design a pour formule générique : M6/10C/M6, ont été fabriqués à la BAK600. La transmission du filtre bande étroite a ensuite été caractérisée à l'analyseur optique de spectres (Figure 6-5). Sa longueur d'onde de centrage est $\sim 983,8$ nm sur la zone de mesure, avec une largeur à mi-hauteur de 6 nm et une transmission maximale de $\sim 80\%$.

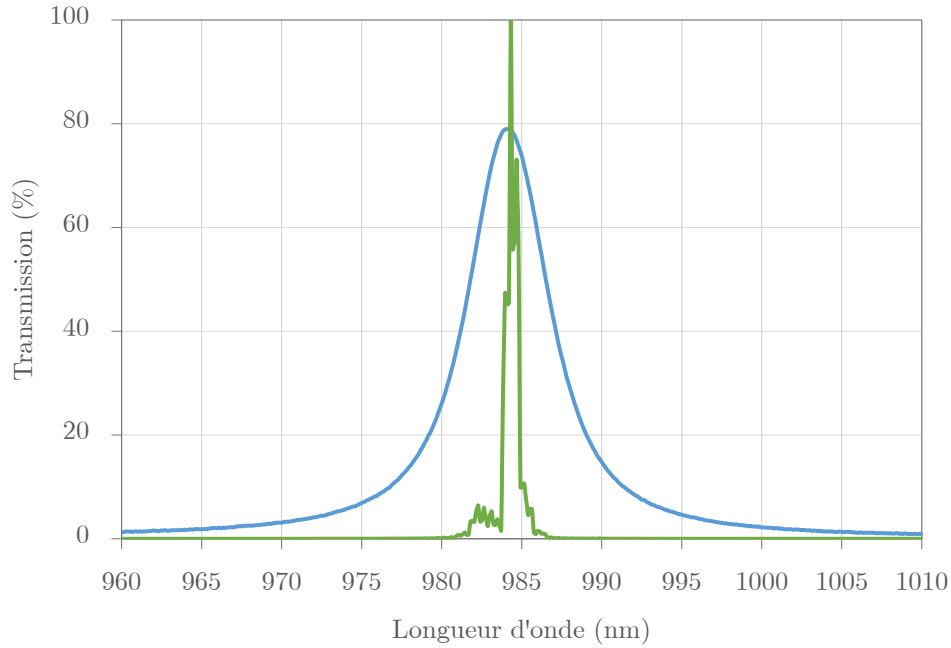


Figure 6-5 : Dépendance spectrale de la transmission d'un Fabry-Perot de design M6/10C/M6 et fabriqué à la BAK600 (courbe bleue) et profil spectral de la source de contrôle utilisée sur le banc d'exposition (courbe verte)

Différents travaux ont alors été menés sur ces filtres Fabry-Perot pour démontrer le principe du contrôle local de la transmission d'un filtre à cavité photosensible en utilisant le montage optique décrit précédemment.

6.2.3 Fabry-Perot spatialement structuré

6.2.3.1 Fabry-Perot à motif en réseau de carrés

La première étape de notre approche a été de structurer le Fabry-Perot par exposition d'un réseau de carrés dont chaque carré mesure 1 mm de côté. L'exposition fonctionne exactement de la même manière que pour la fabrication des EODs. Comme nous l'avons détaillé précédemment, l'exposition provoque une diminution de l'indice de la cavité et donc un décalage de la longueur d'onde de centrage du filtre vers les courtes longueurs d'onde. Pour suivre plus précisément ce déplacement, le Fabry-Perot est incliné de quelques degrés afin de maximiser la transmission du filtre à la longueur d'onde de contrôle du montage optique ~ 984

nm. C'est une des propriétés intrinsèques des filtres interférentiels, *i.e.* la modification de l'angle d'incidence sur un filtre optique interférentiel produit un décalage de son spectre en transmission et en réflexion vers les plus courtes longueurs d'onde avec une dépendance différente selon la polarisation de la lumière. Ainsi placé, le décalage de la longueur d'onde de centrage du filtre se traduit par la diminution du flux de la source de contrôle transmis par l'un des carrés du réseau. Cette décroissance est-proportionnelle à la pente des flancs du Fabry-Perot dans le cas idéal où le spectre de la source de contrôle est équivalent à un Dirac. Pour finir, nous avons considéré en première approximation que le filtre bande étroite est uniforme sur la surface d'un carré.

La caractérisation du composant exposé en réseau de carrés a été faite sur un banc d'uniformité développé par l'équipe RCMO au cours de ces dernières années. Ce banc dédié à la caractérisation des filtres allumettes [137], se compose d'une source blanche large bande, d'un analyseur optique de spectres, d'un système optique d'imagerie et de platines de translation motorisées. Il permet de faire une mesure point par point de la transmission d'un échantillon avec une résolution spatiale comprise entre $50\text{ }\mu\text{m}$ et 1 mm sur un domaine spectral allant de 400 à 1700 nm . Les mesures faites sur le filtre ont été post traitées pour relever, en chaque point de mesure, la longueur d'onde correspondant au maximum de transmission du Fabry-Perot. La Figure 6-6 est le résultat de ce post traitement. Les niveaux de gris noirs correspondent aux zones exposées sur l'échantillon, la longueur d'onde de centrage moyenne est $\sim 979\text{ nm}$ tandis que les zones de niveau de gris claires sont centrées en moyenne à 983 nm . Sur cette figure, des non-uniformités locales sous forme de bulles apparaissent nettement sur l'échantillon, nous détaillerons ce phénomène dans une des parties qui suit.

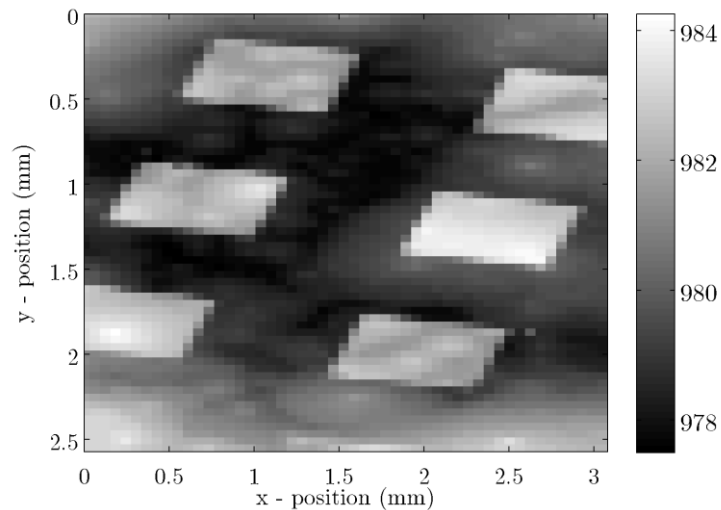


Figure 6-6 : Evolution de la longueur d'onde de centrage d'un Fabry-Perot structuré selon un motif en réseau de carrés

La Figure 6-7, décrit l'évolution du rapport de transmission de la source de contrôle entre une zone exposée et une zone non exposée de la Figure 6-6 qui a été enregistrée au cours de l'exposition des motifs carrés. Ainsi, nous mesurons une décroissance faiblement exponentielle de la transmission qui est directement liée au décalage de la longueur d'onde de centrage du Fabry-Perot. Par corrélation du spectre en transmission T_{fp} du filtre bande étroite avec le profil spectral PS_{diode} de la diode de contrôle illustrés sur la Figure 6-5, la décroissance de la transmission peut être reliée à un déplacement de la longueur d'onde de centrage. Calculé sur la Figure 6-8, le coefficient de corrélation (équation (6-5)) chute à 0,34 pour $\lambda = 980$ nm avec un maximum à 1 pour $\lambda = 984.4$ nm.

$$C_{corr}[T_{fp}PS_{diode}](m) = \begin{cases} \sum_{n=0}^{N-m-1} T_{fp}(n+m) * PS_{diode}(n) & \text{pour } m \geq 0 \\ C_{corr}[PS_{diode}T_{fp}](-m) & \text{pour } m < 0 \end{cases} \quad (6-5)$$

Avec N la taille des deux vecteurs T_{fp} et I_{diode} .

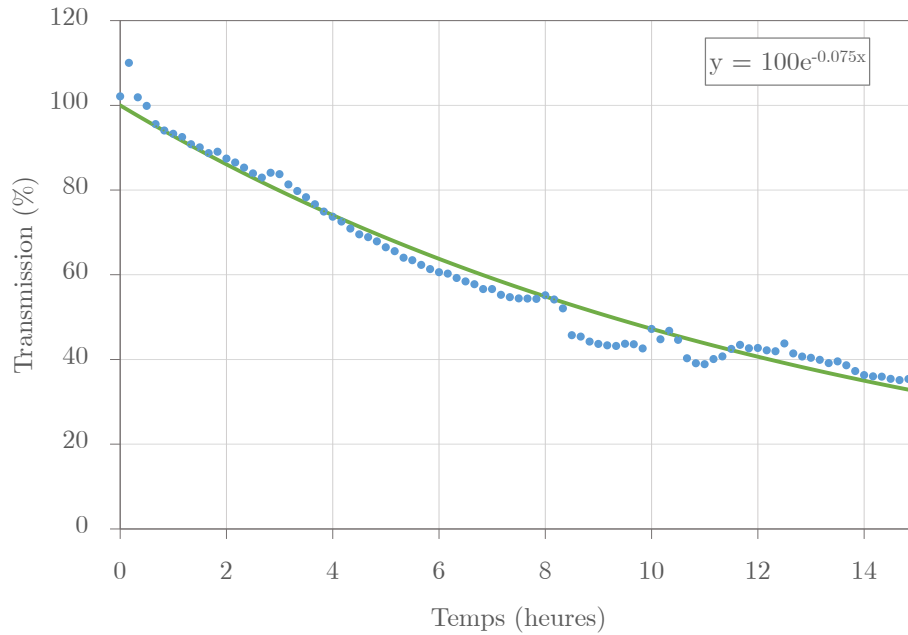


Figure 6-7 : Evolution du rapport entre la transmission locale d'un filtre Fabry-Perot mesurée à ~984 nm au cours de son exposition à 808 nm et une zone non exposée carrée de 640 μm de côté : en bleu – les points de mesure avec un intervalle de temps de 20 minutes et en vert – une modélisation de cette évolution avec courbe de tendance exponentielle.

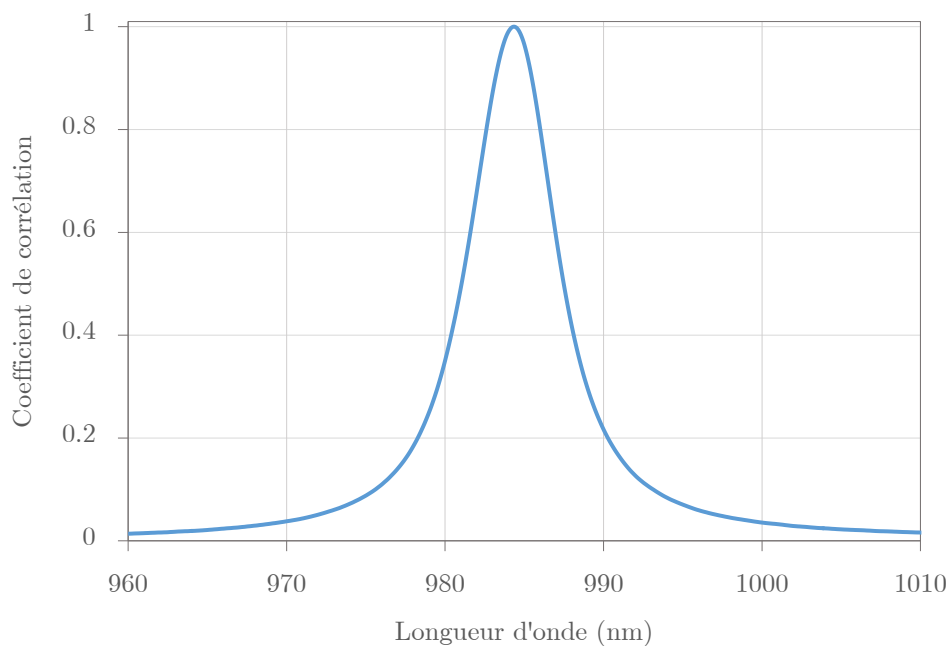


Figure 6-8 : Dépendance spectrale du coefficient de corrélation normalisé à 1 entre le spectre en transmission du Fabry-Perot et le profil spectral de la diode de contrôle

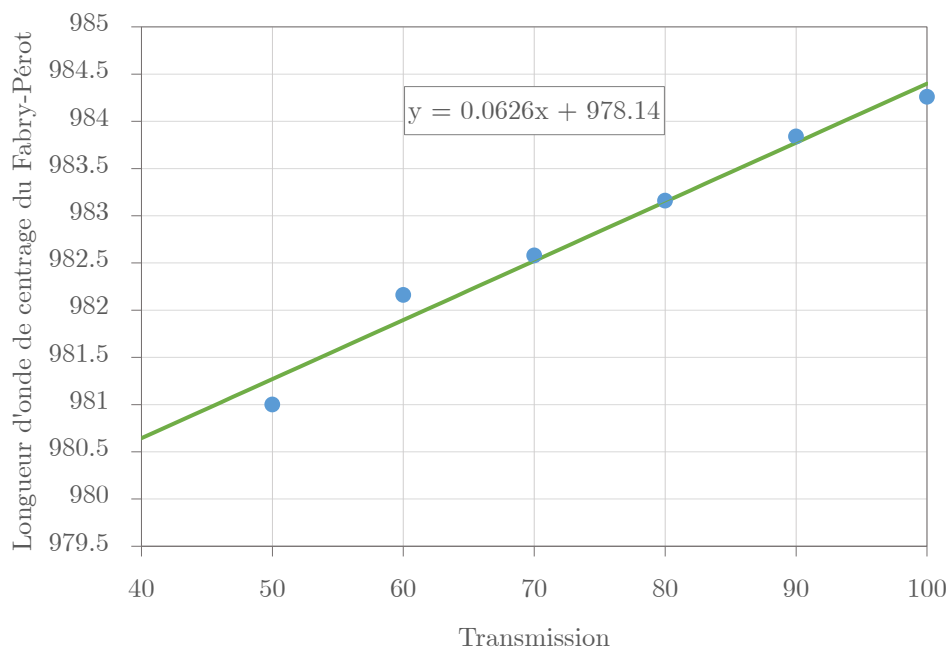


Figure 6-9 : Evolution de la longueur d'onde de centrage d'un Fabry-Perot en fonction de la transmission mesurée à la longueur d'onde de contrôle égale à 980 nm : en bleu – les valeurs mesurées à l'aide d'un analyseur optique de spectre et en vert – la régression linéaire

Ainsi par approximation linéaire, une diminution de la transmission de l'ordre de 16% équivaut à un décalage de 1 nm de la longueur d'onde de centrage du Fabry-Perot. Ce résultat a été vérifié expérimentalement par mesure du spectre en transmission du filtre bande étroite

sur une zone circulaire de 6 mm de diamètre pour différentes valeurs de transmission de la diode de contrôle. Les caractérisations se sont faites sur l'analyseur optique de spectre, puis par détermination des maxima (Figure 6-9). Le coefficient directeur de la regression linéaire sur les données expérimentales est de 0,0626, ce qui correspond en pourcentage à une pente de 15.9%. Cette valeur est bien en accord avec celle calculée sur le filtre Fabry-Perot en réseau de carrés.

6.2.3.2 Fabry-Perot à marches et à gradient

L'étape suivante de notre étude a consisté à fabriquer un Fabry-Perot en marches d'escalier (Figure 6-10 a), *i.e.* présentant un nombre de paliers successifs dont la longueur d'onde de centrage du filtre est décalée de 1 nm. Cet escalier comporte 5 marches carrées de 500 μm de côté avec un décalage allant de 0 à 4 nm. Le décalage a été contrôlé à 980 nm et arrêté automatiquement en fonction de la valeur de transmission mesurée à cette longueur d'onde sur chacune des marches (soit 4 courbes de transmission). La calibration précédente démontrant qu'un décalage de 1 nm correspond à une diminution de la transmission de $\sim 16\%$, nous avons programmé 4 arrêts dont l'ensemble des paramètres est regroupé dans le Tableau 11.

Les résultats de cette démarche expérimentale sont présentés sur la Figure 6-11. Chacune des courbes de cette figure présente l'évolution de la transmission mesurée et corrigée sur chacune des marches. En effet, lors de cette expérience, la diode laser à 984 nm n'étant pas stabilisée en température, des sauts ou chute de transmission abruptes peuvent apparaître sur ces courbes. Lors de la réalisation, nous avons donc tenu compte de ces sauts qui ne traduisent pas d'effets liés au filtre Fabry-Perot lui-même. De même, pour la représentation des courbes, nous avons supprimé ces biais de mesure. Au cours des mesures, une régression linéaire des courbes est faite sur les 10 derniers points afin de ne pas prendre en compte les fluctuations hautes fréquences liées au bruit de mesure qui pourrait provoquer un arrêt inopiné de l'exposition locale.

Décalage $\Delta\lambda$	0	1	2	3	4
Valeur d'arrêt de la transmission (%)	100	84	68	52	36
Couleur sur la Figure 6-11	X	Bleu	Vert	Gris	Jaune

Tableau 11 : paramètres expérimentaux pour la réalisation d'un Fabry-Perot en marches d'escalier

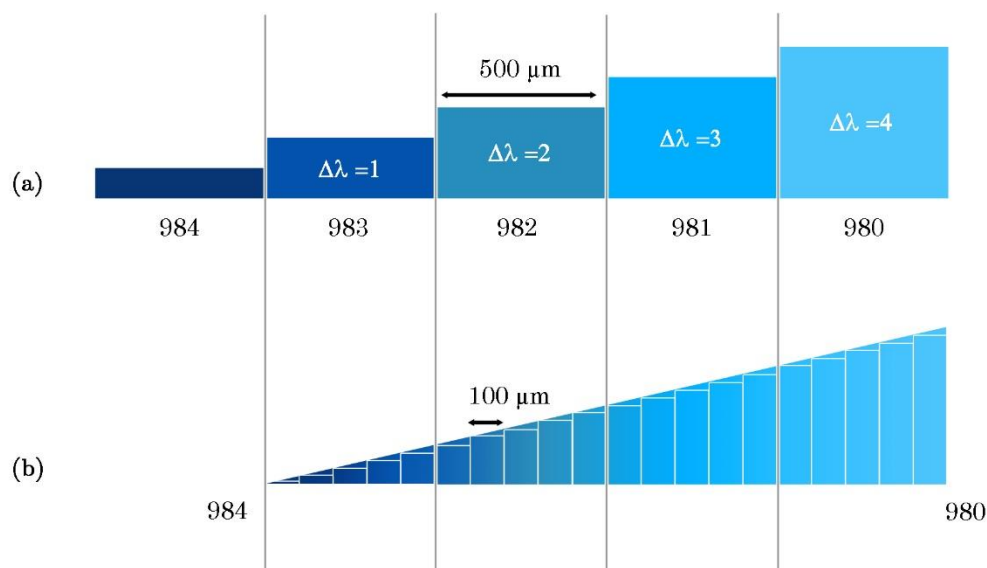


Figure 6-10 : Principe d'un Fabry-Perot à marches d'escalier (a) ou à quasi-gradient d'indice (b)

La longueur d'onde de centrage du filtre a été relevée sur la surface de chaque marche d'escalier avec le banc uniformité, avec une résolution de $500 \mu\text{m}$. De plus une image du composant a été acquise sur le banc d'exposition avec la camera CMOS (Figure 6-12(a)). La Figure 6-12(b) est une coupe de l'image des niveaux de gris moyens. On voit bien apparaître sur cette image les marches d'escalier. Le rapport des niveaux de gris sur chaque escalier est dans l'ordre de grandeur de la valeur d'arrêt que nous avons programmé. Par exemple pour le premier niveau 75/90~83,5%. La valeur de la longueur d'onde de centrage sur chaque marche est annotée sur le second axe des ordonnées de la Figure 6-12(b). Ces résultats confirment notre capacité à contrôler le décalage spectral de 1 nm d'un Fabry-Perot avec une résolution spatiale de $500 \mu\text{m}$. Sur la Figure 6-12(a), la présence de franges d'interférences ne perturbent pas le contrôle de la transmission car celles-ci sont stables dans le temps. Ce franges sont associées au Fabry-Perot généré par la lame de protection du DMD. De plus la visibilité du phénomène d'interférence étant inférieure à 1, le niveau de gris reste 5 fois supérieur (niveau de gris > 50) au bruit (niveau de gris < 10) dans le cas d'interférences destructives.

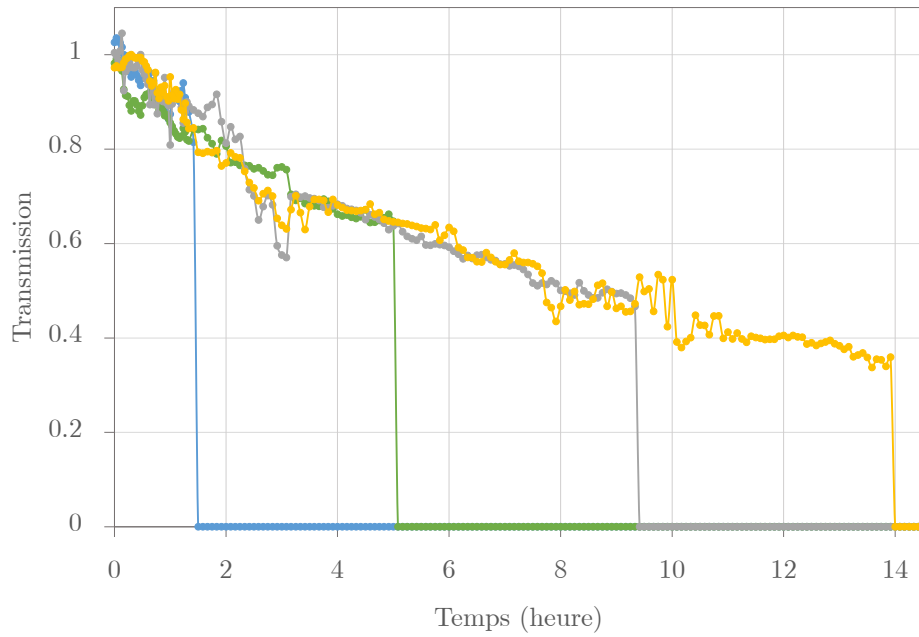


Figure 6-11 : Evolution de la transmission d'un Fabry-Perot mesurée à 984 nm lors de l'exposition de différentes marches d'escalier : chaque couleur est associée au contrôle d'une marche différente

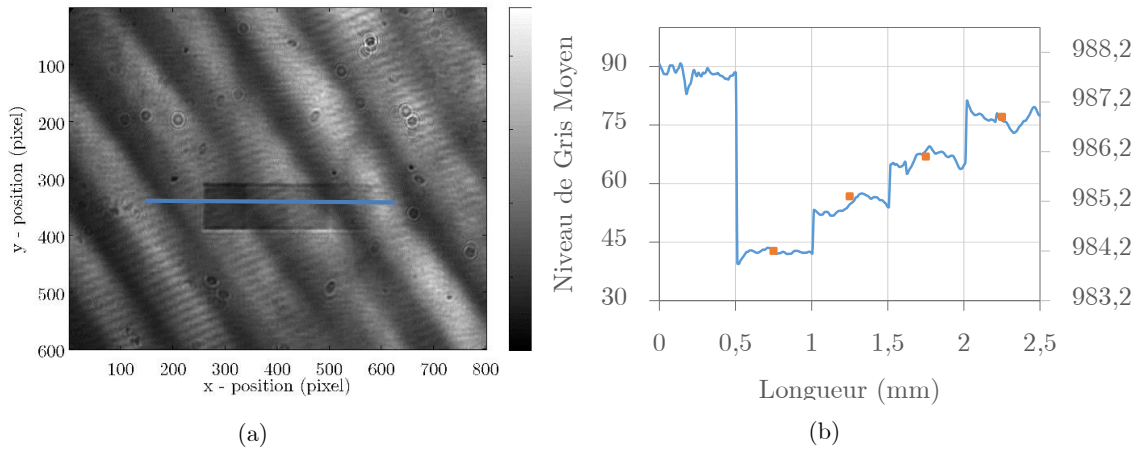


Figure 6-12 : Image en niveau de gris de la transmission à 984 nm du composant Fabry-Perot en marche d'escalier acquise par la caméra CMOS du banc d'exposition (a). Coupe moyenne de l'image dans la zone d'intérêt (b)

Pour finir nous avons fabriqué un Fabry-Perot variable en gradient d'indice (Figure 6-10 (b)). Chaque marche du Fabry-Perot en escalier a été subdivisée en cinq, avec un pas de 100 microns. Compte tenu de la linéarité des procédés, l'exposition de chacune de ces zones intermédiaires s'est faite avec un contrôle au temps à partir des résultats de la Figure 6-11. Chaque durée d'exposition nécessaire au décalage d'un nanomètre a donc été aussi divisée en 5. Au final, la longueur d'onde de centrage du filtre est ainsi décalée de 0,25 nm avec une résolution spatiale de 100 μm .

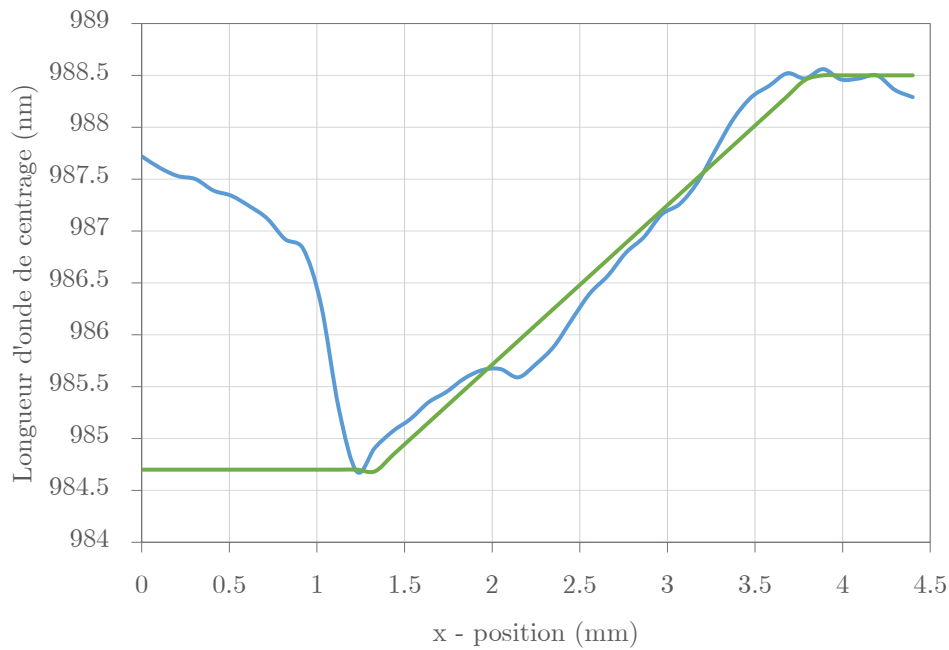


Figure 6-13 : Evolution de la longueur d'onde de centrage locale du Fabry-Perot à quasi-gradient : en bleu – les valeurs expérimentales et en vert – une régression linéaire

Le composant réalisé a été caractérisé avec le banc uniformité et une résolution de 100 μm . La Figure 6-13 représente une coupe locale du gradient d'indice. Sur cette image, on peut observer une croissance quasi-linéaire de la longueur d'onde de centrage avec quelques non-uniformités locales d'au maximum 0,5 nm par rapport à la régression linéaire (courbe vertes). C'est par exemple le cas aux alentours $x=2.0-2.5$ mm. Malgré ces défauts, nous obtenons un quasi-gradient en longueur d'onde avec un décalage maximal de 3.8 nm et avec une erreur relative moyenne de 0,018% par rapport à la régression linéaire.

Ces résultats justifient donc notre approche expérimentale et démontrent le principe de contrôle de l'évolution locale de la transmission d'un Fabry-Perot et donc de sa longueur d'onde de centrage. Nous allons nous intéresser dans la partie suivante, aux axes d'amélioration qui pourraient permettre de corriger certaines de difficultés qui ont été rencontrées lors de cette étude.

6.2.3.3 Discussion et analyse des résultats obtenus

Diverses difficultés expérimentales ont été rencontrées au cours de ces réalisations. La première concerne la fabrication du filtre interférentiel bande étroite. A la sortie du bâti d'évaporation, nous avons pu observer sur les échantillons des problèmes locaux d'uniformité qui se traduisaient par la présence de bulles plus ou moins grosses en face arrière. Une caractérisation sur le banc de mesure de l'uniformité a alors permis de démontrer que ces zones n'influaient pas seulement l'intensité transmise maximale mais également la position de la longueur d'onde transmise, ce qui a bien évidemment affecté nos résultats (comme par

exemple le réseau de carrés, Figure 6-6). Nous nous sommes aperçus que la longueur d'onde de centrage du filtre variait rapidement sur sa surface que ce soit sur les zones exposées (niveau de gris foncé) ou sur les zones non exposées du matériau (niveau de gris clair). Sur les zones exposées de la Figure 6-6, nous pouvons discerner ces motifs en forme de bulles qui se corrèlent très bien à ceux que l'on observe à l'œil nu dans la même zone.

Mise à part un problème au moment du nettoyage des substrats, la présence de ces défauts d'uniformité pourrait également être associée à un problème de compatibilité entre les oxydes et AMTIR-1. En effet, il est connu que les matériaux oxydes et non oxydes présentent des problèmes de compatibilité. Or, la non-nécessité d'apporter de l'oxygène lors du dépôt d'oxydes à la BAK600 avait alors ouvert la voie à la combinaison de couches de chalcogénures et de couches d'oxydes dans le cas de structures simples. Une structure complexe à plus grand nombre de couches tel qu'un filtre Fabry-Perot pourrait peut-être avoir mis en évidence des problèmes par exemple de contraintes mécaniques entre les couches de différents matériaux. Ces bulles pourraient alors être dues à un décollement ou une mauvaise adhésion de certaines couches entre elles. Ce problème reste ouvert et sera investigué lors de travaux futurs.

Concernant le montage optique, différentes améliorations pourraient être apportées. En effet, au cours de cette thèse, nous avons essayé de présenter un ensemble de concepts et ce à l'aide de systèmes simples et utilisant des composants optiques de base. Aucune source ou capteur performant n'a été utilisé. Il apparait donc évident qu'un changement de la source de contrôle permettraient d'améliorer le système. La stabilisation de la diode en température est nécessaire pour améliorer la mesure et éviter des non-linéarités sur les courbes de transmission à cette longueur d'onde. Par ailleurs un autre compromis concerne la cohérence de la source. En effet si la source est trop étendue spectralement, la source ne se comporte plus comme un Dirac et la mesure de transmission du filtre bande étroite est affectée ; cela se traduit par un arrêt moins précis de l'exposition car l'autocorrélation des deux spectres étend les pentes des flancs du Fabry-Perot. Au contraire, si le spectre d'émission de la source est fin, la longueur de cohérence de la source devient trop grande (formule (6-6)) et des franges d'interférences apparaissent sur le montage notamment à cause de la fenêtre optique présente devant la matrice de micro-miroirs (son traitement antireflet étant optimal dans la gamme de 400-700 nm). L'autre fenêtre optique qui crée des interférences est celle placée devant la caméra CMOS (cf. Figure 6-14).

$$L_c = \frac{\lambda_0^2}{\Delta\lambda} \quad (6-6)$$

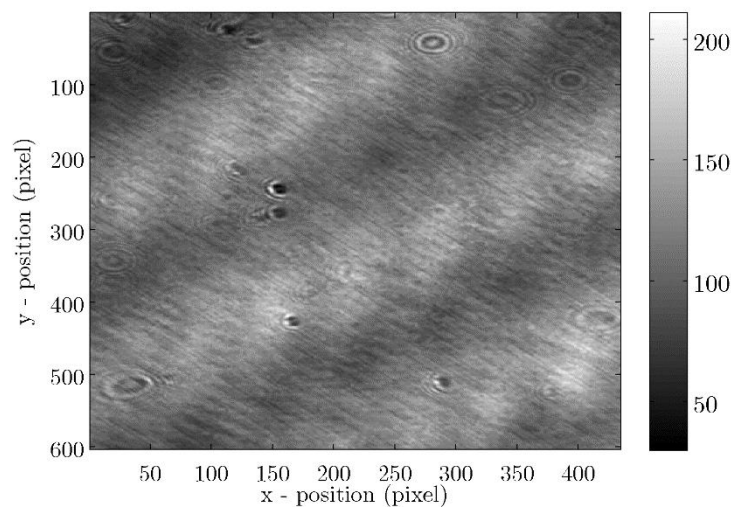


Figure 6-14 : image des franges d'interférences sur la caméra CMOS

On notera pour finir que la caméra CMOS nécessiterait également d'être changée pour assurer une meilleure détection à $1\ \mu\text{m}$ (caméra actuelle codée sur 256 niveaux) et un meilleur rapport signal à bruit (capteur actuel en silicium à faible sensibilité dans le proche infrarouge). Enfin l'utilisation d'un spectromètre imageur serait une solution intéressante pour cette application.

6.2.4 Conclusion

Nous avons démontré dans cette partie la possibilité de contrôler localement la longueur d'onde de centrage d'un filtre bande étroite via une cavité à base d'AMTIR-1 photosensible et une exposition structurée de la lumière. Une diode laser de contrôle centrée à $980\ \text{nm}$ et placée dans un montage optique de contrôle *in-situ* permet de mesurer localement la transmission du filtre et de contrôler le décalage en longueur d'onde. Des premiers résultats préliminaires illustrent le potentiel de cette méthode. L'obtention de meilleurs résultats nécessiterait un ensemble de changements et d'améliorations.

6.3 Généralisation de l'application des couches minces à base de chalcogénures aux filtres interférentiels

Nous avons souhaité étendre la possibilité d'introduire un matériau photosensible dans divers filtres interférentiels pour un contrôle *a posteriori* de leur réponse spectrale à l'aide de couches photosensibles. Outre les filtres passe bande, Il existe d'autres filtres interférentiels, classiquement utilisés qui pourraient bénéficier de ces propriétés de photosensibilité :

1. les filtres dichroïques passe haut ou passe bas,
2. les traitements antireflets.

Pour le premier, le paramètre déterminant est sa longueur d'onde de coupure, *i.e.* la longueur d'onde où le filtre est passant ou non passant. Pour le second, c'est sa longueur d'onde de

centrage mais surtout son facteur de réflexion résiduelle. Ainsi, nous avons introduit des couches à base de chalcogénures dans une structure classique de filtre dichroïque et étudié le décalage du filtre interférentiel par exposition. Pour la démonstration avec l'antireflet, nous avons étudié les structures qui permettent de maîtriser, grâce à la photosensibilité, la réflexion résiduelle de l'antireflet.

6.3.1 Introduction des verres de chalcogénures dans les filtres dichroïques passe-haut

Les filtres interférentiels large bande sont basés sur une structure d'empilement :

$$\begin{aligned} \frac{H}{2} B H B H \dots H B H B \frac{H}{2} &= \left(\frac{H}{2} B \frac{H}{2} \right)^n \\ \text{ou} \\ \frac{B}{2} H B H B \dots B H B H \frac{B}{2} &= \left(\frac{B}{2} H \frac{B}{2} \right)^n \end{aligned} \quad (6-7)$$

A condition de placer ces empilements dans des milieux extérieurs ayant l'indice adéquat, on peut, à partir de ces structures symétriques, constituer des traitements passe-haut ou passe-bas. La structure que nous avons retenu pour notre application est un filtre dichroïque large bande passe haut de structure $\left(\frac{C}{2} B \frac{C}{2}\right)^6$ centré à $\lambda = 1100$ nm, avec C une couche quart-d'onde à base d'AMTIR-1 photosensible. Pour ce genre de filtre, la structure symétrique doit être placée entre un indice équivalent égal à l'indice du matériau haut indice. Ainsi deux antireflets substrat/AMTIR-1 et AMTIR-1/air de type *V-coating* ont été rajoutés, le design de la structure finale s'écrit :

$$\text{substrat} / 0,85H \ 0,24B / \left(\frac{C}{2} B \frac{C}{2} \right)^6 / 0,81H \ 1,09B / \text{air} \quad (6-8)$$

Les matériaux utilisés pour H et B sont respectivement le Ta_2O_5 et le SiO_2 . La réponse théorique de ce filtre est présentée Figure 6-15. Ce design de filtre interférentiel, qui comporte au total 17 couches, a été déposé par EBPVD dans la BAK600 avec un contrôle quartz, puis sa réponse spectrale en transmission a été mesurée sur une zone circulaire de 6 mm à l'aide du Perkin Elmer Lambda 1050. Sur le spectre en transmission avant exposition, courbe bleue de la Figure 6-15, on peut observer un plateau pour des longueurs d'ondes entre 1570-1600nm. Ce plateau n'est pas observé sur la réponse théorique du filtre. Cette différence de transmission peut facilement être expliquée par une erreur de réalisation sur l'ensemble des couches et plus particulièrement sur la dernière structure antireflet (cf. Tableau 12). Ces erreurs sont directement associées à la méthode de contrôle de l'épaisseur des couches (quartz) qui est peu précise et à la remise à l'air, les dernières couches y étant particulièrement

sensibles. Le dépôt du filtre pourrait être amélioré en utilisant un contrôle optique monochromatique qui est plus précis que le quartz pour le contrôle de l'épaisseur optique des couches. Par ailleurs, si le design des antireflets était modifié pour obtenir une impédance réelle de la structure Substrat/AR1 à la longueur d'onde de contrôle, cela permettrait de garantir un contrôle de la structure $\left(\frac{B}{2}C\frac{B}{2}\right)^6$ par annulation de la dérivée de la transmission.

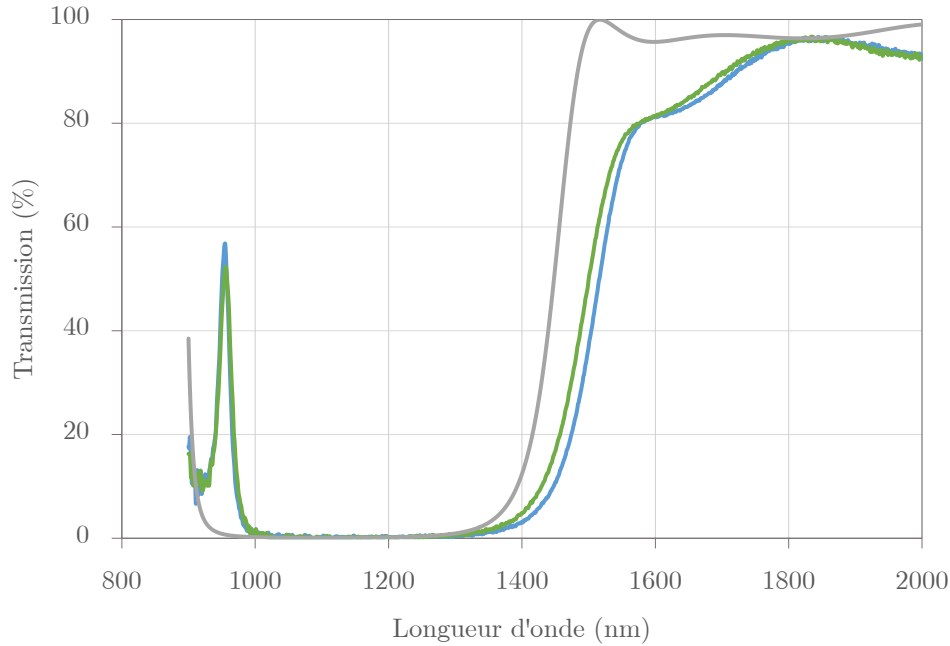


Figure 6-15 : Dépendance spectrale de la transmission d'un filtre dichroïque large bande : en bleu – avant exposition, en vert – après exposition et en gris – la transmission du filtre théorique

Nous avons ensuite exposé le filtre à l'aide de la diode laser à 808 nm puis avons mesuré la réponse spectrale à saturation. On observe, à 1500 nm, un décalage de 16 nm du flanc après exposition. Cela démontre l'intérêt de l'ajout de couches photosensibles dans une structure de type dichroïque pour l'ajustement de la longueur d'onde de transition d'un filtre passe-haut. De plus, on peut observer qu'aux alentours de 1600 nm, le décalage du filtre est moins important. Ce plus faible décalage peut s'expliquer en grande partie par les erreurs commises sur les couches. Pour le vérifier, nous avons utilisé la formule déterminée lors du reverse engineering réalisé à partir de la mesure du spectre en transmission (Tableau 12). Puis par simulation, et intégrant ces erreurs, nous avons simulé l'effet d'une variation d'indice de 3.10^{-2} de l'ensemble des couches d'AMTIR-1 sur la réponse spectrale du filtre (Figure 6-16). Nous retrouvons un comportement identique à celui observé expérimentalement, ce qui justifie bien l'effet des erreurs commises lors de la réalisation du filtre et la nécessité de mettre en place un design pouvant aisément être contrôlé optiquement.

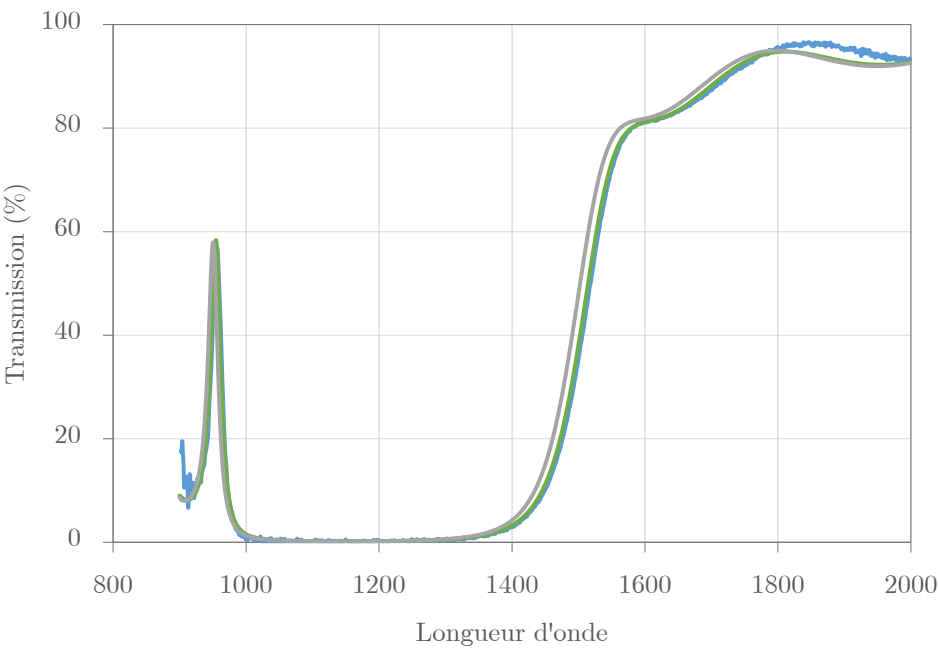


Figure 6-16 : Dépendance spectrale d'un filtre interférentiel passe haut prenant en compte les erreurs sur les épaisseurs : en bleu – la transmission expérimentale, en vert – la transmission modélisée et en gris – la simulation de la transmission après variation d'indice

Fonction	AR1		(B/2 C B/2) ⁶							AR2		
Matériaux	H	B	B/2	C	B	C	B	C				
Théorique	116,0	46,0	94,2	101,9	188,4	101,9	188,4	101,9				
Fit	122,6	44,8	88,0	109,2	193,8	117,5	208,9	106,5				
Matériaux			B	C	B	C	B	C	B/2	H	B	
Théorique			188,4	101,9	188,4	101,9	188,4	101,9	94,2	105,0	205,0	
Fit			202,3	107,2	196,5	99,5	183,0	96,2	98,4	121,5	235,2	

Tableau 12 : Epaisseurs mécaniques du design du filtre passe-haut théorique et du *fit*

Comme nous venons de le voir, l'introduction de couches d'AMTIR-1 photosensibles permet de contrôler la position du flanc d'un filtre passe-haut par une diminution de l'indice de réfraction qui provoque un décalage jusqu'à ~15 nm pour une variation maximale de $3 \cdot 10^{-2}$ à 1550 nm.

6.3.2 Contrôle de la réflexion résiduelle d'un traitement antireflet

La dernière application que nous avons étudiée est l'introduction de couches minces optiques à base de verres de chalcogénures dans les traitements antireflets. Ces couches servent pour l'optimisation, *a posteriori*, du coefficient de réflexion résiduel de la structure antireflet à la longueur d'onde de centrage. L'introduction de cette couche photosensible n'est pas aussi

directe que dans les filtres précédemment présentés. Nous présentons donc dans un premier temps la méthode de design de cette structure, puis nous présentons une démonstration expérimentale de cette nouvelle approche.

6.3.2.1 Design du filtre

Les traitements antireflets sont en général des filtres optiques interférentiels très large bande et, de ce fait, contrôler leur centrage à quelques nanomètres près ne présente pas un intérêt particulier. Il existe néanmoins quelques applications, notamment dans le design de lasers, où l'antireflet doit présenter une très faible réflectivité à une longueur d'onde bien précise afin de minimiser localement la réflexion du laser. Nous nous sommes donc intéressés, dans un premier temps, non pas au centrage d'une structure antireflet, mais au contrôle du coefficient de réflexion résiduel et à sa diminution grâce à l'insertion de couches minces optiques photosensibles d'AMTIR-1 dont l'indice de réfraction peut localement décroître après exposition.

Cette étude a tout d'abord nécessité le design d'une structure antireflet permettant de diminuer la réflexion de Fresnel Air/silice généralement égale à ~3,5%. Le design classique d'une structure antireflet est donné par la formule classique à deux couches :

$$\text{substrat}/0,3H\ 1,3B/\text{air} \quad (6-9)$$

Cet antireflet est dit de type *V-coating* car il présente un minimum local de réflexion (théoriquement égal à 0), à la longueur d'onde de centrage de la structure, puis une lente augmentation de cette réflectivité de part et d'autre de cette longueur d'onde de centrage avec une dépendance quasi-linéaire en échelle logarithmique pour la réflectivité, lui donnant une allure de V. On peut montrer que si l'on remplace la couche 0,3H par une couche identique réalisée à partir d'AMTIR-1, il n'est pas possible d'obtenir une structure qui pourra être photo-modifiée pour réduire uniquement la réflexion résiduelle. L'exposition d'une telle couche entraînera obligatoirement un décentrage du filtre en longueur d'onde. Afin de décorrélérer le décalage de la position du filtre et la diminution de la réflexion résiduelle, il est nécessaire de réaliser une structure légèrement plus complexe à 5 couches dont le design s'écrit, à la longueur d'onde de centrage du filtre :

$$\text{substrat}/0,12C\ 0,88B\ 0,12C\ 0,3H\ 1,3B/\text{air} \quad (6-10)$$

Le facteur de réflexion du filtre interférentiel est représenté en échelle logarithmique sur la Figure 6-18. D'après l'équation (6-10) Le design du filtre se décompose en deux parties. On retrouve la structure de type *V-coating* qui réalise la fonction antireflet et une autre structure

à trois couches composée de deux couches à base d'AMTIR-1 (C) et d'une couche en SiO₂ (B). Cette structure ajoutée est choisie afin de ne pas rendre la structure trop sélective en longueur d'onde ; elle permet de diminuer le coefficient de réflexion sans décentrage spectral. De plus elle est équivalente à une couche absente à longueur d'onde de centrage du filtre. En couches minces, on définit de manière classique l'admittance Y_i d'une structure après dépôt couche i à partir de la couche $i+1$ en utilisant la formule :

$$Y_{i-1} = \frac{-jN_i \sin(\delta_i) + Y_i \cos(\delta_i)}{\cos(\delta_i) - jY_i \sin(\delta_i)/N_i} \quad (6-11)$$

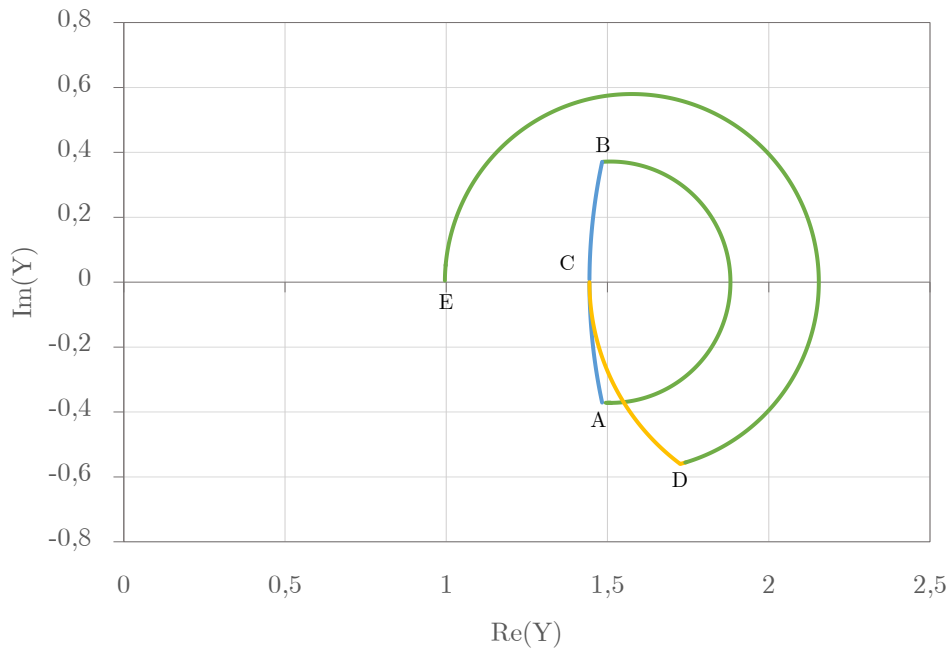


Figure 6-17 : Impédance de la structure couches mince antireflet à base de chalcogénures photosensibles à la longueur d'onde de centrage de la structure : en bleu – les couches d'AMTIR-1, en vert – les couches en SiO₂ et en jaune – la couche en Ta₂O₅

Cette admittance est une extension de la notion d'indice de réfraction qui prend en compte la structure globale et qui peut ensuite être utilisée pour calculer le coefficient de réflexion, lorsque celle-ci est immergée dans un milieu d'indice n_0 avec la formule :

$$R = |r|^2 = \left| \frac{n_0 - Y_N}{n_0 + Y_N} \right|^2 \quad (6-12)$$

Nous avons représenté dans un diagramme d'admittance (partie imaginaire vs. partie réelle), l'évolution de l'admittance de la structure au cours de sa fabrication (Figure 6-17). Les points A à E correspondent à l'admittance obtenue à achèvement de chacune des couches. On peut noter que l'admittance est réelle et égale à l'indice du substrat après le dépôt de ces trois

premières couches, ce qui justifie que cette structure soit équivalente à une couche absente. Puis l'admittance atteint 1 soit l'indice de l'air, après dépôt des deux dernières couches, ce qui est typique d'un traitement antireflet.

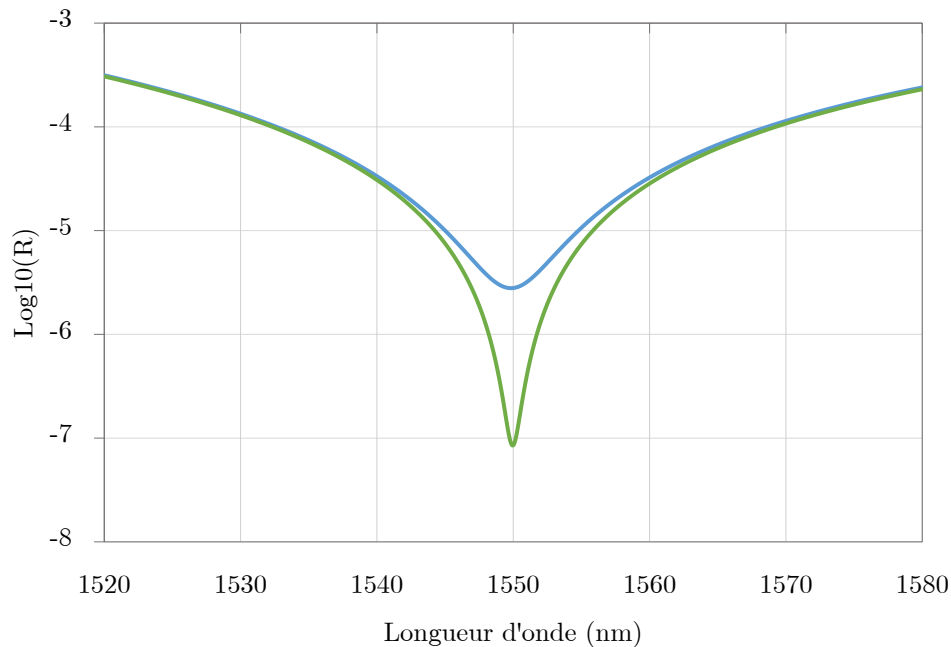


Figure 6-18 : Dépendance spectrale de la réflexion d'un antireflet comportant des erreurs de fabrication et pour lequel il est possible d'optimiser la réflectivité résiduelle par diminution de l'indice de réfraction des couches en chalcogénures.

Dans le cas où des erreurs de fabrication se produisent, l'impédance du filtre n'est alors pas égale à 1 à la fin du dépôt et la réflexion résiduelle n'est donc pas égale à 0. La partie du filtre à base de verres de chalcogénures peut alors être utilisée pour ajuster, par modification de l'indice des couches d'AMTIR-1, l'admittance Y du filtre et la faire tendre vers 1 et ainsi abaisser le coefficient de réflexion à la longueur d'onde de centrage. La Figure 6-18 présente le comportement théorique d'un filtre réalisé avec des erreurs dont on a exposé les couches de chalcogénures et donc abaissé leur indice de réfraction. On observe bien théoriquement une diminution du coefficient de réflexion (dans ce cas $\sim 1,5$ décades).

6.3.2.2 Résultats et discussions

La structure antireflet précédemment introduite a été réalisée pour la longueur d'onde de centrage de 1550 nm. La Figure 6-18 représente le profil spectral en réflexion du filtre théorique (avec des erreurs sur les épaisseurs $\pm 0,1$ nm) pour un substrat semi-infini et en échelle logarithmique. Nous observons donc ici directement l'effet du filtre interférentiel sur la face traitée. Il est important de noter qu'en pratique, le substrat ayant deux faces, la face non traitée ne permettra pas d'observer une telle courbe. Lors de la réalisation, pour s'affranchir de la réflexion de la face arrière du substrat, un traitement antireflet de type V-

coating centré ~ 1550 nm a préalablement été déposé en face arrière à l'aide de la machine Leybold Optics SYRUSpro 710.

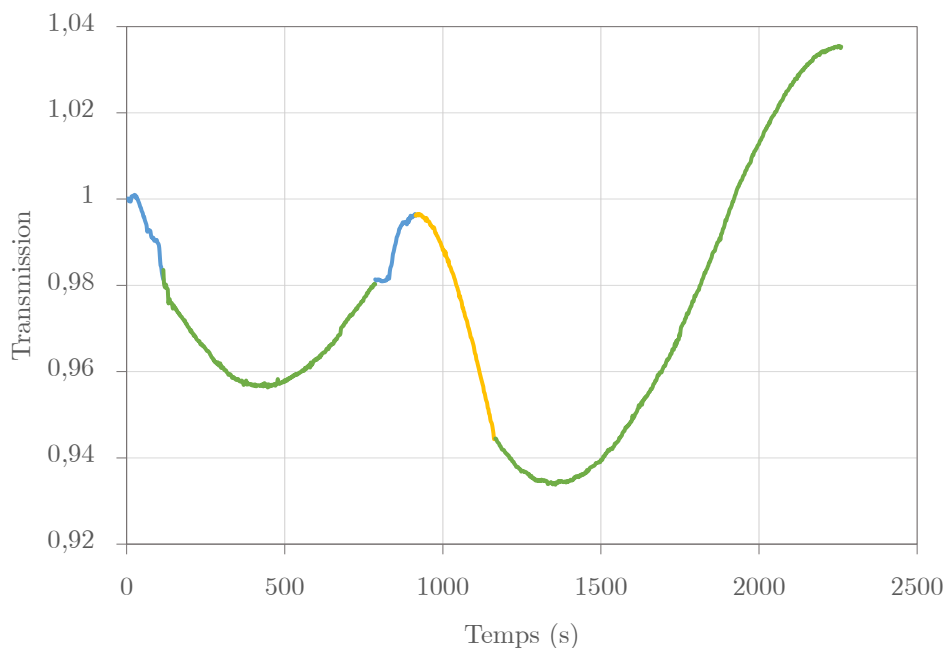


Figure 6-19 : Evolution de la transmission mesurée à la longueur d'onde de centrage par contrôle optique *in-situ* : en bleu – l'intensité mesurée au cours du dépôt des couches d'AMTIR-1, en vert – l'intensité mesurée au cours du dépôt des couches de SiO_2 et en jaune – l'intensité mesurée au cours du dépôt de la couche de Ta_2O_5

L'antireflet à 5 couches a ensuite été déposé sur la face avant de ce substrat dans la BAK600. Il est nécessaire de préciser que les épaisseurs des deux couches d'AMTIR-1 ont une épaisseur égale à 17,9 nm pour un centrage du filtre à 1550 nm. Or, une vitesse d'évaporation assez élevée avait été jusqu'à maintenant utilisée (typiquement entre 5 et 20 Å/s). Le choix de cette vitesse avait été motivé par les importantes épaisseurs à déposer pour la fabrication d'EODs, et donc la possibilité de limiter les temps de fabrication à quelques heures. Or ces vitesses de dépôt sont incompatibles avec le dépôt de couches fines telles que celles de la structure antireflet considérée. Nous avons donc abaissé les vitesses d'évaporation à 2 Å/s. Concernant la stratégie de dépôt, le contrôle s'est fait au quartz associé à un contrôle optique monochromatique centré à 1530 nm pour se prévenir de la dérive des spectres lors de la remise à l'air et donc garantir une longueur d'onde compatible avec notre gamme de mesure ($\lambda < 1570$ nm). Il permet de suivre l'évolution des signaux en cours de fabrication et notamment d'observer certains points caractéristiques de la structure, *i.e.* $Y = ns$ après dépôt de 3 couches et $Y = 1$ après dépôt de la structure complète (Figure 6-17).

Les trois premières couches ont été déposées avec un contrôle au quartz et un suivi de la transmission mesurée par le contrôle optique monochromatique. La transmission est normalisée avec la transmission du substrat nu, et est donc égale à 1 au début du dépôt. La

valeur de la transmission doit revenir à 1, la valeur de transmission initiale après dépôt des trois premières couches ($Y = ns$). On observe sur la Figure 6-19 que la transmission atteint 99,7%. La quatrième couche (de Ta_2O_5) a été également contrôlée au quartz alors que la dernière couche (de SiO_2) a été finalement contrôlée optiquement, l'arrêt du dépôt ayant été déclenché à obtention du maximum de transmission à la longueur d'onde de centrage du filtre. Comme le montre la dernière partie de la courbe de la Figure 6-20 en vert, la transmission atteint un maximum de $\sim 1,036$, soit 3,6% au-dessus de 100%, ce qui correspond à une valeur proche du facteur de réflexion de l'une des faces du substrat en silice qui est ainsi fortement diminuée grâce au traitement antireflet.

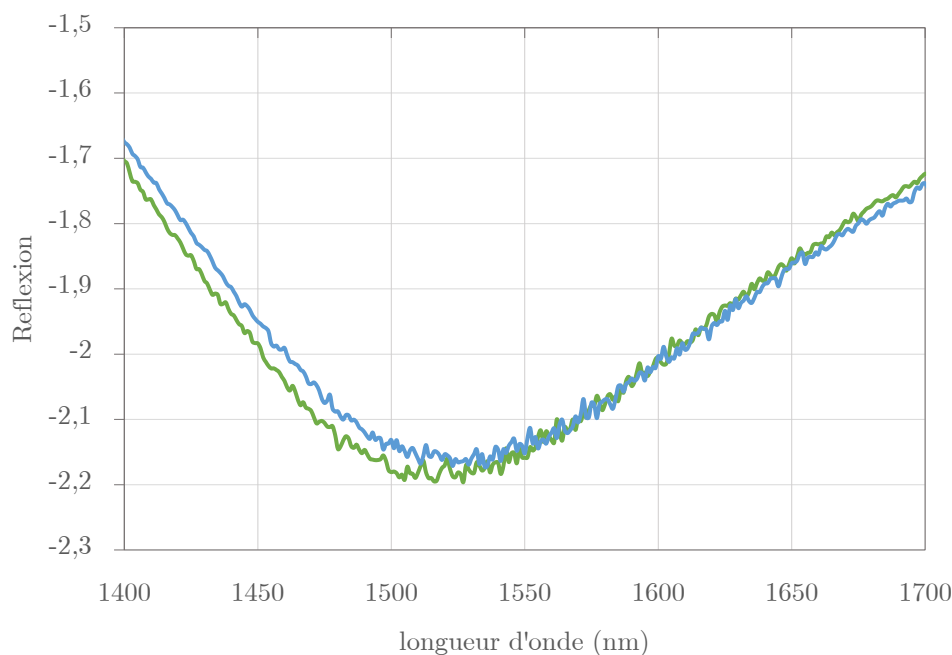


Figure 6-20 : Dépendance spectrale de la réflexion du traitement antireflet à base de chalcogénures : en bleu – avant exposition et en vert – après exposition

A la sortie du bâti, le traitement antireflet a ensuite été caractérisé au spectrophotomètre Lambda 1050 avec le module 8RT (module permettant une mesure absolue de la transmission et de la réflexion d'un échantillon au même point, sans remplacement de l'échantillon), puis exposé avec la source centrée à 808 nm sur une zone circulaire de 6 mm de rayon jusqu'à saturation et de nouveau caractérisé. Les facteurs de réflexion avant et après exposition sont représentés en échelle logarithmique sur la Figure 6-20. Le filtre est centré à ~ 1530 nm et non à 1550 nm (comme il aurait l'être compte tenu du décalage de 20 nm lors de la remise à l'air du bâti). Cette erreur de 20 nm par rapport au filtre théorique est difficilement explicable si aucune évolution spectrale du filtre ne s'est produite lors de la mise à l'air de la chambre de dépôt. Le facteur de réflexion atteint une valeur minimum de -2,15 en échelle log avant exposition et -2,2 après exposition. Soit une diminution de 0,05 en valeur absolue. Si cette valeur est faible par rapport à ce qui est présenté sur la Figure 6-18, c'est du à la nature

même du filtre. En effet l'impact de la diminution de l'indice de réfraction sur le coefficient est d'autant meilleur que le filtre a peu d'erreurs. On peut montrer que pour que l'effet soit notable avec cette structure la précision requise sur l'épaisseur de chacun des couches est de l'ordre de $\pm 0,1$ nm Dans ce cas, une diminution du facteur de réflexion entre 0,8 décades à 5 décades peut être observée (Figure 6-21).

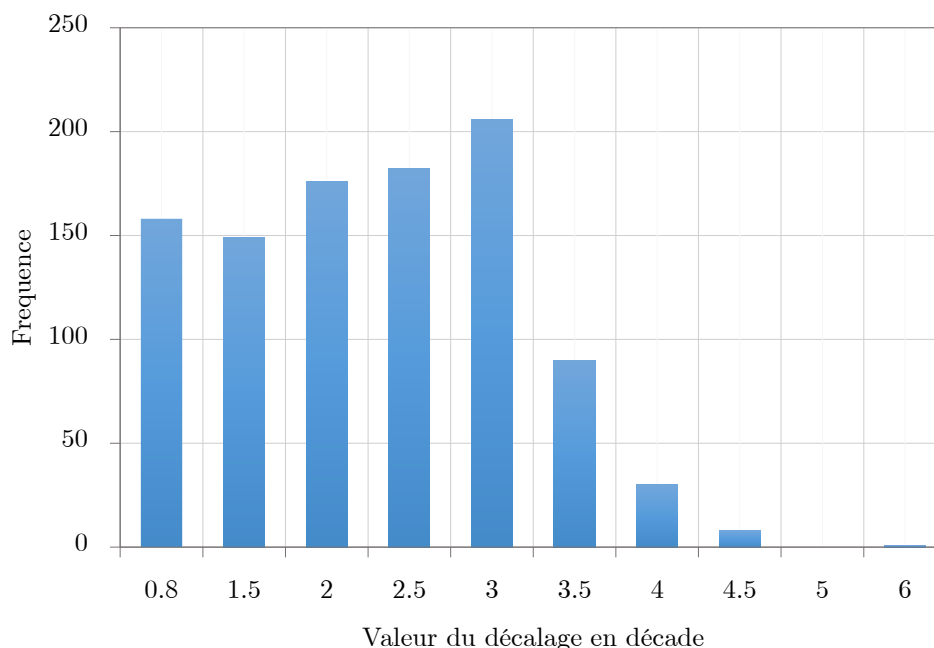


Figure 6-21 . Histogramme de l'étude statistique de la variation en décade du coefficient de réflexion par rapport à une erreur de ± 0.1 nm sur les épaisseurs du design

Ces résultats démontrent que le filtre antireflet doit présenter des erreurs de fabrication plus faibles que celles obtenues avec notre contrôle pour que l'effet des couches de chalcogénures photosensibles soit notable sur le facteur de réflexion (gain par exemple d'une décade) et ce compte tenu de nos variations d'indice limitées à quelques 10^{-2} . Néanmoins, l'intérêt des couches de chalcogénures photosensibles est d'augmenter la tolérance aux erreurs de fabrication dans le cas de structures à grandes performances. En effet, on peut montrer que pour obtenir un antireflet dont le facteur de réflexion vaut 10^{-8} à sa longueur d'onde de centrage, la précision sur chacune des épaisseurs optiques déposées doit atteindre la 4^{ème} ou 5^{ème} décimale. Avec l'ajout des couches de chalcogénures cette contrainte serait réduite de plusieurs ordres de grandeurs et les épaisseurs optiques devraient alors être maîtrisées avec une précision de l'ordre de $10^{-2} / 10^{-3}$. Ce qui est en accord avec les machines de dépôt actuelles les plus performantes. Cette nouvelle approche permettrait donc d'augmenter considérablement le taux de réussite lors de la fabrication d'un tel traitement antireflet.

6.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un ensemble de structures pouvant bénéficier de l'introduction de couches à base de verres de chalcogénures photosensibles. La première structure est de type Fabry-Perot dont la cavité a été réalisée en AMTIR-1. Les propriétés photosensibles de ce matériau ont été utilisées pour contrôler, après fabrication du filtre, sa longueur d'onde de centrage. En particulier, sous l'influence d'un champ électrique inclus dans la bande d'absorption du matériau photosensible, l'indice de réfraction diminue ce qui provoque une décroissance de l'épaisseur optique de la cavité et induit un décalage $\Delta\lambda = 7$ nm de la longueur d'onde de centrage du filtre. Suite à ces résultats, avec un montage optique composé d'une matrice de micro-miroirs, nous avons exposé localement un Fabry-Perot et démontré qu'il était possible de contrôler avec une résolution ~ 100 μm la longueur d'onde de centrage du filtre. Différentes expositions ont été réalisées afin de produire un Fabry-Perot dont la longueur d'onde de centrage est en réseau de carrés, en escalier et ou présente un pseudo-gradient. Cependant des évolutions seront nécessaires pour améliorer ces résultats ; notamment en termes de fabrication de filtres dans le but d'éviter la présence de non-uniformités locales mais également en termes de système optique en intégrant dans le système une diode laser de contrôle stabilisée. L'intérêt d'intégrer des couches minces amorphes en chalcogénures à d'autres types de fonctions de filtrage a également été démontré. Par exemple, il a été établi qu'il est possible de contrôler la position spectrale de la zone de transition d'un filtre dichroïque passe-haut ou bien d'optimiser la réflexion résiduelle de structures antireflets. Ces résultats préliminaires démontrent le fort potentiel lié à l'ajout de couches minces en verres de chalcogénures photosensibles pour le contrôle *a posteriori* des propriétés spectrales de filtres optiques interférentiels.

Conclusion et perspectives

Cette thèse avait pour but de mettre en place l'ensemble des outils nécessaires à la fabrication de prototypes de composants optiques à base de couches minces spatialement structurées. La première étape a donc consisté à remettre en route la Balzers BAK600 : bâti de dépôt par évaporation par canons à électrons (EBPD). En effet, ce dernier n'avait pas fonctionné depuis plus de deux ans et une mise à jour des logiciels de contrôle était de plus nécessaire pour sa semi-automatisation afin d'être en mesure d'optimiser les paramètres de dépôt. Cette tâche a nécessité des actions à la fois technologiques afin de remettre ce bâti en état de fonctionnement, de design optique pour la mise en place d'un contrôle optique *in-situ* et de programmation afin de générer une nouvelle interface de contrôle du dépôt. Une fois l'ensemble de ces tâches accomplies, l'ensemble des paramètres de dépôt des matériaux oxydes classiques (SiO_2 et Ta_2O_5) ont été ré-optimisés afin de valider le travail effectué sur la machine et d'être en mesure de réaliser des composants multicouches à base de ces matériaux. La stabilité et la reproductibilité des dépôts réalisés nous ont assuré du bon fonctionnement de la machine et les travaux de recherches sur les composants multicouches spatialement structurés ont pu alors pleinement démarrer.

L'objectif principal était de produire des composants optiques à base de couches minces optiques de verres de chalcogénures photosensibles. Le candidat retenu pour ces études est l'AMTIR-1 ($\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$) d'une part parce qu'il présente des variations d'indice photo-induites importantes (quelques 10^{-2}) et d'autre part parce que c'est un verre commercial, donc facile à approvisionner et connu pour être stable et répétable. L'ensemble des paramètres de dépôt ont été mis en place afin de produire des monocouches de chalcogénures d'AMTIR-1 par *Electron Beam Physical Vapor Deposition*. Les propriétés optiques de ces couches ont ensuite été étudiées par mesure de leur réponse spectrale en réflexion et transmission à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda 1050 entre 500-2000 nm. Par analyse et modélisation des courbes mesurées, l'ensemble des constantes optiques de ces couches ont été déterminées. Les modèles pour tenir compte de la dispersion spectrale des constantes optiques sont nombreux, mais celui retenu pour caractériser les monocouches d'AMTIR-1 est le modèle de Tauc-Lorentz. Ce modèle a pour principal atout d'être compatible avec de très fortes absorptions, ce qui était nécessaire pour les couches d'AMTIR-1 compte tenu de leur très grande absorption dans le visible. A l'aide de ces résultats, il a ainsi été possible d'une part de déterminer la dispersion d'indice de ces couches et d'utiliser ces résultats pour le design de structures multicouches. D'autre part, une analyse précise de la bande d'absorption intrinsèque du matériau a permis de sélectionner une longueur d'onde d'exposition optimale pour la génération d'une variation d'indice quasi-uniforme dans le volume de couches épaisses

pouvant excéder 10 μm d'épaisseur. La photosensibilité des couches a été étudiée en détail. Des variations d'indice de l'ordre de 4×10^{-2} à 1 μm ont été démontrées. De plus, une étude à long terme de la stabilité des couches fabriquées a permis de confirmer, qu'à condition de protéger l'échantillon des sources de lumière externes, l'indice et les variations d'indices photo-induites sont stables dans le temps.

Ces couches d'AMTIR-1 ont enfin été combinées à des couches d'oxydes afin de produire des éléments optiques spatialement structurés. Les premiers éléments fabriqués ont été des éléments optiques diffractifs (EODs) en volume. Pour ce faire, des couches d'AMTIR-1 d'épaisseur égale à 13 μm ont été déposées entre deux structures antireflets à base d'oxydes. Grâce à cette structure, il a été possible de générer un déphasage local de π après exposition à 808 nm de la couche sans variation de la transmission de la couche à 984 nm. Un montage basé sur une matrice de micro-miroirs a également été développé, afin de permettre de réaliser une exposition structurée des couches d'AMTIR-1 avec une résolution spatiale de 50 μm . Divers EODs de volume à complexité croissante ont été conçus et enregistrés dans ces structures multicouches à savoir un lame à quatre quadrants pour la génération de modes d'ordre supérieurs (TM_{00} vers TM_{11}), des EODs permettant la génération de flat-top à profil circulaire ou carré et un EOD pour la génération d'une matrice de 4 points. Le très bon accord entre théorie et expérience montre le potentiel de cette nouvelle approche pour la génération d'EODs de volume.

Les autres éléments étudiés étaient des filtres optiques interférentiels multicouches. La première structure était un filtre passe-bande de type Fabry-Perot dont la cavité est constituée d'AMTIR-1. Nous avons montré la possibilité de contrôler localement la longueur d'onde de centrage du filtre et ce malgré quelques difficultés technologiques. Ces dernières étant liées à d'éventuels problèmes de compatibilité entre couches de matériaux oxydes et non-oxydes et/ou à des limitations du montage utilisé pour le contrôle de l'exposition structurée de ces composants. Enfin, nous avons étendu cette approche à d'autres fonctions de filtrage ; par exemple des filtres passe-haut pour le contrôle du flanc du filtre ou des structures antireflets pour le contrôle du centrage et/ou de la réflexion résiduelle du filtre.

Au-delà de tous ces résultats théoriques et expérimentaux, un ensemble d'évolutions et d'améliorations semblent possibles. Tout d'abord, nous nous sommes quasi-exclusivement intéressés à des couches d'AMTIR-1. Or, il existe d'autres matériaux présentant des propriétés de photosensibilité ; que ce soient des variations d'indice de réfraction photo-induites ou des variations d'autres propriétés telles que la biréfringence par exemple. Une étude systématique des propriétés de l'ensemble de ces matériaux permettrait une plus grande flexibilité pour le design d'éléments optiques microstructurés en volume. De plus, concernant les EODs, nous nous sommes seulement intéressés aux EODs binaires. Or, l'efficacité de

diffraction théorique de ce genre de composant est inférieure à 80%. Augmenter l'efficacité de diffraction nécessiterait l'utilisation d'EODs à multi-niveaux de phase. Des travaux sont actuellement en cours afin de fabriquer ce genre d'éléments à base de chalcogénures. Mais le contrôle précis de chaque niveau de phase nécessite la mise en place d'une procédure bien spécifique. Enfin concernant les filtres optiques interférentiels spatialement structurés, le principe de correction de la réponse spectrale de ces filtres a été démontré et un ensemble d'améliorations a également été proposé dans le Chapitre 6. Mais, il est évident que compte tenu des variations d'indice n'excédant pas 1 ou 2%, cet effet reste limité à la correction d'erreurs de fabrication de faible amplitude. Or la BAK600 n'est pas une machine compatible avec la réalisation d'empilements complexes du fait des erreurs résiduelles sur l'épaisseur optique de chacune des couches déposées. Une validation complète de ces principes nécessiterait donc de transférer cette technologie des couches de verres de chalcogénures photosensibles à des bâtis plus performants tels que la machine Leybold SYRUSpro 710. Néanmoins, il est évident qu'un tel transfert nécessitera de valider l'effet de ces matériaux non oxydes sur les couches de matériaux oxydes fabriquées par la suite afin d'éviter toute pollution irréversible de ce bâti récent et performant.

Pour finir, il est à noter que l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette thèse l'ont été à des longueurs d'onde du proche infrarouge ; en partie pour des raisons de disponibilité des moyens de caractérisation. Néanmoins, ces résultats mériteraient d'être étendus au moyen infrarouge, par exemple pour la vision de nuit (3-5 μm et 8-12 μm) et pour mettre en valeur les propriétés de transparence des verres de chalcogénures dans ces domaines spectraux dont le nombre d'applications est croissant avec l'apparition de très nombreuses sources nouvelles telles que les lasers à cascade quantique.

Références

- [1] P. Louda, «Applications of thin coatings in automotive industry,» *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*, vol. 24, pp. 51-56, 2007.
- [2] K. Rabinovitch et G. Toker, «Genetic algorithm and thin-film design,» *Proceedings SPIE*, vol. 2262, pp. 163-174, 1994.
- [3] A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov et G. W. DeBell, «Application of the needle optimization technique to the design of optical coatings,» *Applied Optics*, vol. 35, pp. 5493-5508, 1996.
- [4] M. Scherer, U. Schallenberg, H. Hagedorn, W. Lehnert, B. Romanov et A. Zoeller, «High performance Notch Filter Coatings produced with PIAD and Magnetron sputtering,» [En ligne]. Available: http://www.buhlergroup.com/global/en/downloads/High_performance_Notch_Filter_Coatings_produced_with_PIAD_and_Magnetron_Sputtering.pdf.
- [5] S. Liukaityte, M. Lequime, M. Zerrad, T. Begou et M. Amra, «Broadband spectral transmittance measurements of complex thin-film filters with optical densities of up to 12,» *Optics Letters*, vol. 40, pp. 3225-3228, 2015.
- [6] H. A. Macleod, *Thin-Film Optical Filters*, Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, 2001.
- [7] C. Kress et P. Meyrueis, *Applied Digital Optics: From Micro-optics to Nanophotonics*, Wiley, 2009.
- [8] G. N. Nguyen, K. Heggarty, A. Bacher, P. Jakobs, D. Häringer, P. Gerard, P. Pfeiffer et P. Meyrueis, «Iterative scalar nonparaxial algorithm for the design of Fourier phase elements,» *Optics Letters*, vol. 39, pp. 5551-5554, 2014.
- [9] T. Fujita, H. Nishihara et J. Koyama, «Fabrication of micro lenses using electron-beam lithography,» *Optics Letters*, vol. 6, pp. 613-615, 1981.
- [10] S. Sinzinger et J. Jahns, *Microoptics*, Wiley-Vch, 2003.
- [11] F. Salgado-Remacha, L. Sanchez-Brea et E. Bernabeu, «Micromachining of Diffractive Optical Elements Embedded in Bulk Fused Silica by Nanosecond Pulses,» *Journal of Lightwave Technology*, vol. 29, pp. 850-855, 2011.
- [12] G. N. Buynov, A. V. Lukin, T. A. Lukina, T. B. Sidorova et A. F. Skochilov, «Diffraction optical elements on thick layers of dichromated gelatin,» *Proceedings SPIE*, vol. 3317, p. 178, 1997.

-
- [13] C. Carré, E. Balnois, G. Vignaud, A. C. Yong et K. Heggarty, «Caractérisation de microstructures polymères diffractantes par AFM,» chez *15eme Forum des Microscopies à Sonde Locale*, Saint Jacut de la mer, 2012.
- [14] C. Kopp, L. Ravel et P. Meyrueis, «Efficient beamshaper homogenizer design combining diffractive optical elements, microlens array and random phase plate,» *Journal of Optics A: Pure Applied Optics*, vol. 1, pp. 398-403, 1999.
- [15] G. Wernicke, «Binary diffractive beam splitters with arbitrary diffraction angles,» *Optics Letters*, vol. 32, p. 448, 2007.
- [16] A. Sabatyan et B. Meshginqalam, «Generation of annular beam by a novel class of Fresnel zone plate,» *Applied Optics*, vol. 53, pp. 5995-6000, 2014.
- [17] M. Duocastella et C. B. Arnold, «Bessel and annular beams for materials processing,» *Laser Photonics Review*, vol. 5, pp. 607-621, 2012.
- [18] S. Haas, G. Schöpe et C. Zahren, «Analysis of the laser ablation processes for thin-film silicon solar cells,» *Applied Physics A*, vol. 92, pp. 755-759, 2008.
- [19] J. Cordingley, «Application of a binary diffractive optic for beam shaping in semiconductor processing by lasers,» *Applied Optics*, vol. 23, p. 2538, 1993.
- [20] A. Shpunt, «Method and system for object reconstruction». Brevet 9066084, 2013.
- [21] M. Bauer, D. Griebach, A. Hermerschmidt, S. Krüger, M. Scheele et A. Schischmanow, «Geometrical camera calibration with diffractive optical elements,» *Optics Express*, vol. 16, pp. 20241-20248, 11 2008.
- [22] M. Galub et I. Grossinger, «Diffractive optical elements for biomedical applications,» [En ligne]. Available: http://www2.hadaram.co.il/Diffractive_Optics_Publications/Biospape.pdf.
- [23] J. E. Curtis, B. A. Koss et D. G. Grier, «Dynamic holographic optical tweezers,» *Optics Communications*, vol. 207, pp. 169-175, 2002.
- [24] Y. Iketaki et N. Bokor, «Super-resolution microscope using a two-color phase plate for generating quasi Laguerre-Gaussian beam,» *Optics Communications*, vol. 285, pp. 3798-3804, 2012.
- [25] D. W. Hewak, D. Brady et R. J. Curry, Chalcogenide glasses for photonics device application, Kerala (India): Ganapathy Senthil Murrugan, 2010.
- [26] B. J. Eggleton, B. Luther-Davies et K. Richardson, «Chalcogenide photonics,» *Nature Photonics*, vol. 5, pp. 141-148, 2011.
- [27] J. Phillips, «Topology of covalent non-crystalline solids I: Short-range order in Chalcogenide alloys,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 34, pp. 153-181, 1979.
- [28] K. Tanaka, «Structural phase transitions in chalcogenide glasses,» *Physic Review B*, vol. 39, pp. 1270-1279, 1989.

-
- [29] A. A. Al-Ghamdi, «Optical band gap and optical constants in amorphous $\text{Se}_{96-x}\text{Te}_4\text{Ag}_x$ thin films,» *Vacuum*, vol. 80, pp. 400-405, 2006.
- [30] C. R. Schardt, J. H. Simmons, P. Lucas, L. L. Neindre et J. Licas, «Photodarkening in $\text{Ge}_3\text{Se}_{17}$ glass,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 274, pp. 23-29, 2000.
- [31] K. Tanaka, «Photoinduced fluidity in chalcogenide glasses,» *Comptes Rendus Chimie*, vol. 5, pp. 805-8011, 2002.
- [32] K. Tanaka, K. Ishida et N. Yoshida, «Mechanism of photoinduced anisotropy in chalcogenide glasses,» *Physics Review B*, vol. 54, p. 9190, 1996.
- [33] S. Wong, M. Deubel, F. P. Willard, S. John et G. Ozin, «Direct writing of three-dimensional photonic crystals with a complete photonic bandgap in chalcogenide glasses,» *Advanced Materials*, vol. 18, pp. 265-269, 2006.
- [34] J.-F. Viens, C. Meneghini, A. Villeneuve, T. V. Galstian, E. Knystautas, M. A. Duguay, K. A. Richardson et T. Cardinal, «Fabrication and characterization of integrated optical waveguides in sulphide chalcogenide glasses,» *Journal of Lightwave Technologies*, vol. 17, pp. 1184-1191, 1999.
- [35] C. Meneghini et A. Villeneuve, «As₂S₃ photo-sensitivity by two-photon absorption: holographic gratings and self-written channel waveguides,» *Journal of the Optical Society of America B*, vol. 15, pp. 1946-2950, 1998.
- [36] S. Song, S. Howard, Z. Liu, A. O. Dirisu, C. F. Gmachl et C. B. Arnold, «Mode tuning of quantum cascade lasers through optical processing of chalcogenide glass claddings,» *Applied Physics Letters*, vol. 89, p. 041115, 2006.
- [37] G. Yang, H. Jain, A. Ganjoo, D. Zhao, Y. Xu, H. Zeng and G. Chen, "A photo-stable chalcogenide glass," *Optics Express*, vol. 16, no. 14, pp. 10565-10571, 2008.
- [38] T. Miyashita et Y. Terunuma, «Optical transmission loss As-S fiber uv 1.0-5.5 μm wavelength region,» *Japon Journal of Applied Physics*, vol. 21, pp. L75-L76, 1982.
- [39] J. Sanghera, L. Shaw, L. Busse, V. Nguyen, P. Pureza et B. Cole, «Development and infrared applications of chalcogenide glass optical fibers,» *Fiber Integrated Optics*, vol. 19, pp. 251-274, 2000.
- [40] B. Temelkuran et al, «Wavelength-scalable hollow optical fibers with large photonics bandgaps for CO₂ laser transmission,» *Nature*, vol. 420, pp. 650-653, 2002.
- [41] J. S. Sanghera et I. D. Aggarwal, «Development of chalcogenide glass fiber optics at NRL,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 213, pp. 63-67, 1997.
- [42] J. Sanghera, L. Shaw, L. Busse, V. Nguyen, P. Pureza et B. Cole, «Development and infrared application of chalcogenide glass optical fibers,» *Fiber Integrated Optics*, vol. 19, pp. 251-274, 2000.

-
- [43] J. A. Savage, «Optical properties of chalcogenide glasses,» *Journal of non-Crystalline Solids*, vol. 47, pp. 101-116, 1982.
- [44] D. Lezal, J. Pedlikova, K. Gurovic et R. Vogt, «The preparation of chalcogenide glasses in chlorine reactive atmosphere,» *Ceramics*, vol. 40, pp. 55-59, 1996.
- [45] J. Sanghera, «Process for removing hydrogen and carbon impurities from glasses by adding a tellurium halide». US Brevet 5779757, 1998.
- [46] P. Lucas, M. R. Riley, C. P. Boussard et B. Bureau, «Advances in chalcogenide fiber evanescent wave biochemical sensing,» *Analytical Biochemistry*, vol. 351, pp. 1-10, 2006.
- [47] J. Carrier, M.-L. Brandily, H. Lhermite, K. Michel, B. Bureau, F. Verger et V. Nazabal, «Evanescent wave optical micro-sensor based on chalcogenide glass,» *Sensor and Actuators B: Chemical*, vol. 173, pp. 468-476, 2012.
- [48] M.-L. Brandily, V. Monbet, B. Bureau, C. Broussard-Plédel, O. Loreal, J.-L. Adam et O. Sire, «Identification of foodborne pathogens within food matrices by IR spectroscopy,» *Sensor and Actuators B: Chemical*, vol. 160, pp. 202-206, 2011.
- [49] A. Pope, A. Schulte, G. Y, L. Ono, B. R. Cuenya et C. Lopez, «Chalcogenide waveguide structures as substrates and guiding laser for evanescent wave Raman spectroscopy of bacteriorhodopsin,» *Vibrational Spectroscopy*, vol. 42, pp. 249-253, 2006.
- [50] J. Hu, V. Tarasov, A. Agarwal, L. Kimerling, N. Carlie, L. Petit et K. Richardson, «Fabrication and testing of planar chalcogenide waveguideintegrated microfluidic sensor,» *Optics Express*, vol. 15, pp. 2307-2314, 2007.
- [51] J. Hu, N. Carlie, L. Petit, A. Agarwal, K. Richardson et L. Kimerling, «Demonstration of chalcogenide glass racetrack microresonators,» *Optics Letters*, vol. 33, pp. 761-763, 2008.
- [52] P. Russel, «Photonic crystal fibers,» *Science*, vol. 299, p. 358, 2003.
- [53] N. A. Mortensen, M. D. Nielsen, J. R. Folkenberg, A. Petersson et H. R. Simonsen, «Improved large-mode-area endlessly single-mode photonic crystal fibers,» *Optics Letters*, vol. 28, pp. 393-395, 2003.
- [54] J. M. Dudley, G. Genty et S. Coen, «Supercontinuum generation in photonic crystal fiber,» *Reviews of Modern Physics*, vol. 78, p. 1185, 2006.
- [55] A. Zakery et S. Elliott, « Optical properties and applications of chalcogenide glasses: a review,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 330, pp. 1-12, 2003.
- [56] F. Désévéday, G. Renversez, J. Troles, P. Houizot, L. Brilland, I. Vasilief, Q. Coulombier, N. Traynor, F. Smektala et J.-L. Adam, «Chalcogenide glass hollow core photonic crystal fibers,» *Optical Materials*, vol. 32, pp. 1532-1539, 2012.

-
- [57] W. Yuan, «2–10 μm mid-infrared supercontinuum generation in As_2Se_3 photonic crystal fiber,» *Laser Physics Letters*, vol. 10, p. 095107, 2013.
- [58] M. Kim, «Preparation and observation of an artifact-free $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ TEM specimen by the small angle cleavage technique,» *Materials Characterisation*, vol. 56, pp. 245-249, 2005.
- [59] H.-S. Wong, S. Raoux, S. Kim, J. Liang, J. P. Reifenberg, B. Rajendran, M. Asheghi et K. E. Goodson, «Phase Change Memory,» *Proceedings of the IEEE*, vol. 98, pp. 2201-2227, 2010.
- [60] «<http://www.extremetech.com/>,» [En ligne]. Available: <http://www.extremetech.com/extreme/182096-ibm-demonstrates-next-gen-phase-change-memory-thats-up-to-275-times-faster-than-your-ssd>.
- [61] N. V. Nikonorov, L. B. Glebov, G. Y. Petrovsky et K. A. Cerqua-Richardson, «New oxide and nonoxide glasses for waveguide applications,» *Proceedings SPIE*, vol. 2287, p. 200, 1994.
- [62] J. Viens, C. Meneghini, A. Villeneuve, T. Galstian, E. Knystautas, M. Duguay, K. Richardson et T. Cardinal, «Fabrication and Characterization of Integrated Optical Waveguides in Sulfide Chalcogenide Glasses,» *Journal of Lightwave Technology*, vol. 17, pp. 1184-1191, 1999.
- [63] L. Tichy, H. Ticha, P. Nagels, R. Callaerts, R. Mertens et M. Vlcek, «Optical properties of amorphous As–Se and Ge–As–Se thin films,» *Materials Letters*, vol. 39, pp. 122-128, 1999.
- [64] M. Abdel-Rahim, «Annealing dependence of optical and electrical properties of $\text{Ga}_8\text{As}_{46}\text{Te}_{46}$ thin films,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 60, pp. 29-39, 1999.
- [65] S. A. Fayek, M. El-Ocker et A. S. Hassanien, «Optical and electrical properties of $\text{Ge}_{10+x}\text{Se}_{40}\text{Te}_{50-x}$ thin film,» *Materials Chemistry and Physics*, vol. 70, pp. 231-235, 2001.
- [66] M. Olivier, P. Němec, G. Boudebs, R. Boidin, C. Focsa et V. Nazabal, «Photosensitivity of pulsed laser deposited Ge–Sb–Se thin films,» *Optical Materials Express*, vol. 5, pp. 781-793, 2015.
- [67] V. Nazabal, A. M. Jurdyc, P. Němec, M. L. Brandily-Anne, L. Petit, K. Richardson et J. L. Adam, «Amorphous Tm^{3+} doped sulfide thin films fabricated by sputtering,» *Optical Materials*, vol. 33, pp. 220-226, 2012.
- [68] H. Ticha, L. Tichy, P. Nagels, E. Sleetckx et R. Callaerts, «Temperature dependence of the optical gap in thin amorphous films of As_2S_3 , As_2Se_3 and other basic non-

- crystalline chalcogenides,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 61, pp. 545-550, 2000.
- [69] W. Shen, M. Cathelinaud, M. Lequime, V. Nazabal et X. Liu, «Photosensitive post tuning of chalcogenide $\text{Te}_{20}\text{As}_{30}\text{Se}_{50}$ narrow bandpass filters,» *Optics communications*, vol. 281, pp. 3726-3731, 2008.
- [70] F. Verger, V. Nazaba, F. Colas, P. Němec, C. Cardinaud, E. Baudet, R. Chahal, E. Rinnert, K. Boukerma, I. Peron, S. Deputier, M. Guilloux-Viry, J. Guin, H. Lhermite, A. Moreac, C. Compère et B. Bureau, «RF sputtered amorphous chalcogenide thin films for surface enhanced infrared absorption spectroscopy,» *Optical Material Express*, vol. 3, pp. 2112-2131, 2013.
- [71] M. R. Lamont, B. Luther-Davies, D.-Y. Choi, S. Madden, X. Gai et B. J. Eggleton, «Net-gain from a parametric amplifier on a chalcogenide optical chip,» *Optics Express*, vol. 16, pp. 20374-20381, 2008.
- [72] S. Pongratz et A. Zöller, «Ion assisted deposition with an advanced plasma source,» *Radiation Effects and Defects in Solids*, vol. 127, pp. 327-339, 1994.
- [73] M. Frumar, B. Frumarova, P. Nemec, T. Wagner, J. Jedelsky et M. Hrdlicka, «Thin chalcogenide films prepared by pulsed laser deposition - new amorphous materials applicable in optoelectronics and chemical sensors,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 352, pp. 544-561, 2006.
- [74] R. A. Jarvis, R. P. Wang, A. V. Rode, C. Zha et B. Luther-Davies, «Thin film deposition of $\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$ by pulsed laser deposition and thermal evaporation: Comparison of properties,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 353, pp. 947-949, 2007.
- [75] D. Maiti, A. Acharya, M. Chakraborty et A. Konar, «Tuning PID and PI(l)D(d) Controllers using the Integral Time Absolute Error Criterion,» 2008. [En ligne]. Available: <http://arxiv.org/ftp/arxiv/papers/0811/0811.0083.pdf>.
- [76] A. Zakery, «Pulsed Laser Deposition of Chalcogenide films for nonlinear photonic applications,» *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, vol. 7, pp. 1143-1155, 2005.
- [77] R. Wang, «Structural relaxation and optical properties in amorphous $\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$ films,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 353, pp. 950-952, 2007.
- [78] R. A. Jarvis, R. Wang, A. Rode, C. Zha et B. Luther-Davies, «Thin Films deposition of $\text{Ge}_{33}\text{As}_{12}\text{Se}_{55}$ by pulsed laser deposition and thermal evaporation: Comparaison of properties,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 353, pp. 947-949, 2007.

-
- [79] W. Shen, M. Cathelinaud, M. Lequime, F. Charpentier et V. Nazabal, «Light trimming of a narrow bandpass filter based on a photosensitive chalcogenide spacer,» *Optics express*, vol. 16, pp. 373-383, 2008.
- [80] F. A. Jenkins et H. White, *Fundamentals of Optics*, New York: McGraw-Hill, 1981.
- [81] H. M. Lidell, «Theoretical determination of the optical constants of weakly absorbing thin films,» *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 7, pp. 1588-1596, 1974.
- [82] R. Kronig, «On the theory of dispersion of X-rays,» *Journal of the Optics Society of America*, vol. 12, pp. 547-556, 1926.
- [83] G. Jellison et F. Modine, «Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region,» *Applied Physics Letters*, vol. 69, pp. 371-373, 1996.
- [84] B. V. Blanckenhagen, D. Tordova et J. Ullmann, «Application of the Tauc-Lorentz formulation to the interband absorption of optical coating materials,» *Applied Optics*, vol. 41, pp. 3137-3141, 2002.
- [85] M. Kildemo, R. Ossikovski et M. Stchakovsky, «Measurement of the absorption edge of thick transparent substrates using the incoherent reflection model and spectroscopic UV-visible-near IR ellipsometry,» *Thin Solid Films*, vol. 108, pp. 313-314, 1998.
- [86] G. Jellison, V. Merkulov, A. Puretzky, D. Geohegan, G. Eres, D. Lowndes et J. Caughman, «Characterization of thin-film amorphous semiconductors using spectroscopic ellipsometry,» *Thin Solid Films*, vol. 377, pp. 68-73, 2000.
- [87] Z. G. Hua, Z. M. Huang, Y. N. Wu, S. H. Hu, G. S. Wang, J. H. Ma et J. H. Chu, «Optical characterization of ferroelectric Bi_{3.25}La_{0.75}Ti₃O₁₂ thin films,» *European Physical Journal B*, vol. 38, pp. 431-436, 2004.
- [88] L. Gao, F. Lemarchand et M. Lequime, «Comparaison of different dispersion models for single optical thin film index determination,» *Thin Solid Films*, vol. 520, pp. 501-509, 2011.
- [89] J. Manificier, J. Gasiot et J. Fillard, «A simple method for the determination of the optical constants n, k and the thickness of a weakly absorbing thin film,» *Journal of Physics E*, vol. 9, pp. 1002-1004, 1976.
- [90] R. Swanepoel, «Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon,» *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 16, pp. 1214-1222, 1983.
- [91] A. G. Sisonyuk, «A posteriori error of the transmission interference method of thin film refractive index calculation,» *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 29, pp. 1068-1070, 1996.

-
- [92] S. R. Elliott, «Chalcogenide Glasses,» chez *Material Science and Technology*, Wiley-VCH, 1991.
- [93] K. Petkov, R. Todorov, D. Kozhuharova, L. Tichy, E. Cernoskova et P. J. S. Ewen, «Changes in the physicochemical and optical properties of chalcogenide thin films from the systems As-S and As-S-Ti,» *Journal of Materials Science*, vol. 39, pp. 961-968, 2004.
- [94] T. Wagner, S. O. Kasap, M. Vlcek, M. Frumar, P. Nesladek and M. Vlcek, "The preparation of the $\text{Ag}_x(\text{AsS})_{100-x}$ amorphous films by optically-induced solid state reaction and the films properties," *Applied Surface Science*, Vols. 175-176, pp. 117-122, 2001.
- [95] A. Matsuda, S. Iizima, H. Hamanaka et K. Tanaka, «Reversible photo-induced volume changes in evaporated As_2S_3 and $\text{As}_4\text{Se}_5\text{Ge}$ films,» *Solid State Communications*, vol. 19, pp. 499-501, 1976.
- [96] C. R. Schardt, J. H. Simmons, P. Lucas, L. L. Neindre et J. Lucas, «Photodarkening in $\text{Ge}_3\text{Se}_{17}$ glass,» *Journal of non-crystalline solids*, vol. 274, pp. 23-29, 2000.
- [97] A. v. Popta, R. DeCorby, C. Haugen, T. Robinson et J. McMullin, «Photoinduced refractive index change in As_2Se_3 by 633nm illumination,» *Optics Express*, vol. 10, pp. 639-644, 2002.
- [98] L. B. Glebov, «Kinetics modeling in photosensitive glass,» *Optical Material*, vol. 25, pp. 413-418, 2004.
- [99] J. Lumeau et L. B. Glebov, «Modeling of the induced refractive index kinetics in photo-thermo-refractive glass,» *Material Express*, vol. 3, pp. 95-104, 2013.
- [100] R. Ston, M. Vleck and H. Jain, "Structure and Photoinduced changes in bulk and films of As-Ge-S system," *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vols. 326-327, pp. 220-225, 2003.
- [101] M. Frumar, B. Frumar, T. Wagner et P. Nemec, «Photo-Induced Phenomena in Amorphous Glassy Chalcogenides,» chez *Photo-Induced in Amorphous Semiconductors*, Wiley-VCH, 2003, pp. 27-28.
- [102] S. Schroeter, M. Vlcek, R. Poehlmann et A. Fiserova, «Efficient diffractive optical elements in chalcogenide glass layers fabricated by DUV laser writing,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 68, pp. 916-919, 2007.
- [103] A. Kovalskiy, J. Cech, M. Vlcek, C. M. waits, M. Dubey, W. R. Heffner et H. Jain, «Chalcogenide glass e-beam and photoresists for ultrathin grayscale patterning,» *Journal Micro/Nanolithography*, vol. 8, 2009.

-
- [104] A. Kovalskiy, M. Vlcek, H. Jain, A. Fiserova, C. M. Waits et M. Dubey, «Development of chalcogenide glass photoresists for gray scale lithography,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 352, pp. 589-594, 2006.
- [105] H. Hisakuni et K. Tanaka, «Optical fabrication of microlenses in chalcogenide glasses,» *Optics Letters*, vol. 20, pp. 958-960, 1995.
- [106] J. Teteris et M. Reinfelde, «Holographic recording in amorphous chalcogenide thin films,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 353, pp. 1450-1453, 2007.
- [107] H. Jia, G. Chen, Z. Hou, L. Liu, W. Wang, M. Affatigato et S. Feller, «UV-visible absorption of lead silicate glasses after UV laser irradiation,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 319, pp. 322-326, 2003.
- [108] M. SeGall, V. Rotar, J. Lumeau, S. Mokhov, B. Zeldovich et L. B. & Glebov, «Binary Volume Phase Masks in Photo-Thermo-Refractive Glass,» *Optics Letters*, vol. 37, pp. 1190-1192, 2012.
- [109] M. Segall, *Volume Phase Mask in Photo-Thermo-Refractive Glass*, Orlando-Florida, 2012.
- [110] J.W. Goodman, *Introduction to Fourier Optics*, Paris: Masson&Cie, 1972.
- [111] O. Ripoll, V. Kettunen et H. Herzig, «Review of iterative Fourier-transform algorithms for beam shaping applications,» *Optical Engineering*, vol. 43, pp. 2549-2556, 2004.
- [112] N. Yoshikawa et T. Yatagai, «Phase optimization of kinoform by simulated annealing,» *Applied optics*, vol. 33, pp. 863-868, 1994.
- [113] M. S. Kim et C. Guest, «Simulated annealing algorithm for binary phase only filters in pattern classification,» *Applied Optics*, vol. 29, pp. 1203-1208, 1990.
- [114] N. C. Evans et D. L. Shealy, «Design and optimization of ann irradiance profile-shaping system with a genetic algorithm method,» *Applied Optics*, vol. 37, pp. 5216-5221, 1998.
- [115] R. W. Gerchberg et W. O. Saxton, «A Practical Algorithm for the Determination of Phase from Image and Diffraction Plane Pictures,» *Optik*, vol. 35, pp. 237-246, 1972.
- [116] J. S. Liu et M. R. Taghizadeh, «Iterative algorithm for the design of diffractive phase elements for laser beam shaping,» *Optics Letters*, vol. 27, pp. 1463-1465, 2002.
- [117] L. B. Lesem, P. M. Hirsch et J. Jordan, «The kinoform: a new wavefront reconstruction device,» *IBM Journal of Research and Development*, vol. 13, pp. 150-155, 1969.
- [118] H. Anderson, M. Ekberg, S. Hard, S. Jacobsson, M. Larsson et T. Nilsson, «Single photomask multilevel kinoform in quartz and photoresist: manufacture and evaluation,» *Applied Optics*, vol. 29, pp. 4259-4267, 1990.

-
- [119] C.-M. Chang et H.-P. D. Shieh, «Design of illumination and projection optics for projectors with single digital micromirror devices,» *Applied Optics*, vol. 39, pp. 3202-3208, 2000.
- [120] M. Liang, R. Stehr et A. Krause, «Confocal patterin perdio in multiple-aperture confocal imaging systems with coherent illumination,» *Optics Lettters*, vol. 22, pp. 751-753, 1997.
- [121] R. Nesbitt, S. Smith, R. Molnar et S. Benton, «Holographic recording using a digital micromirror device,» *Proceedings SPIE*, vol. 3637, pp. 12-20, 1999.
- [122] E. P. Wagner, B. W. Smith, S. Madden, J. D. Winefordner et M. Mignardi, «Construction and Evaluation of a Visible Spectrometer Using Digital Micromirror Spatial Light Modulation,» *Applied Spectroscopy*, vol. 49, pp. 1715-1719, 1995.
- [123] M. V. Kessels, C. Nassour, P. Grosso et K. Heggarty, «Direct write of optical diffractive elements and planar waveguides with a digital micromirror device based UV photoplotter,» *Optics Communications*, vol. 283, pp. 3089-3094, 2010.
- [124] T. Instruments, «DMD 101: Introduction to Digital Micromirror Device (DMD) Technology,» 2008. [En ligne]. Available: <http://www.ti.com.cn/cn/lit/an/dlpa008/dlpa008.pdf>.
- [125] T. Instruments, «Using Lasers with DLP® DMD technology,» 2008. [En ligne]. Available: <http://www.ti.com/lit/wp/dlpa037/dlpa037.pdf>.
- [126] S. Sorce, L. Abel-Tiberini et M. Lequime, «Spectrophotometric bench dedicated to the characterization of micro-patterned optical coatings,» *Proceedings SPIE*, vol. 8169, pp. 8169N-8169N-6, 2011.
- [127] M. Lequime, L. Abel-Tiberini, J. Lumeau, K. Gao et J. Berthon, «Complex Pixelated Optical Filters,» *International Conference on Space Optics*, vol. 7, p. 10, 2014.
- [128] J. J. Yang et M. R. Wang, «Analysis and optimization on single-zone binary flat-top beam shaper,» *Optical Engineering*, vol. 42, pp. 3106-3113, 2003.
- [129] V. Nazabal, F. Charpentier et J. Adam, «Sputtering and Pulsed Laser Deposition for Near-and Mid-Infrared Applications : A comparative study of Ge₂₅Sb₁₀Se₆₅ and Ge₂₅Sb₁₀Se₆₅ amorphous thin films,» *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 8, pp. 990-1000, 2011.
- [130] P. Nemec, S. Zhang, V. Nazabal, K. Fedus, G. Boudebs, A. Moréac, M. Cathelinaud et X. Zhang, «Photo-stability of pulsed laser deposited GexAsySe100-x-y amorphous thin films,» *Optics Express*, vol. 18, p. 22944, 2010.
- [131] P. Hawlova, M. Olivier, F. Verger, V. Nazabal et P. Nemec, «Photosensitivity of pulsed laser deposited Ge₂₀As₂₀Se₆₀ and Ge₁₀As₃₀Se₆₀ amorphous thin films,» *Material Research Bulletin*, vol. 48, pp. 3860-3864, 2013.

-
- [132] F. Charpentier, M. Dussauze, M. Cathelinaud, G. Delaizir, E. Kamitsos, J.-L. Adam, B. Bureau et V. Nazabal, «Aging process of photosensitive chalcogenide films deposited by electron beam deposition,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 7330-7336, 2011.
- [133] S. M. Elsaed et G. .. M. Amin, «Structure, optical absorption and electrical conductivity of amorphous AsSeGe thin films,» *Vacuum*, vol. 62, pp. 353-360, 2001.
- [134] T. Begou, H. Krol, C. Hecquet, C. Bondet, J. Lumeau, C. Grezes-Besset et M. Lequime, «Optical filters for UV to near IR space applications,» *International Conference on Space Optics*, vol. 7, p. 10, 2014.
- [135] M. Lequime, R. Parmentier, F. Lemarchand et C. Amra, «Toward tunable thin-film filters for wavelength division multiplexing applications,» *Applied Optics*, vol. 41, pp. 3277-3284, 2002.
- [136] V. Nazabal, M. Cathelinaud, W. Shen, P. Nemec, F. Charpentier, H. Lhermite, M. Anne, J. Capoulade, F. Grasset, A. Moreac, S. Inoue, M. Frumar, J. Adam, M. Lequime et C. Amra, «Chalcogenide coatings of Ge₁₅Sb₂₀S₆₅ and Te₂₀As₃₀Se₅₀,» *Applied Optics*, vol. 47, pp. 114-123, 2008.
- [137] M. Duchêne, *Développement d'une nouvelle technologie pour la réalisation de filtres interférentiels de type "allumette"*, Thèse de Doctorat, Marseille - Université Paul Cézanne - Aix Marseille III, 2009.
- [138] R. Frerichs, «New optical glasses with good transparency in the infrared,» *Journal of Optical Society of America*, vol. 43, pp. 1153-1157, 1953.
- [139] J. Sanghera et I. Aggarwal, «Active and passive chalcogenide glass optical fibers for IR applications: a review,» *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 256&257, pp. 6-16, 1999.
- [140] N. Sanner, *Mise en forme programmable de faisceau laser femtoseconde pour le micro-usinage et la photoinscription de guides d'ondes*, 2007.
- [141] «manice.org,» [En ligne]. Available: <http://www.manice.org/projecteur-2k/principaux-composants-dun-projecteur-numerique.html>.
- [142] «<http://journal.frontiersin.org/>,» [En ligne]. Available: <http://journal.frontiersin.org/article/10.3389/fmats.2015.00024/full>.
- [143] S. Ovshinsky, «Reversible electrical switching phenomena in disordered structures,» *Physics Review Letters*, vol. 21, pp. 1450-1453, 1968.
- [144] H. Iwasaki, M. Harigaya, O. Nonoyama, Y. Kageyama, M. Takahashi, K. Yamada, H. Deguchi et Y. Ide, «Completely erasable phase change optical disc II: application of Ag-In-Sb-Te mixed phase system for rewritable compact disc compatible with CD-

velocity and double CD-velocity,» *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 32, p. 5241, 1993.

- [145] Lemonde.fr, «La révolution de la mémoire à changement de phase,» 2012. [En ligne]. Available: http://s2.lemde.fr/image/2012/10/04/970x0/1770428_5_641e_la-revolution-de-la-memoire-a-changement-de_78110ca7282731a027eb85c9a2dc01b6.jpg.