

Table des matières

INTRODUCTION.....	11
1. Principales techniques de contrôle de dépôt de couches minces sous vide.....	16
1.1. Contrôle par microbalance à quartz.....	16
1.2. Contrôles ellipsométriques	18
1.2.1. Principe de l'ellipsométrie.....	18
1.2.2. Mesures ellipsométriques.....	19
1.2.3. Méthodes de contrôle ellipsométrique	21
1.2.3.1. Méthode numérique de résolution directe	21
1.2.3.2. Arrêt sur le minimum d'une fonction de mérite.....	21
1.2.3.3. Arrêt sur l'épaisseur estimée	22
1.2.4. Conclusion.....	23
1.3. Contrôles spectrophotométriques monochromatiques	23
1.3.1. Quelques rappels de calculs couches minces	23
1.3.2. Arrêt sur niveau.....	26
1.3.3. Arrêt sur dérivée par rapport à l'épaisseur.....	27
1.3.3.1. Principe.....	27
1.3.3.2. Cas des empilements diélectriques quart d'onde	28
1.3.4. Conclusion.....	33
1.4. Contrôle spectrophotométrique Large Bande.....	35
1.4.1. Arrêt sur fonction de mérite	35
1.4.2. Arrêt sur l'épaisseur estimée	37
1.4.3. Conclusion.....	38
1.5. Conclusion générale	38
2. Conception et réalisation d'un contrôle spectrophotométrique large bande en transmission et en réflexion.....	42
2.1. Contraintes de conception liées au bâti	42
2.1.1. Présentation du bâti BAK 800 IP	42
2.1.2. Contraintes de conception	43
2.2. Conception du contrôle optique	46
2.2.1. Source et détecteur	46
2.2.1.1. Choix de la source	46
2.2.1.2. Choix du détecteur.....	47

2.2.2.	Etude et choix de la configuration du système optique de contrôle	53
2.2.3.	Optimisation du système sous Code V.....	62
2.3.	Implantation du contrôle optique	65
2.4.	Calibrage du montage.....	72
2.4.1.	Correction des réflexions parasites.....	72
2.4.2.	Problèmes liés à la source plasma	80
2.4.2.1.	Problèmes de lumière parasite.....	80
2.4.2.2.	Problèmes thermiques	84
2.5.	Modélisation du signal mesuré par le Contrôle Large Bande	89
2.6.	Conclusion.....	94
3.	Caractérisation in situ de couches minces diélectriques et métalliques	98
3.1.	Principe de recherche des paramètres d'une couche : indices et épaisseurs	98
3.2.	Caractérisation d'un matériau diélectrique : l'oxyde d'hafnium.....	99
3.3.	Caractérisation de couches métalliques fines (semi-transparentes) et épaisses (opaques)	107
3.3.1.	Caractérisation d'une couche métallique opaque d'hafnium	108
3.3.2.	Caractérisation d'une couche métallique semi transparente d'hafnium.....	110
3.4.	Conclusion.....	115
4.	Critère d'arrêt optimal d'un contrôle spectrophotométrique Large Bande : Etude théorique.....	118
4.1.	Algorithme de simulation d'un contrôle optique	118
4.1.1.	Généralités	118
4.1.2.	Algorithmes de simulation d'un Contrôle Large Bande	121
4.1.2.1.	Arrêt sur fonction de mérite	121
4.1.2.2.	Arrêt sur l'épaisseur estimée	123
4.1.3.	Algorithme de simulation d'un contrôle monochromatique	123
4.2.	Algorithme de simulation d'un contrôle par microbalance à quartz	124
4.3.	Simulations	125
4.3.1.	Anti-reflet large bande.....	126
4.3.2.	Séparatrice large bande	131
4.3.3.	Rampe.....	136
4.3.4.	Passe bande.....	140

4.4.	Vers un contrôle optimal avec compensation d'erreurs	146
4.5.	Conclusion.....	147
5.	Réalisation de filtres par contrôle spectrophotométrique large bande.....	152
5.1.	Anti-reflet 4 couches	152
5.1.1.	Réalisations	152
5.1.2.	Simulations de dépôts.....	161
5.2.	Anti-reflet 16 couches	165
5.2.1.	Réalisation	165
5.2.2.	Simulations de dépôts.....	173
5.3.	Absorbeur large bande.....	176
5.4.	Filtre colorimétrique.....	183
5.4.1.	Exposé du problème	183
5.4.2.	Réalisation	185
5.5.	Conclusion.....	196
CONCLUSION ET PERSPECTIVES		197
ANNEXE 1 : Formules de dispersion.....		201
ANNEXE 2 : Quelques rappels de calculs couches minces		203
ANNEXE 3 : Cercle d'admittance		209
ANNEXE 4 : Données colorimétriques		213
BIBLIOGRAPHIE.....		217

INTRODUCTION

Les empilements multicouches interférentiels permettent de réaliser de nombreuses fonctions de filtrage optique et leurs applications couvrent des domaines variés tels que la lunetterie, les télécommunications ou encore l'astronomie. Aujourd'hui, les spécifications concernant les filtres optiques interférentiels sont de plus en plus exigeantes. Une fois le cahier des charges fixé, on procède à une étape dite de synthèse. Celle-ci consiste à concevoir la structure de l'empilement avant sa fabrication. Les algorithmes dédiés aux calculs de couches minces optiques permettent de synthétiser des empilements complexes à très hautes performances. Pour un nombre de couches et des matériaux donnés, ils assurent de concevoir le meilleur filtre possible compte tenu du gabarit visé. La synthèse ne posant pas de réelles difficultés, la plupart des problèmes proviennent de la phase de fabrication. Les filtres interférentiels à hautes performances sont souvent constitués d'empilements d'un grand nombre de couches minces, parfois plus d'une centaine, dont les épaisseurs doivent être précisément maîtrisées. Avec les meilleures techniques de dépôt actuelles telles que l'évaporation assistée et la pulvérisation ionique, la reproductibilité des matériaux déposés est très bonne, et de plus, l'automatisation du matériel rend possible la réalisation d'empilements de plusieurs dizaines de couches. La présence en permanence d'un opérateur à côté du bâti pour stopper le dépôt de chaque couche n'est plus requise, ainsi la réalisation d'empilements nécessitant plusieurs heures de dépôt n'est plus un problème. La principale difficulté concerne la précision de l'arrêt du dépôt de chaque couche et celle-ci est directement liée au choix des méthodes de contrôle. Leur amélioration constitue donc un enjeu majeur pour atteindre des spécifications toujours plus drastiques.

La microbalance à quartz est sans aucun doute le contrôle le plus répandu notamment dans l'industrie. Bien étalonnée, elle assure une bonne reproductibilité du contrôle. Par ailleurs son implantation dans un bâti de dépôt est assez simple. Mais sa précision d'environ 2% sur l'épaisseur déposée pour les meilleurs quartz s'avère toutefois insuffisante pour de nombreux dépôts. Son utilisation est donc restreinte à des empilements simples et robustes aux erreurs de réalisation.

Seuls les contrôles optiques permettent d'atteindre les niveaux de performance requis de certains filtres complexes. On en distingue deux types : les contrôles spectrophotométriques et ellipsométriques. Les seconds sont des contrôles indirects qui ne renseignent sur le profil spectral d'un filtre qu'à partir de l'analyse des mesures de changement d'état de polarisation de la lumière transmise ou réfléchie. De plus, ils nécessitent un montage optique relativement contraignant ainsi qu'un étalonnage critique. Les contrôles spectrophotométriques sont en revanche beaucoup plus simples à mettre en œuvre. Les contrôles monochromatiques furent les premiers utilisés. Les critères d'arrêt de chaque couche sont basés sur des mesures de flux

à une seule longueur d'onde, cette dernière pouvant éventuellement être différente d'une couche à l'autre. Ils ont prouvé leur efficacité dans un certain nombre de cas notamment en ce qui concerne les empilements dits quart d'onde comme les filtres passe bande pour lesquels il est possible d'avoir une compensation automatique des erreurs de dépôt à la longueur d'onde de contrôle.

Le potentiel des contrôles spectrophotométriques large bande fait l'objet d'études depuis les années 70. Le principe est d'avoir un critère d'arrêt basé non pas sur des mesures à une seule longueur d'onde, mais au contraire sur une large plage spectrale. Pendant longtemps les performances de ce type de contrôle ont été limitées par un appareillage peu adapté. Mais depuis quelques années, le contrôle large bande a connu un regain d'intérêt grâce au développement de détecteurs matriciels à faible coût permettant une acquisition quasi instantanée du signal sur un large domaine spectral. Les possibilités qu'offrent des mesures large bande sont intéressantes :

- caractérisation *in situ* de couches minces avec détermination de paramètres optogéométriques tels que l'épaisseur ou l'indice de réfraction.
- visualisation en temps réel de la construction du filtre.
- compensation des erreurs de dépôt dans le cadre d'un contrôle large bande, non pas à une seule longueur d'onde comme avec un contrôle monochromatique, mais sur l'ensemble de la plage spectrale contrôlée.

L'objectif premier de ce travail de recherche est donc la conception d'un système optique permettant un contrôle spectrophotométrique large bande de filtres interférentiels en cours de dépôt. Ce dernier doit être implanté sur l'un des bâts de dépôt du laboratoire permettant la réalisation de couches minces qualifiées pour le spatial.

Les mesures en réflexion étant assez délicates, la plupart des contrôles spectrophotométriques ne permettent que des contrôles en transmission ce qui est suffisant pour réaliser la plupart des filtres. Toutefois, cela pose des problèmes dans un certain nombre de cas particuliers. On peut citer à titre d'exemple la réalisation d'absorbeurs large bande susceptibles d'être utilisé pour limiter le niveau de lumière parasite au niveau du plan focal d'instruments d'observation (application CNES). Ce type d'empilement est constitué d'un anti-reflet déposé sur une couche absorbante totalement opaque. Un contrôle direct du dépôt de l'anti-reflet ne peut donc être effectué en transmission, il nécessite une voie de mesure en réflexion. Par ailleurs, dans le cadre de la caractérisation *in situ* de matériaux, les seules mesures en transmission s'avèrent insuffisantes pour des matériaux présentant de l'absorption.

La principale contrainte de conception du montage optique est donc la réalisation de **deux** voies de mesures performantes permettant des acquisitions simultanées des flux transmis et réfléchis par l'échantillon traité. Les couches minces peuvent ainsi d'une part être contrôlées au choix en transmission et / ou en réflexion. D'autre part, leur caractérisation *in situ* est plus précise et peut concerner tout type de matériaux.

Ce manuscrit de thèse est introduit par un premier chapitre portant sur l'état de l'art des principaux types de contrôle de dépôt de couches minces optiques. Chacun d'entre eux présente des avantages et des inconvénients qui sont détaillés de manière précise. Le second chapitre traite de la conception du système optique de mesure large bande. Ce dernier est constitué de deux voies permettant des mesures simultanées en réflexion et en transmission. Le choix de la configuration du montage nécessite la prise en compte de diverses contraintes. Le chapitre 3 concerne la caractérisation *in situ* de matériaux diélectriques et métalliques. Quant aux deux derniers chapitres, ils portent sur la mise en œuvre de ce contrôle large bande pour la réalisation de filtres interférentiels à hautes performances. Une modélisation des signaux mesurés permet de simuler des contrôles de dépôt et de comparer les performances de divers critères d'arrêt (chapitre 4). Ce manuscrit se termine par la présentation de résultats de dépôts contrôlés large bande : des anti-reflets, un absorbeur large bande ainsi qu'un filtre colorimétrique (chapitre 5). Ces diverses réalisations mettent en évidence tout le potentiel du contrôle conçu durant ces trois années de thèse.

Chapitre 1

Principales techniques de contrôle de dépôt de couches minces sous vide

1. Principales techniques de contrôle de dépôt de couches minces sous vide

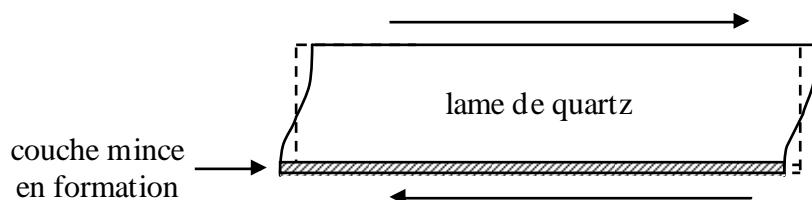
Dans ce manuscrit, on distingue deux catégories de contrôle. Les contrôles sont dits directs, lorsqu'ils permettent un accès direct à la propriété du filtre recherchée, et que les mesures sont effectuées sur un verre « de référence » (par opposition à un verre « témoin » qui ne sert que pour le contrôle). Les autres contrôles sont dits indirects. Soit parce que les mesures sont effectuées sur un ou plusieurs verres témoins. Soit parce que l'on a pas accès directement à la propriété du filtre recherchée. Celle-ci peut être selon les cas : l'épaisseur des différentes couches de l'empilement ou le profil spectral voulu.

Précisons qu'un verre de « référence » est un échantillon qui reçoit l'intégralité du traitement prévu dans les conditions de dépôt adéquates. Ces conditions incluent le plus souvent la rotation du substrat en cours de traitement. Dans la littérature, on trouve parfois la notion de contrôle semi-indirect [1] pour signifier l'utilisation d'un verre témoin statique (sans rotation) sur lequel est déposé l'intégralité du traitement. Nous ne ferons pas cette distinction dans ce manuscrit.

1.1. Contrôle par microbalance à quartz

Un quartz, ou cristal de silice, est un matériau présentant des propriétés piézo-électriques. La piézo-électricité met en relation les tenseurs élastique et diélectrique du cristal. Ainsi, une contrainte appliquée sur une lame de quartz en modifie sa polarisation électrique. Inversement, l'application d'un champ électrique provoque une déformation de la lame.

Un dispositif de microbalance à quartz [2,3] consiste à coupler la lame de quartz avec un circuit électrique au moyen d'électrodes. On peut ainsi obtenir une oscillation entretenue du quartz. La fréquence de résonance dépend essentiellement de la coupe et de la taille de la lame mais elle est également fonction d'autres paramètres tels que la température. Selon la coupe, différents modes de vibration sont possibles : compression, flexion et cisaillement. On choisit habituellement le mode de vibration en cisaillement (cf figure 1-1) car dans ce cas, la fréquence de résonance est moins sensible aux variations de température.



Mode de vibration en cisaillement d'une lame de quartz

Figure 1-1

Lors de la formation d'une couche mince sur la lame de quartz vibrant en cisaillement, la fréquence de résonance du quartz varie à cause de l'augmentation de masse. On peut définir une relation de la forme suivante :

$$dF = -K \cdot dM$$

dF : variation de la fréquence d'oscillation du quartz.

dM : masse de matériau déposé.

K : constante dépendant notamment de la fréquence de résonance du quartz ainsi que de la masse volumique du matériau déposé.

La mesure de la variation de fréquence permet de déduire la masse de matériau déposé, puis, via la densité du matériau, l'épaisseur. On peut aussi à partir d'une courbe d'étalonnage déterminer pour chaque couche la variation de fréquence correspondant à l'épaisseur désirée. Les contrôles au quartz sont très répandus dans le milieu industriel. En effet, leur implantation dans un bâti d'évaporation est assez simple, et ils permettent d'obtenir une bonne reproductibilité des dépôts. Les microbalances à quartz sont donc assez bien adaptées pour le contrôle *in situ* des dépôts de couches minces.

Cependant, leur précision reste moyenne, environ 2% pour un quartz bien étalonné ce qui est largement insuffisant pour la réalisation de certains empilements. Plusieurs facteurs limitent les performances d'un contrôle quartz :

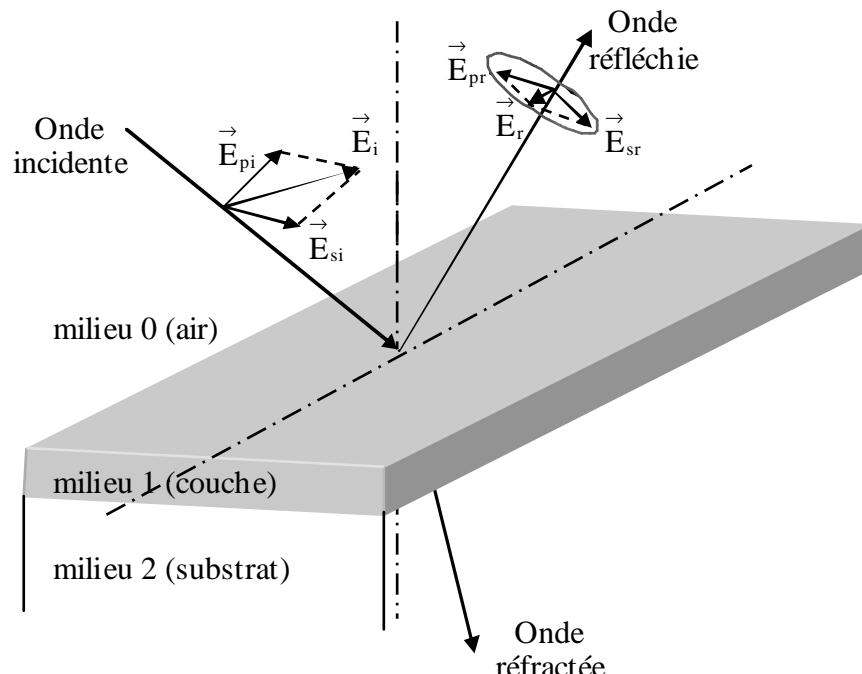
- La linéarité de la variation de la fréquence avec la variation de masse déposée n'est pas garantie notamment à cause des variations de température dans l'enceinte en cours de dépôt.
- La microbalance à quartz n'est pas située au même endroit que l'échantillon sur lequel on dépose. Autrement dit il existe un facteur de proportionnalité à déterminer entre l'épaisseur déposée sur le quartz et celle déposée sur l'échantillon. Un étalonnage est donc nécessaire. Ce dernier est d'autant plus délicat qu'il varie en cours de dépôt du fait de la modification du cône d'évaporation au fur et à mesure que la quantité de matériau dans le creuset diminue.

Les microbalances à quartz se classent dans la catégorie des contrôles indirects. D'une part le contrôle n'est pas effectué directement sur l'échantillon traité. D'autre part, on ne mesure pas directement la grandeur souhaitée (l'épaisseur) mais une variation de fréquence. Soulignons enfin que si les microbalances à quartz ne sont pas forcément utilisées pour l'arrêt du dépôt, leur emploi est néanmoins très répandu pour asservir les vitesses d'évaporation. De ce fait, elles équipent la quasi totalité des machines de dépôt.

1.2. Contrôles ellipsométriques

1.2.1. Principe de l'ellipsométrie

L'ellipsométrie est une technique d'analyse de surface fondée sur la mesure du changement de l'état de polarisation de la lumière après réflexion (ou réfraction) sur une surface plane. Le terme « ellipsométrie » traduit le fait qu'une onde monochromatique polarisée rectilignement se trouve généralement polarisée elliptiquement après réflexion (ou réfraction) sur un échantillon (cf figure 1-2). Ainsi, l'ellipsométrie consiste à mesurer l'ellipticité de l'état de polarisation de l'onde. Nous allons détailler dans ce paragraphe le principe des mesures ellipsométriques en réflexion. Les mesures en transmission, moins courantes, sont bien évidemment possibles et sont réalisées de manière analogue.



Polarisation elliptique après réflexion d'une onde polarisée rectilignement

Figure 1-2

\vec{E}_i : champ électrique incident.

\vec{E}_r : champ électrique réfléchi.

\vec{E}_{pi} / \vec{E}_{pr} : composante, dans le plan d'incidence, des champs électriques incident et réfléchi.

\vec{E}_{si} / \vec{E}_{sr} : composante, perpendiculaire au plan d'incidence, des champs électriques incident et réfléchi.

On peut définir les coefficients de réflexion des deux composantes de polarisation p et s de la manière suivante :

$$r_p = \frac{E_{pr}}{E_{pi}} = |r_p| \cdot \exp(j\delta_p) \quad (1 - 1)$$

$$r_s = \frac{E_{sr}}{E_{si}} = |r_s| \cdot \exp(j\delta_s) \quad (1 - 2)$$

$|r_p|$ et $|r_s|$ représentent la modification apportée à l'amplitude de la composante du champ après la réflexion. Les termes δ_p et δ_s représentent le déphasage introduit par la réflexion. Des équations (1-1) et (1-2), on déduit l'équation fondamentale de l'ellipsométrie :

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan \psi \cdot \exp(j\Delta) \quad (1 - 3)$$

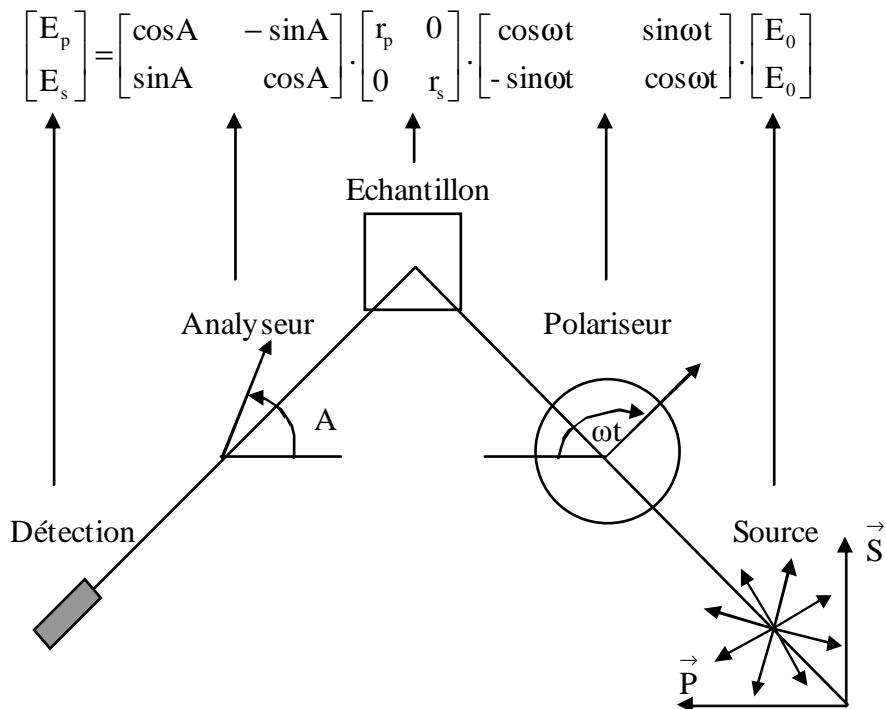
Avec : $\tan \psi = \frac{|r_p|}{|r_s|}$: rapport des modules.

$\Delta = \delta_p - \delta_s$: différence de phase introduite par la réflexion.

Les mesures des paramètres ellipsométriques $\psi = f(N_i, e_i)$ et $\Delta = g(N_i, e_i)$, permettent de calculer, pour chaque couche i de l'empilement, son épaisseur e_i et son indice de réfraction complexe N_i . Ce dernier s'exprimant en fonction de l'indice de réfraction n_i et du coefficient d'extinction k_i sous la forme : $N_i = n_i - jk_i$.

1.2.2. Mesures ellipsométriques

Plusieurs méthodes de mesure existent pour déterminer les paramètres ellipsométriques ψ et Δ . Mais elles utilisent toutes les composants de base suivants : une source, un polariseur, un analyseur et un détecteur. La figure 1-3 présente le schéma de principe de la méthode par polariseur tournant. L'analyseur polarise la lumière de manière rectiligne selon un angle A par rapport à la direction de l'axe \vec{P} , et le polariseur en rotation la polarise selon un angle ωt (à l'instant t).



méthode de mesure ellipsométrique par polariseur tournant

Figure 1-3

Axe \vec{S} : axe perpendiculaire au plan d'incidence

Axe \vec{P} : axe parallèle au plan d'incidence

L'intensité $I(t)$ mesurée par le détecteur peut s'écrire sous la forme suivante :

$$I(t) = |E_p^2 + E_s^2| = I_0 \cdot (1 + \alpha \cdot \cos 2\omega t + \beta \cdot \sin 2\omega t)$$

$$\text{Avec : } \alpha = \frac{\tan^2 \psi - \tan^2 A}{\tan^2 \psi + \tan^2 A} \quad \text{et} \quad \beta = 2 \cdot \cos \Delta \cdot \frac{\tan \psi \cdot \tan A}{\tan^2 \psi + \tan^2 A}$$

α et β sont déterminés par la mesure des composantes alternatives du courant délivré par le détecteur aux fréquences ω et 2ω , par exemple au moyen d'une détection synchrone. A partir de α , β et A , on détermine les paramètres ellipsométriques ψ , Δ :

$$\tan \psi = \sqrt{\frac{1+\alpha}{1-\alpha}} \tan A$$

$$\cos \Delta = \frac{\beta}{\sqrt{1-\alpha^2}}$$

1.2.3. Méthodes de contrôle ellipsométrique

1.2.3.1. Méthode numérique de résolution directe

Lors du dépôt de la $i^{\text{ème}}$ couche d'un empilement, les deux paramètres ellipsométriques mesurés $\psi_{i\text{mes}}(\lambda, \theta)$ et $\Delta_{i\text{mes}}(\lambda, \theta)$ à une longueur d'onde λ et un angle d'incidence θ donné vérifient le système suivant :

$$\begin{cases} \psi_{i\text{mes}}(\lambda, \theta) = f(e_1, \dots, e_{i-1}, e_i, n_1(\lambda), \dots, n_{i-1}(\lambda), n_i(\lambda), k_1(\lambda), \dots, k_{i-1}(\lambda), k_i(\lambda), n_s(\lambda), \lambda, \theta) \\ \Delta_{i\text{mes}}(\lambda, \theta) = g(e_1, \dots, e_{i-1}, e_i, n_1(\lambda), \dots, n_{i-1}(\lambda), n_i(\lambda), k_1(\lambda), \dots, k_{i-1}(\lambda), k_i(\lambda), n_s(\lambda), \lambda, \theta) \end{cases} \quad (1-4)$$

$n_i(\lambda)$ désigne la partie réelle de l'indice de réfraction complexe et $k_i(\lambda)$ sa partie imaginaire (coefficient d'extinction). L'épaisseur de la couche i est notée e_i .

A supposer que les indices et épaisseurs des couches précédentes soient connus, il reste trois paramètres à identifier $n_i(\lambda)$, $k_i(\lambda)$ et e_i pour seulement deux équations. Une solution consisterait à réaliser des mesures pour deux angles d'incidence différents (ellipsométrie à angle variable). On obtiendrait ainsi 4 équations pour 3 inconnues. Mais cette méthode est difficilement applicable dans le cadre d'un contrôle *in situ*. Le système (1-4) ne peut donc être résolu que dans certains cas particuliers comme celui des couches transparentes. Cette résolution s'effectue de manière numérique et de nombreux travaux de recherche ont été menés sur le sujet [4,5,6,7,8,9]. Toutefois, ces méthodes d'analyses sont peu employées car leur performance dépend souvent de conditions difficiles à satisfaire : connaissance précise des paramètres des couches précédentes, profils d'indices particuliers, couches suffisamment épaisses pour que l'identification des différentes variables inconnues soit précise....

1.2.3.2. Arrêt sur le minimum d'une fonction de mérite

L'arrêt du dépôt peut s'effectuer au moyen d'une fonction de mérite χ_i^2 représentant l'écart entre les paramètres mesurés et les paramètres théoriques de fin de dépôt [10]. Ce dernier étant stoppé lorsque la fonction de mérite atteint son minimum absolu :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{2.N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left([\psi_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - \psi_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2 + [\Delta_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - \Delta_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2 \right)$$

N_L : Nombre de longueurs d'onde qui composent le spectre sur lequel est effectué le contrôle.

$\psi_i(t, \lambda_j)_{mes}$, $\Delta_i(t, \lambda_j)_{mes}$: Paramètres ellipsométriques mesurés en cours de dépôt à la longueur d'onde λ_j , à l'instant t .

$\psi_i(\lambda_j)_{th}$, $\Delta_i(\lambda_j)_{th}$: Paramètres ellipsométriques théoriques à la longueur d'onde λ_j que l'on doit atteindre à la fin du dépôt de la couche i .

De part sa nature, cette méthode impose la connaissance des indices des matériaux déposés pour le calcul des paramètres théoriques $\psi_i(\lambda_j)_{th}$ et $\Delta_i(\lambda_j)_{th}$. Toutefois, elle présente l'avantage de minimiser les éventuelles erreurs en recherchant, pour le dépôt de chaque couche, le meilleur accord possible entre mesure et théorie.

1.2.3.3. Arrêt sur l'épaisseur estimée

Comme nous l'avons vu précédemment, la résolution directe du système 1-4, afin de déterminer l'épaisseur déposée n'est pas optimale. Pour autant, stopper le dépôt en se basant sur l'épaisseur estimée semble être un bon critère. Une solution consiste à choisir un modèle optique décrivant l'empilement et à en optimiser les paramètres jusqu'à ce que les angles ellipsométriques théoriques $\psi(\gamma, t, \lambda_j)_{th}$ et $\Delta(\gamma, t, \lambda_j)_{th}$ calculés à partir de ce modèle soient conformes à ceux mesurés $\psi(t, \lambda_j)_{mes}$ et $\Delta(t, \lambda_j)_{mes}$ [10,11,12]. On effectue la comparaison au moyen d'une fonction de mérite χ^2 [11] de la forme suivante :

$$\chi^2_i(\gamma, t) = \frac{1}{2N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left([\psi_i(t, \lambda_j)_{mes} - \psi_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2 + [\Delta_i(t, \lambda_j)_{mes} - \Delta_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2 \right)$$

γ représente l'ensemble des paramètres du modèle à optimiser. Il dépend bien entendu de l'épaisseur, mais il peut également dépendre de l'indice de réfraction $n_i(\lambda)$ et du coefficient d'extinction $k_i(\lambda)$ de la couche en cours de dépôt : $\gamma = f(e_i, n_i(\lambda), k_i(\lambda))$.

Plusieurs stratégies sont possibles, on peut considérer dans un premier temps comme connus les paramètres $n_i(\lambda)$ et $k_i(\lambda)$. Il ne reste alors que l'épaisseur à optimiser ($\gamma = f(e_i)$). S'il apparaît que l'optimisation de ce seul paramètre n'est pas suffisante pour obtenir une valeur de χ^2_i satisfaisante, on peut décider dans un second temps d'optimiser également l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction. Ces derniers sont décrits par un modèle mathématique (cf ANNEXE 1), par exemple une loi de Cauchy pour n et une loi non dispersive pour k :

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

$$k(\lambda) = b_0$$

Dans ce cas, seuls quatre paramètres a_0, a_1, a_2 et b_0 sont à optimiser au lieu des différentes valeurs $n_i(\lambda)$ et $k_i(\lambda)$ à chaque longueur d'onde : $\gamma = f(e_i, a_0, a_1, a_2, b_0)$. Soulignons que de nombreux autres paramètres peuvent être modélisés [11,12,13] afin de rendre compte de manière précise de la structure de l'empilement : homogénéité, rugosité, degré de cristallinité.... Pour un contrôle *in situ* performant d'un dépôt couches minces, une étape préalable de caractérisation *ex-situ* est même nécessaire pour avoir une connaissance poussée du modèle à utiliser lors du dépôt. Soulignons que les fonctions de mérite étudiées sont adaptables aux contrôles ellipsométriques monochromatiques. Pour des raisons évidentes, l'ellipsométrie spectroscopique offre néanmoins plus de possibilités notamment au niveau de l'optimisation.

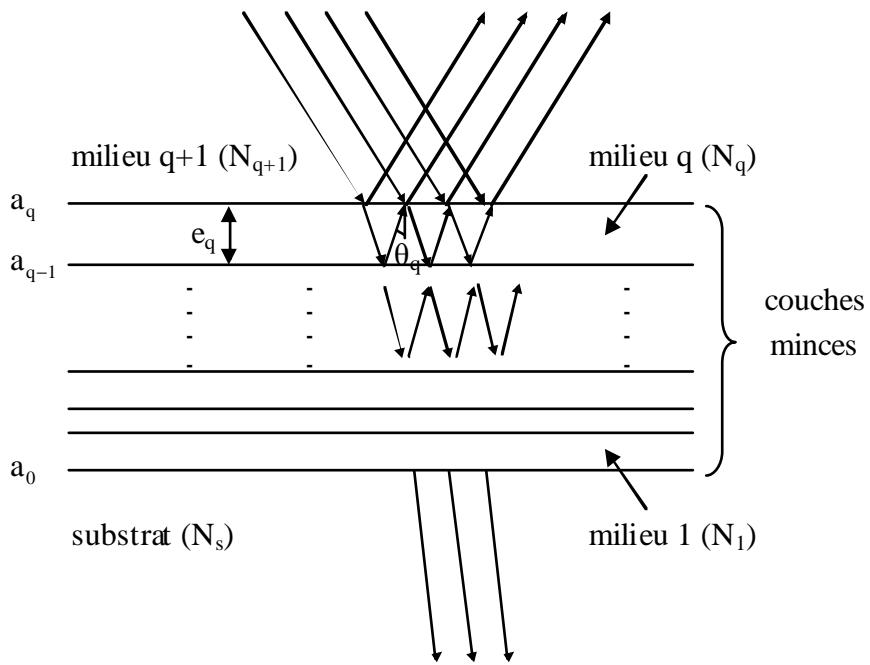
1.2.4. Conclusion

L'ellipsométrie est un moyen de contrôle performant qui permet la réalisation de mesures dans une large gamme d'épaisseurs : de quelques angströms à plusieurs dizaines de microns. Plusieurs méthodes d'analyse sont possibles, trois ont été présentées. La plus répandue consiste à estimer l'épaisseur déposée en optimisant les paramètres d'un modèle. Outre l'épaisseur, cette technique permet également l'estimation de nombreux autres paramètres : indice de réfraction, coefficient d'extinction, homogénéité, rugosité, degré de cristallinité.....[12]. Ce moyen de contrôle s'avère très performant [14,15], encore faut-il avoir une parfaite connaissance du modèle physique des matériaux déposés. En effet, la difficulté de l'ellipsométrie réside souvent moins dans les mesures que dans leur analyse. Par ailleurs, les contrôles ellipsométriques présentent l'avantage d'être insensibles aux fluctuations d'intensité de la source. Tout comme le contrôle quartz, il s'agit de contrôles indirects qui ne donnent pas directement accès aux paramètres physiques de l'échantillon.

1.3. Contrôles spectrophotométriques monochromatiques

1.3.1. Quelques rappels de calculs couches minces

Soit un empilement de couches minces homogènes isotropes à faces planes parallèles (cf figure 1-4) éclairé par une onde plane monochromatique :



Empilement de couches minces éclairé par une onde plane

Figure 1-4

On peut exprimer (cf annexe 2) les résultantes des composantes tangentielles des champs électriques (E_{a_q}, E_{a_0}) et magnétiques (H_{a_q}, H_{a_0}) au niveau des dioptrés a_q et a_0 à l'aide du formalisme matriciel suivant :

$$\begin{bmatrix} E_{a_q} / E_{a_0} \\ H_{a_q} / E_{a_0} \end{bmatrix} = \prod_{i=q}^1 \begin{bmatrix} \cos \delta_i & j \cdot \frac{\sin \delta_i}{\eta_i} \\ j \cdot \eta_i \cdot \sin \delta_i & \cos \delta_i \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix}$$

$$\text{avec : } \delta_i = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot N_i \cdot e_i \cdot \cos \theta_i$$

δ_i : déphasage introduit par les réflexions sur les dioptrés de la couche i.

N_i : indice de réfraction complexe de la couche i. On peut l'exprimer sous la forme :

$N_i = n_i - j k_i$, n_i et k_i étant respectivement l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction de la couche i.

e_i : épaisseur de la couche i.

θ_i : angle de réfraction dans le milieux i.

η_i, η_s : admittances des milieux i et du substrat.

pour une polarisation de type « p », on a :

$$\eta_i = N_i \cdot \cos \theta_i \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \quad \text{et} \quad \eta_s = N_s \cdot \cos \theta_s \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$$

pour une polarisation de type « s », on a :

$$\eta_i = \frac{N_i}{\cos \theta_i} \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \quad \text{et} \quad \eta_s = \frac{N_s}{\cos \theta_s} \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$$

$\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$: admittance du vide (ϵ_0 et μ_0 étant respectivement la permittivité et la perméabilité du vide)

On peut également définir une admittance Y pour l'ensemble de la structure couches minces et on notera Y_{q+1} l'admittance de l'empilement au niveau du dioptre q . La relation 1-5 indique que l'on peut considérer le dépôt d'une couche q sur un empilement de $q-1$ couches comme équivalent à un dépôt sur une structure d'admittance Y_q :

$$\begin{bmatrix} E_{a_q} / E_{a_{q-1}} \\ H_{a_q} / E_{a_{q-1}} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_q & j \cdot \frac{\sin \delta_q}{\eta_q} \\ j \cdot \eta_q \cdot \sin \delta_q & \cos \delta_q \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ Y_q \end{bmatrix} \quad (1 - 5)$$

$$\text{Avec : } Y_q = \frac{H_{a_{q-1}}}{E_{a_{q-1}}} \quad \text{et} \quad Y_{q+1} = \frac{H_{a_q}}{E_{a_q}}$$

$$\text{On pose généralement : } B = \frac{E_{a_q}}{E_{a_{q-1}}} \text{ et } C = \frac{H_{a_q}}{E_{a_{q-1}}}$$

Le superstrat étant le plus souvent de l'air, on pose $\eta_{q+1} = \eta_0$, les facteurs de réflexion et de transmission en intensité s'écrivent sous la forme suivante :

- $R = \left| \frac{\eta_0 - Y_{q+1}}{\eta_0 + Y_{q+1}} \right|^2$
- $T = \frac{4 \cdot \eta_0 \cdot \Re(\eta_s)}{(\eta_0 B + C) \cdot (\eta_0 B + C)^*} \quad \text{ou} \quad T = \frac{\Re(\eta_s)}{\Re(B C^*)} \cdot (1 - R)$

Pour une polarisation de type « p », on note R_p et T_p les coefficients de réflexion et de transmission en intensité.

Pour une polarisation de type « s », on note R_s et T_s les coefficients de réflexion et de transmission en intensité.

Ainsi pour une source totalement dépolarisée on a donc : $T = \frac{1}{2}(T_p + T_s)$ et $R = \frac{1}{2}(R_p + R_s)$.

En absence d'absorption, on peut montrer que $\Re(BC^*) = \Re(\eta_s)$. On retrouve ainsi la relation $T + R = 1$. Dans le cas général, $T + R + A = 1$. A étant le coefficient d'absorption. On néglige les pertes par diffusion, ce que l'on peut justifier par l'emploi de substrats polis et par la réalisation de couches présentant de très bons états de surface.

1.3.2. Arrêt sur niveau

Du fait des possibilités techniques, les premiers contrôles spectrophotométriques furent monochromatiques et parmi eux le plus intuitif est sans doute l'« arrêt sur niveau » [3,16,17,18]. Le principe est simple, le dépôt de chaque couche i est stoppé lorsque le niveau de transmission ou de réflexion mesuré à la longueur d'onde de contrôle λ_{0i} atteint le niveau théorique calculé. On pose le critère d'arrêt suivant :

$$(T_{\text{mes}}(t) = T_{\text{th}})_{\lambda_{0i}} \quad \text{contrôle en transmission}$$

ou

$$(R_{\text{mes}}(t) = R_{\text{th}})_{\lambda_{0i}} \quad \text{contrôle en réflexion}$$

$T_{\text{mes}}(t) / R_{\text{mes}}(t)$: Facteurs de transmission et de réflexion mesurés à la longueur d'onde de contrôle λ_{0i} à un instant t donné.

$T_{\text{th}} / R_{\text{th}}$: Facteurs de transmission et de réflexion théoriques à atteindre en fin de dépôt à la longueur d'onde de contrôle λ_{0i} .

La qualité du dépôt obtenu est toutefois conditionnée par la maîtrise de plusieurs paramètres. Une connaissance précise des indices déposés et une chaîne de mesure parfaitement étalonnée sont indispensables, ceci afin que les valeurs mesurées soient rigoureusement conformes aux calculs. Des problèmes de variation d'indice en cours de dépôt ou de dérive de signal dans le temps peuvent rapidement rendre le contrôle totalement inopérant. Le choix de la longueur d'onde de contrôle est bien entendu très important et doit être l'objet d'une étude approfondie [19,20].

Ce type de contrôle peut être direct, lorsqu'on effectue les mesures directement sur l'échantillon traité, ou indirect. Dans ce dernier cas, on contrôle le dépôt sur un ou plusieurs

verres témoins [3]. On peut par exemple introduire avant le dépôt de chacune des couches un nouveau verre témoin dans l'enceinte à vide. Le dépôt se réduit alors dans ce cas à une succession de contrôles de couches uniques. Ainsi, les erreurs de dépôt survenues lors de la réalisation des couches précédentes ne perturbent pas le contrôle du dépôt de la couche en cours. Il est également possible d'améliorer la sensibilité des mesures en utilisant des verres témoins préalablement traités [21]. Dans certains cas, comme pour la couche d'adaptation d'un Fabry-Perot, il arrive en effet que le profil spectral soit peu modifié au cours d'un dépôt. L'utilisation d'un verre témoin pré-traité au moyen d'un matériau adéquat permet alors d'augmenter la dynamique du signal. Mais le principal inconvénient du contrôle indirect provient de la difficulté à présager de ce que sera le résultat sur le verre de référence. En effet les conditions de dépôt entre verre de référence et verre témoin ne sont pas toujours identiques et les effets cumulatifs des erreurs ne sont pas forcément pris en compte.

Pour contourner la difficulté d'avoir à mesurer des valeurs absolues de transmission ou de réflexion, il pourrait s'avérer judicieux de rechercher une longueur d'onde de contrôle λ_0 pour laquelle le signal atteindrait un extremum en fin de dépôt. Ainsi, il ne serait plus nécessaire de connaître de manière exacte le niveau du signal puisqu'on s'arrêterait sur le minimum ou le maximum de ce niveau. Cependant la détection d'un extremum est plus aisée en analysant la dérivée du signal. Dans ce cas, on préférera donc un arrêt sur dérivée. Ce sera l'objet du paragraphe suivant.

1.3.3. Arrêt sur dérivée par rapport à l'épaisseur

1.3.3.1. Principe

La méthode consiste à arrêter le dépôt sur un extremum du signal à une longueur d'onde de contrôle [3,16,18]. On détermine donc pour chaque couche i de l'empilement une longueur d'onde λ_{0i} pour laquelle le signal doit atteindre un extremum en fin de dépôt. Si on se restreint au cas particulier des couches non absorbantes, on peut exprimer simplement la condition à réaliser. Dans ce cas, les coefficients de réflexion R et de transmission T dépendent des paramètres : $n_i \cdot e_i$ et λ . On pose donc :

$$\lambda_{0i} \backslash \left(\frac{\partial R}{\partial(n.e)} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \lambda_{0i} \backslash \left(\frac{\partial T}{\partial(n.e)} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad (1 - 6)$$

En considérant que les couches sont homogènes, la relation à saisir en fin de dépôt pour le choix des longueurs d'onde de contrôle λ_{0i} est la suivante :

$$\lambda_{0i} \setminus \left(\frac{\partial R}{\partial e} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \lambda_{0i} \setminus \left(\frac{\partial T}{\partial e} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad (1 - 7)$$

On appellera donc par la suite, DRE ou DTE, ce type de contrôle en réflexion ou en transmission (Dérivée de la Réflexion ou de la Transmission par rapport à l'Epaisseur). En pratique, au cours d'un dépôt, on mesure l'évolution des signaux au cours du temps t. En faisant l'hypothèse d'une vitesse de dépôt constante, les critères d'arrêt des différentes couches sont donc :

$$\left(\frac{\partial R}{\partial t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{contrôle en réflexion}$$

ou

$$(1 - 8)$$

$$\left(\frac{\partial T}{\partial t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{contrôle en transmission}$$

Chaque couche possède sa propre longueur d'onde de contrôle λ_{0i} et dans le cas le plus général, elles sont toutes différentes [22]. Soulignons qu'il peut parfois y avoir plusieurs longueurs d'onde possibles pour effectuer le contrôle d'une couche. A l'inverse, il peut s'avérer qu'aucune longueur d'onde ne satisfasse la condition 1-7. Cela se produit fréquemment dans le cas de couches très fines. Il faut alors contrôler le dépôt par un autre moyen, par exemple au quartz ou sur niveau.

Le contrôle DTE ou DRE peut être réalisé de manière directe ou indirecte [23]. Contrairement au contrôle sur niveau, une mauvaise connaissance sur les indices ou un léger problème d'inhomogénéité ne rend pas le DTE ou DRE inopérant. En effet, pour un empilement de diélectriques, une erreur sur l'indice n est compensée par une variation d'épaisseur e et le dépôt sera stoppé à l'épaisseur optique $n_i(\lambda_{0i})e_i$ souhaitée [2]. Par exemple un indice plus petit que prévu est compensé par le dépôt d'une couche plus épaisse.

1.3.3.2. Cas des empilements diélectriques quart d'onde

Supposons que l'on dépose une couche q non absorbante ($\eta_q \in \Re$ et $\delta_q \in \Re$) sur un empilement d'admittance réel Y_q à la longueur d'onde λ_0 ($Y_q(\lambda_0) = \alpha$, $\alpha \in \Re$). On peut montrer (cf annexe 3) qu'au cours du dépôt, l'admittance Y_{q+1} décrit un cercle dans le sens opposé au sens trigonométrique (cf figure 1-5) :

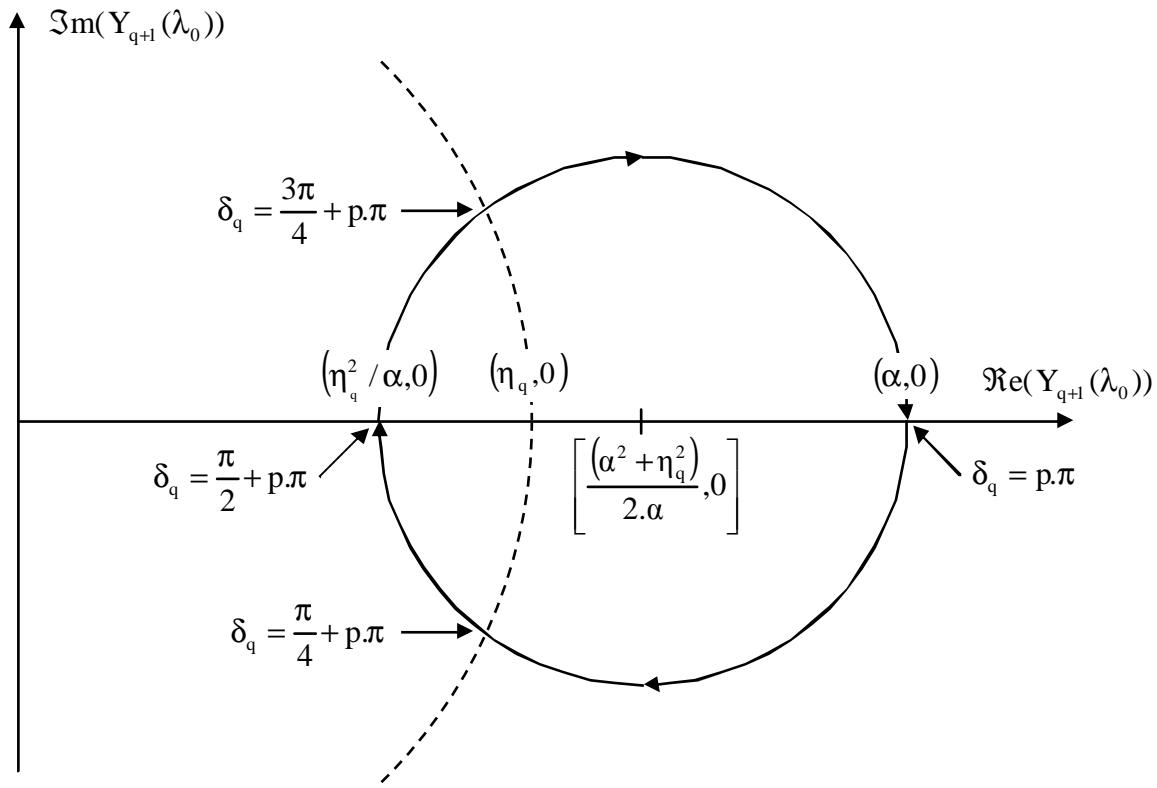


Diagramme d'admittance

Figure 1-5

Le cercle d'admittance décrit lors du dépôt de la couche q coupe l'axe réel pour deux valeurs particulières de déphasage :

$$- \delta_q = \frac{\pi}{2} + p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow n_q \cdot e_q = (2p+1) \cdot \frac{\lambda_0}{4} \quad p : \text{entier naturel}$$

$$- \delta_q = p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow n_q \cdot e_q = p \cdot \frac{\lambda_0}{2}$$

Une couche dont l'épaisseur optique est un multiple entier de $\frac{\lambda_0}{4}$ est dite quart d'onde $\left(n \cdot e = p \cdot \frac{\lambda_0}{4}\right)$. On parle également de couche demi onde dans le cas particulier où $n \cdot e = p \cdot \frac{\lambda_0}{2}$. Pour les couches quart d'onde, il existe une notation particulière de la forme :

pH ou pB

Ce qui signifie que l'épaisseur optique de la couche considérée s'écrit : $n \cdot e = p \cdot \frac{\lambda_0}{4}$. Les lettres H et B sont employées pour des empilements constitués de deux matériaux. H désignant le matériau d'indice Haut et B celui d'indice Bas.

Etudions en détail le cas particulier du dépôt d'une couche non absorbante sur un milieu quelconque (absorbant ou non). Nous avons précédemment introduit la relation qui relie coefficient de réflexion R et admittance Y_{q+1} :

$$R = \left| \frac{\eta_0 - Y_{q+1}}{\eta_0 + Y_{q+1}} \right|^2$$

En posant $Y_{q+1} = x + jy$ on peut montrer qu'il existe un cercle d'admittance qui correspond à un même facteur de réflexion :

$$\left[x - \eta_0 \cdot \left(\frac{1+R}{1-R} \right) \right]^2 + y^2 = 4 \cdot \eta_0^2 \cdot \frac{R}{(1-R)^2}$$

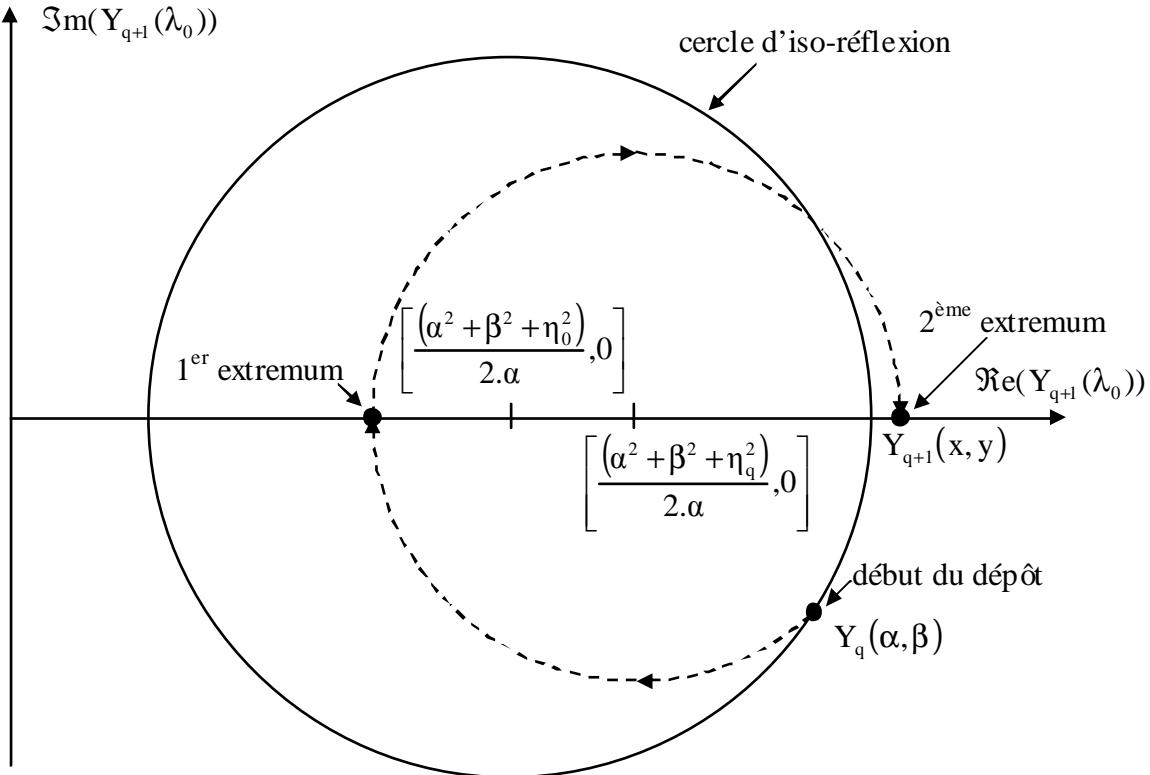
Sur la figure 1-6 sont représentés le cercle décrit par l'admittance $Y_{q+1}(x; y)$ lors du dépôt d'une couche mince non absorbante sur un milieu d'admittance $Y_q(\alpha; \beta)$ quelconque ainsi que le cercle d'iso-réflexion correspondant à cette même admittance Y_q . Le centre des deux cercles étant réel, le facteur de réflexion de la couche en cours de dépôt passe donc par deux extrema tous deux situés sur l'axe réel :

$$\left(\frac{\partial R}{\partial e} \right)_{\lambda_0} = 0 \Leftrightarrow Y_{q+1}(\lambda_0) \in \Re$$

Si aucune des couches constituant l'empilement n'est absorbante alors $T = 1 - R$ et la relation précédente est également valable pour la transmission T :

$$\left(\frac{\partial T}{\partial e} \right)_{\lambda_0} = 0 \Leftrightarrow Y_{q+1}(\lambda_0) \in \Re$$

Un contrôle de type DTE ou DRE de dépôts de couches minces diélectriques revient donc à stopper ces derniers pour des valeurs réelles d'admittances.



trait discontinu : dépôt d'une couche mince sur un milieu d'admittance initiale $Y_q(\alpha, \beta)$.

trait continu : lieu des admittances correspondant au facteur de réflexion initial avant dépôt.

Figure 1-6

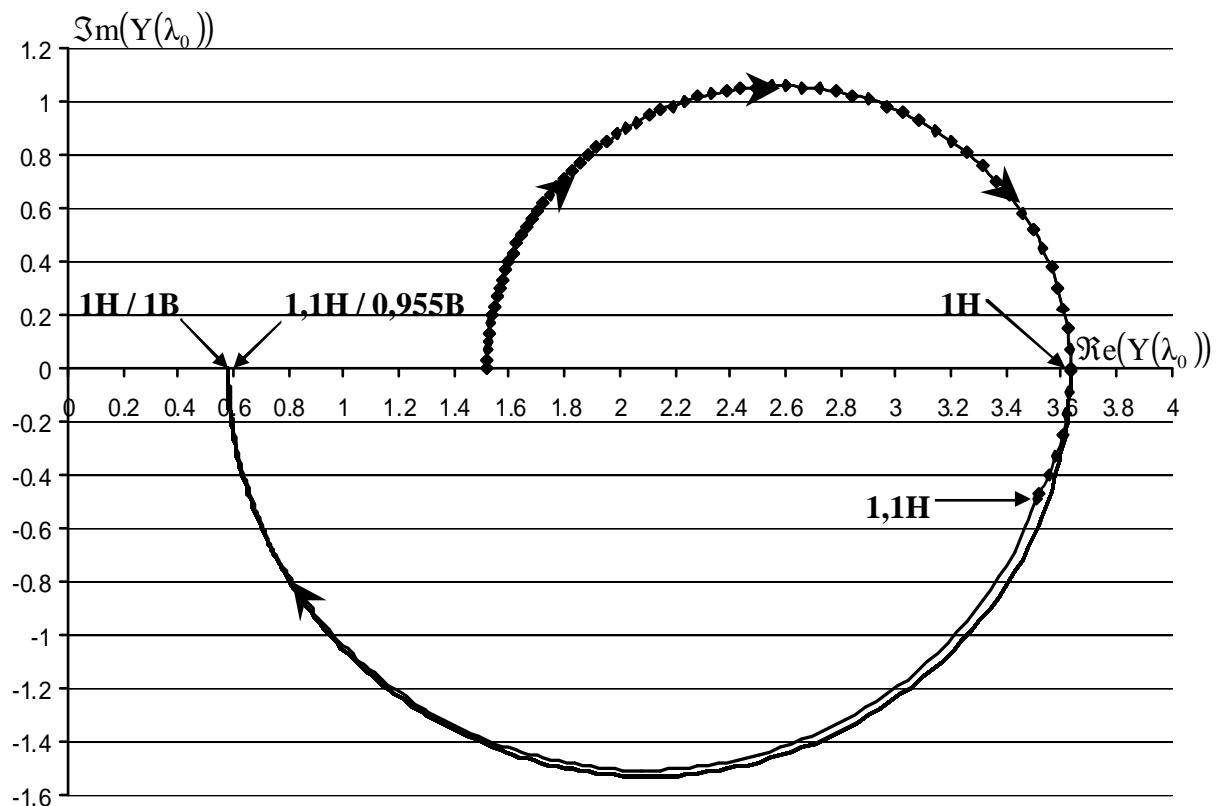
Nous avons vu précédemment que le dépôt d'un matériau non absorbant sur un milieu d'admittance réelle à λ_0 conduit à la réalisation d'une couche quart d'onde lorsqu'on s'arrête sur une admittance également réelle. On déduit donc que pour des empilements quart d'onde à λ_0 de matériaux diélectriques, il est possible d'effectuer un contrôle DTE ou DRE en contrôlant l'ensemble des couches à une seule et même longueur d'onde, à savoir λ_0 . Il existe dans ce cas particulier un phénomène intéressant de compensation d'erreurs. Illustrons ceci sur un exemple simple. Supposons que l'on veuille déposer l'empilement suivant :

$$\text{Substrat / 1H / 1B / Air} \quad \lambda_0 = 600 \text{ nm}$$

$$\text{Avec : } n_H = 2,35 / k_H = 0, \quad n_B = 1,45 / k_B = 0, \quad n_s = 1,52, \quad k_s = 0$$

Admettons qu'en réalité, on commette une erreur lors de l'arrêt de la première couche. On dépose 1,1H (70,2nm) au lieu de 1H (63,8nm). L'arrêt de la seconde couche, si celui-ci est sans erreur, conduit au dépôt de 0,955B valeur pour laquelle l'admittance est réelle (cf figure

1-7). L'épaisseur de la seconde couche est plus faible que prévue et permet de compenser en partie l'erreur de dépôt de la première, 98,8nm (0,955B) au lieu de 103,4 (1B). La figure 1-7 montre en effet que les dépôts 1H et 1,1H conduisent à des admittances assez différentes. Mais après le dépôt des couches suivantes (1B et 0,955B), les admittances des deux bicouches sont presque les mêmes.

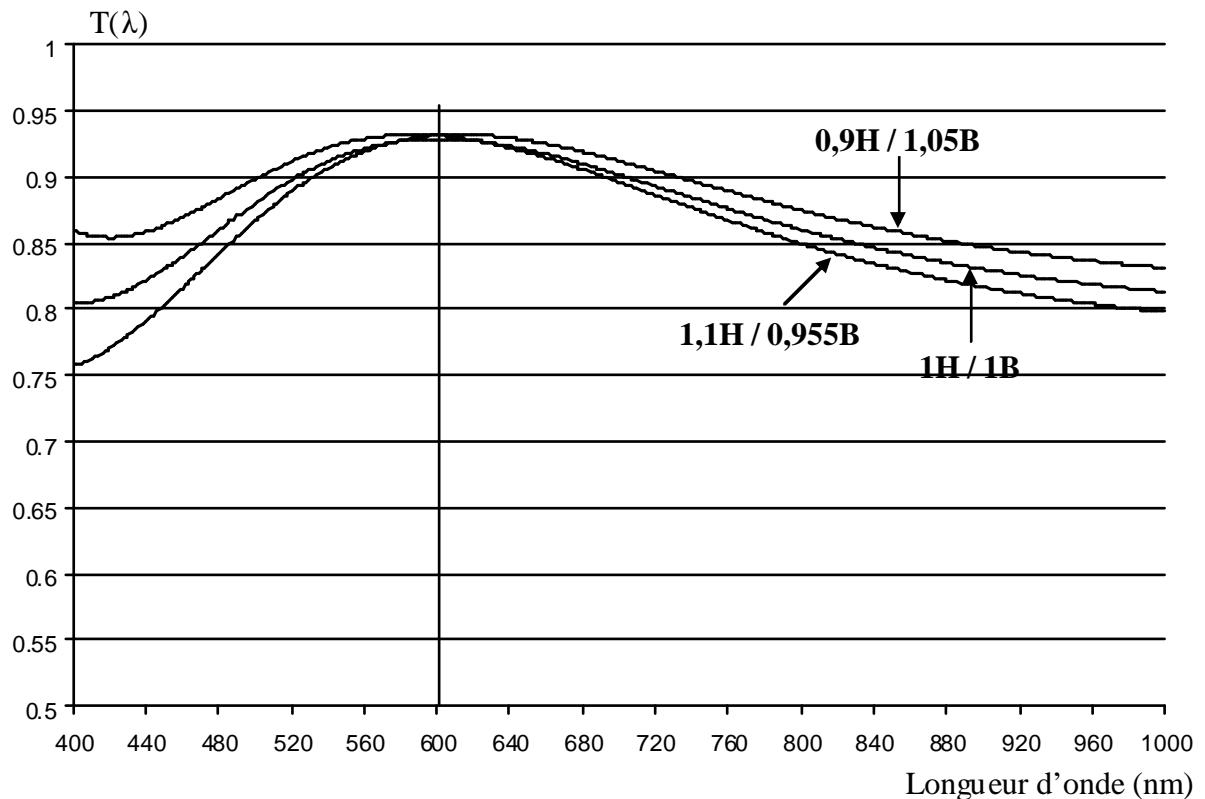


Cercles d'admittance à la longueur d'onde de contrôle ($\lambda_0 = 600\text{nm}$) des empilements

1H / 1B (empilement idéal) et 1,1H / 0,955B (empilement avec erreur compensée)

Figure 1-7

Notons toutefois que ce phénomène de compensation d'erreurs est possible parce que toutes les couches sont contrôlées à une seule et même longueur d'onde. Dans ce cas, le dépôt d'une couche trop longue conduit naturellement à diminuer l'épaisseur de la couche suivante et inversement pour une couche trop courte. Cette correction d'erreur n'a cependant lieu qu'au voisinage de la longueur d'onde de contrôle λ_0 . La figure 1-8 montre les profils spectraux obtenus pour les cas de correction d'une couche trop longue 1,1H et d'une couche trop courte 0,9H. C'est à la longueur d'onde de contrôle ($\lambda_0 = 600\text{ nm}$) que la transmission se rapproche le plus de la valeur théorique.



Profils spectraux en transmission des empilements :

- 1H / 1B (empilement idéal),
- 1,1H / 0,955B (compensation d'une couche trop longue)
- et 0,9H / 1,05B (compensation d'une couche trop courte)

Figure 1-8

Dans le cas d'un empilement d'épaisseurs quelconques, avec des longueurs d'onde de contrôle différentes pour chaque couche, il n'y a généralement pas de compensation d'erreurs possible. Le contrôle DTE perd alors de son intérêt et on lui préfère souvent dans ce cas un arrêt sur niveau.

L'idéal serait de pouvoir compenser les erreurs de n'importe quel type d'empilement et ceci sur un large domaine spectral. Pour se faire, un simple contrôle monochromatique n'est pas suffisant, il faut utiliser un contrôle spectrophotométrique large bande.

1.3.4. Conclusion

Les contrôles optiques monochromatiques présentent l'avantage d'être simples à mettre en œuvre. De nombreux critères d'arrêt sont possibles, les deux plus répandus étant certainement les arrêts sur niveau et le DTE / DRE :

$$- (T_{\text{mes}}(t) = T_{\text{th}})_{\lambda_{0i}} \quad \text{ou} \quad (R_{\text{mes}}(t) = R_{\text{th}})_{\lambda_{0i}} \quad \text{arrêt sur niveau}$$

$$- \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \left(\frac{\partial R}{\partial t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{arrêt DTE ou DRE}$$

De part sa nature, l'arrêt sur niveau devrait être le plus précis des deux [3]. En effet, l'arrêt DTE ou DRE est basé sur des déterminations d'extremums à une longueur d'onde où, par définition, le signal varie peu en fonction de l'épaisseur. Cela se traduit forcément par une plus faible sensibilité aux variations de transmission ou de réflexion. Par ailleurs comme tout contrôle basé sur un calcul de dérivée par rapport au temps, ce dernier est relativement sensible aux éventuelles variations de vitesse de dépôt. Cependant, la difficulté d'effectuer des mesures absolues rend le contrôle sur niveau plus délicat à mettre en œuvre. En outre, les contrôles de type DTE ou DRE sont particulièrement bien adaptés à la réalisation d'empilements quart d'onde pour lesquels il existe des phénomènes de compensation d'erreurs.

Soulignons enfin que l'étude des contrôles monochromatiques que nous venons de présenter est loin d'être complète. Comme nous l'avons déjà expliqué, il existe de nombreux autres critères d'arrêt possibles parmi lesquels :

$$- \left(\frac{\partial T}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \left(\frac{\partial R}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad [3,18,24,25] \quad (\text{méthode du maximètre})$$

Il est logique de concevoir un critère d'arrêt analogue au DTE ou DRE mais cette fois ci basé sur la dérivée en fonction de la longueur d'onde. Il nécessite cependant une très bonne connaissance de l'indice de réfraction $n(\lambda)$ et du coefficient d'extinction $k(\lambda)$ pour un calcul exact des différentes longueurs d'onde de contrôle λ_0 .

$$- \left(\frac{\partial^2 T}{\partial^2 \lambda} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \left(\frac{\partial^2 R}{\partial^2 \lambda} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad [25] \quad (\text{méthode du second harmonique})$$

$$- \left(\frac{\partial^2 T}{\partial^2 t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad \text{ou} \quad \left(\frac{\partial^2 R}{\partial^2 t} \right)_{\lambda_{0i}} = 0 \quad [25] \quad (\text{méthode du point d'inflexion})$$

Ces deux critères d'arrêt consistent à stopper le dépôt lorsque la dérivée première atteint un maximum. Le but étant d'obtenir la meilleure sensibilité possible à la longueur d'onde de contrôle.

- critère d'arrêt basé sur l'admittance Y [26,27,28]

Au cours du dépôt d'une couche, l'admittance décrit un cercle. Compte tenu des éventuelles erreurs, l'épaisseur déposée peut être plus importante ou plus faible que prévue. Il est alors possible de calculer la nouvelle trajectoire erronée décrite par l'admittance lors du dépôt de la couche suivante et d'évaluer la nouvelle valeur à atteindre pour compenser l'erreur.

1.4. Contrôle spectrophotométrique Large Bande

1.4.1. Arrêt sur fonction de mérite

Les premières études sur le potentiel des contrôles Large Bande ne sont pas récentes et datent des années 1970 [16,29,30]. Toutefois, pendant longtemps les performances des appareils de mesure ne permettaient pas la réalisation de filtres complexes au moyen de ce type de contrôle. Avec les progrès de ces dix dernières années notamment en ce qui concerne le développement de détecteurs matriciels, de nombreux laboratoires se sont à nouveau intéressés à cette voie de recherche et développent actuellement des contrôles large bande. Il existe même des versions commercialisées.

Le critère d'arrêt de ce type de contrôle est basé sur l'exploitation en temps réel des profils spectraux mesurés. De manière analogue au contrôle ellipsométrique, pour contrôler le dépôt d'une couche, on peut utiliser une fonction de mérite qui représente en temps réel la distance entre le profil mesuré et le profil attendu en fin de dépôt [29]. Le critère d'arrêt de la couche est la minimisation de cette distance :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [R_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - R_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2 \quad \text{ou} \quad \chi_i^2(t) = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [T_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - T_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2$$

N_L : Nombre de longueurs d'onde qui composent le spectre sur lequel est effectué le contrôle.

$R_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} / T_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}}$: Facteurs de réflexion et de transmission mesurés au cours du dépôt de la couche i , à la longueur d'onde λ_j et à l'instant t .

$R_i(\lambda_j)_{\text{th}} / T_i(\lambda_j)_{\text{th}}$: Facteurs de réflexion et de transmission théoriques à la longueur d'onde λ_j que l'on doit atteindre à la fin du dépôt de la couche i .

L'utilisation de ce type de fonction de mérite sous forme d'écart quadratique est assez répandue pour l'évaluation des performances de mesures expérimentales. Dans le domaine de l'ellipsométrie comme nous l'avons déjà vu, mais également dans le domaine de la synthèse

couches minces. Plusieurs variantes existent bien entendu. Il est par exemple possible de pondérer les longueurs d'onde par un coefficient $\Omega_{i,j}$ [18] :

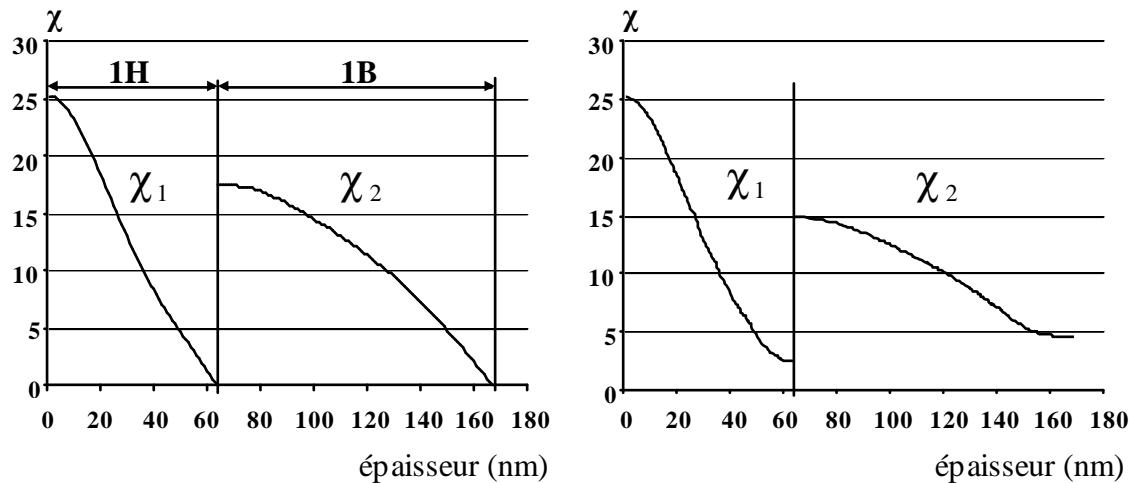
$$\chi_i^2(t) = \frac{\Omega_{i,j}}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [R_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - R_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2 \quad \text{ou} \quad \chi_i^2(t) = \frac{\Omega_{i,j}}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [T_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - T_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2$$

ou si l'on dispose des deux voies de contrôle (réflexion et transmission) :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{2 \cdot N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} ([R_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - R_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2 + [T_i(t, \lambda_j)_{\text{mes}} - T_i(\lambda_j)_{\text{th}}]^2)$$

Les fonctions de mérite sont continues par morceaux et en théorie elles s'annulent à la fin du dépôt de chaque couche. Sur la figure 1-9 on peut voir la fonction de mérite attendue pour l'exemple précédemment étudié. En pratique, à cause d'une mauvaise maîtrise des indices, d'un mauvais étalonnage de la chaîne de mesure ou des erreurs de dépôt cumulées, celle-ci ne s'annule pas mais passe par un minimum absolu. Dans ces conditions, comme pour un contrôle DTE ou DRE on peut analyser la dérivée de cette fonction et, sous réserve d'une vitesse de dépôt constante, poser le critère d'arrêt suivant :

$$\frac{\partial \chi}{\partial t} = 0 \quad (1 - 9)$$



fonction de mérite théorique (à gauche) et fonction expérimentale simulée (à droite)

empilement : Substrat / 1H / 1B / Air

($n_H = 2,35 / k_H = 0 / n_B = 1,45 / k_B = 0 / n_s = 1,52 / k_s = 0$)

Figure 1-9

La valeur finale de χ_i représente l'erreur quadratique résiduelle de l'empilement à la fin du dépôt de la couche i.

1.4.2. Arrêt sur l'épaisseur estimée

Il est possible de définir un autre critère d'arrêt pour un contrôle large bande. Comme pour l'ellipsométrie, on peut chercher à estimer l'épaisseur déposée en temps réel [31]. Pour ce faire, on choisit un modèle optique décrivant l'empilement et on optimise ses paramètres jusqu'à ce que le facteur de transmission $T_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}$ (ou de réflexion $R_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}$) théorique calculé à partir de ce modèle soit conforme à celui mesuré. On effectue la comparaison au moyen d'une fonction de mérite χ_i^2 de la forme suivante :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [R_i(t, \lambda_j)_{mes} - R_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2 \quad \text{ou} \quad \chi_i^2(t) = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [T_i(t, \lambda_j)_{mes} - T_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2$$

ou si l'on dispose des deux voies de contrôle (réflexion et transmission) :

$$\chi_i^2(t) = \frac{1}{2N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} ([R_i(t, \lambda_j)_{mes} - R_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2 + [T_i(t, \lambda_j)_{mes} - T_i(\gamma, t, \lambda_j)_{th}]^2)$$

γ représente l'ensemble des paramètres du modèle que l'on choisit d'optimiser. En plus de l'épaisseur, on peut également ajuster l'indice de réfraction $n(\lambda)$ et le coefficient d'extinction $k(\lambda)$ afin d'obtenir la meilleure concordance possible entre calculs et mesures. Comme nous l'avons déjà expliqué pour l'ellipsométrie, les modèles optiques utilisent généralement des fonctions mathématiques pour réduire le nombre de paramètres à optimiser (lois de Cauchy.....).

En théorie, la fonction de mérite χ_i^2 s'annule, mais en pratique, pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le paragraphe précédent, ce n'est pas le cas. C'est le minimum absolu de cette fonction qui permet d'estimer l'épaisseur déposée en temps réel. Lorsque cette épaisseur est égale à l'épaisseur théorique à atteindre, le dépôt est arrêté.

Soulignons que l'estimation des différentes épaisseurs déposées est insensible à toute variation de vitesse de dépôt. Bien entendu, dans le cadre d'acquisitions séquentielles, si la vitesse augmente brusquement d'une mesure à l'autre en toute fin de dépôt, il y a un risque de réaliser une couche trop épaisse. Cela influe légèrement sur la précision du contrôle, mais l'épaisseur estimée reste correcte. La méthode précédente quant à elle est plus sensible aux variations de vitesse. En effet, un critère d'arrêt basé sur le calcul d'une dérivée par rapport au temps (cf relation 1-9) peut conduire à une mauvaise interprétation des données en cas de variation de vitesse de dépôt.

Pour finir, notons qu'il existe une variante de l'arrêt sur l'épaisseur estimée, il s'agit dans ce cas d'estimer la durée du dépôt [32]. Cette méthode a surtout de l'intérêt pour des acquisitions séquentielles. Dans ce cas, on est habituellement contraint d'attendre l'acquisition d'une nouvelle mesure pour savoir si les conditions d'arrêt du dépôt sont satisfaites ou pas. Il existe une solution pour s'affranchir de cet inconvénient. A partir des différentes épaisseurs estimées, connaissant la durée séparant deux mesures, il est facile de calculer une vitesse moyenne de dépôt. On peut alors évaluer en temps réel la durée de ce dernier et baser le critère d'arrêt sur ce paramètre. L'avantage de cette méthode est évident, le contrôle est plus précis car il permet d'arrêter le dépôt entre deux mesures.

1.4.3. Conclusion

Le critère d'arrêt d'un contrôle large bande est basé sur l'analyse de mesures effectuées sur une large plage spectrale. Il permet de minimiser les erreurs sur l'ensemble de ce domaine et paraît donc a priori tout à fait adapté pour la réalisation de filtres ayant des propriétés large bande. Parmi les critères d'arrêt possibles figurent : le minimum d'une fonction de mérite, l'estimation de l'épaisseur déposée ou de la durée de dépôt par optimisation d'un modèle. Il s'agit de méthodes analogues à celle d'un contrôle ellipsométrique. Contrairement aux contrôles monochromatiques qui ne peuvent renseigner au mieux que sur l'épaisseur optique déposée à la longueur d'onde de contrôle, le contrôle large bande permet de déterminer : épaisseur, indices de réfraction et coefficient d'extinction.

Reste la question du phénomène de compensation d'erreurs. Nous avons vu qu'il était systématique pour un contrôle monochromatique de type DTE ou DRE, dans le cas particulier des empilements quart d'onde. Mais qu'en est-il pour le contrôle large bande ? Des études ont montré qu'un tel phénomène est possible pour des cas restreints d'empilements [3,32]. Cependant, d'une manière générale, ce type de contrôle n'induit pas automatiquement une compensation d'erreurs. Cette compensation systématique est possible, nous l'évoquerons dans le paragraphe suivant, mais elle nécessite une étape de réoptimisation faisant appel à un logiciel de synthèse d'empilements couches minces. Ce phénomène n'est pas inhérent à la méthode du contrôle large bande comme il peut l'être pour un contrôle DTE ou DRE.

1.5. Conclusion générale

Le contrôle *in situ* des dépôts de couches minces peut être réalisé par de nombreux moyens. L'étude que nous venons de présenter n'est pas exhaustive [33]. Outre le contrôle par microbalance à quartz très répandu dans l'industrie, on peut distinguer deux grandes familles : les contrôles ellipsométriques et spectrophotométriques.

L'idéal serait de conclure ce chapitre en précisant quel est le meilleur contrôle. Mais il est très difficile de généraliser. Un contrôle peut s'avérer très performant pour le dépôt d'un type de filtre mais très décevant pour d'autres. Par exemple le DTE ou DRE, bien adapté pour le contrôle des couches quart d'onde, l'est beaucoup moins pour des empilements d'épaisseurs quelconques. Il faut étudier chaque situation et rechercher dans chaque cas le contrôle le plus adapté afin de limiter les erreurs de dépôt [20,34,35,36,37]. Pour certains empilements, il peut même s'avérer judicieux d'en utiliser plusieurs, le contrôle optimal n'étant pas forcément identique pour toutes les couches. L'idéal consisterait en fait à réaliser la synthèse d'un filtre en prenant systématiquement en compte les moyens de contrôle dont on dispose pour le fabriquer [32,38]. Les filtres passe bande en sont un très bon exemple. Ces empilements peuvent être synthétisés à l'aide de couches d'épaisseurs quelconques ou quart d'onde. Pourtant, dans la pratique, on utilise systématiquement des couches quart d'onde. La raison est simple, cela permet un contrôle DTE du filtre à une seule et même longueur d'onde. De nombreuses études montrent que l'on obtient ainsi une très grande reproductibilité grâce à une compensation d'erreurs remarquable [23,39,40,41].

Pour limiter les erreurs de dépôt, il est important de bien maîtriser le processus de fabrication (arrêt automatisé, indices reproductibles). Néanmoins, il s'avère presque impossible de les éviter totalement et il paraît alors intéressant de pouvoir les compenser. Parmi les contrôles qui ont été présentés, les contrôles par ellipsométrie spectroscopique et par spectrophotométrie large bande sont les seuls qui permettent d'évaluer l'épaisseur déposée, l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction des matériaux. Il est alors possible de prendre en compte les erreurs de dépôt d'une couche en modifiant les épaisseurs des couches restant à déposer [42,43,44,45,46,47]. Cette réoptimisation temps réel permet une compensation d'erreurs sur l'ensemble du domaine spectral de contrôle. Elle est actuellement l'objet de travaux de recherche en ellipsométrie comme en spectrophotométrie large bande [48,49,50].

A titre indicatif, les méthodes ellipsométriques sont jugées plus précises pour le contrôle des très fines couches. Dans ce cas, en effet, il n'y a aucun pic d'interférence visible sur le domaine spectral contrôlé ce qui rend les méthodes spectrophotométriques moins performantes. En ce qui concerne la détermination de l'indice de réfraction, l'ellipsométrie est également meilleure. En revanche, les méthodes spectrophotométriques sont plus sensibles pour la détermination du coefficient d'extinction car le facteur de transmission est très sensible à l'absorption. Les contrôles ellipsométriques nécessitent par ailleurs la mise en place d'un système optique complexe et d'un calibrage précis notamment en ce qui concerne le positionnement angulaire des éléments optiques. Pour un contrôle spectrophotométrique on peut se contenter d'un montage beaucoup plus sommaire et moins contraignant. Dans sa version la plus basique, un simple collimateur relié à une source pour le système d'émission, et un autre relié à un spectrophotomètre pour le système de collection de flux suffisent. C'est

sans doute la raison principale qui explique une plus grande diffusion des contrôles spectrophotométriques. Par ailleurs ce sont des contrôles directs qui donnent directement accès à l'information recherchée à savoir les données spectrales. Pour ces raisons nous avons opté lors de cette thèse pour le développement d'un contrôle spectrophotométrique large bande.

Chapitre 2

Conception et réalisation d'un contrôle optique large bande en transmission et en réflexion

2. Conception et réalisation d'un contrôle spectrophotométrique large bande en transmission et en réflexion

2.1. Contraintes de conception liées au bâti

2.1.1. Présentation du bâti BAK 800 IP

Plusieurs technologies ont été développées pour le dépôt des couches minces. Le contrôle large bande conçu lors de ce travail de thèse a été implanté sur un bâti Balzers (BAK IP 800) de technologie « Ion Plating (IP) » (plaquage ionique) [51,52,53].

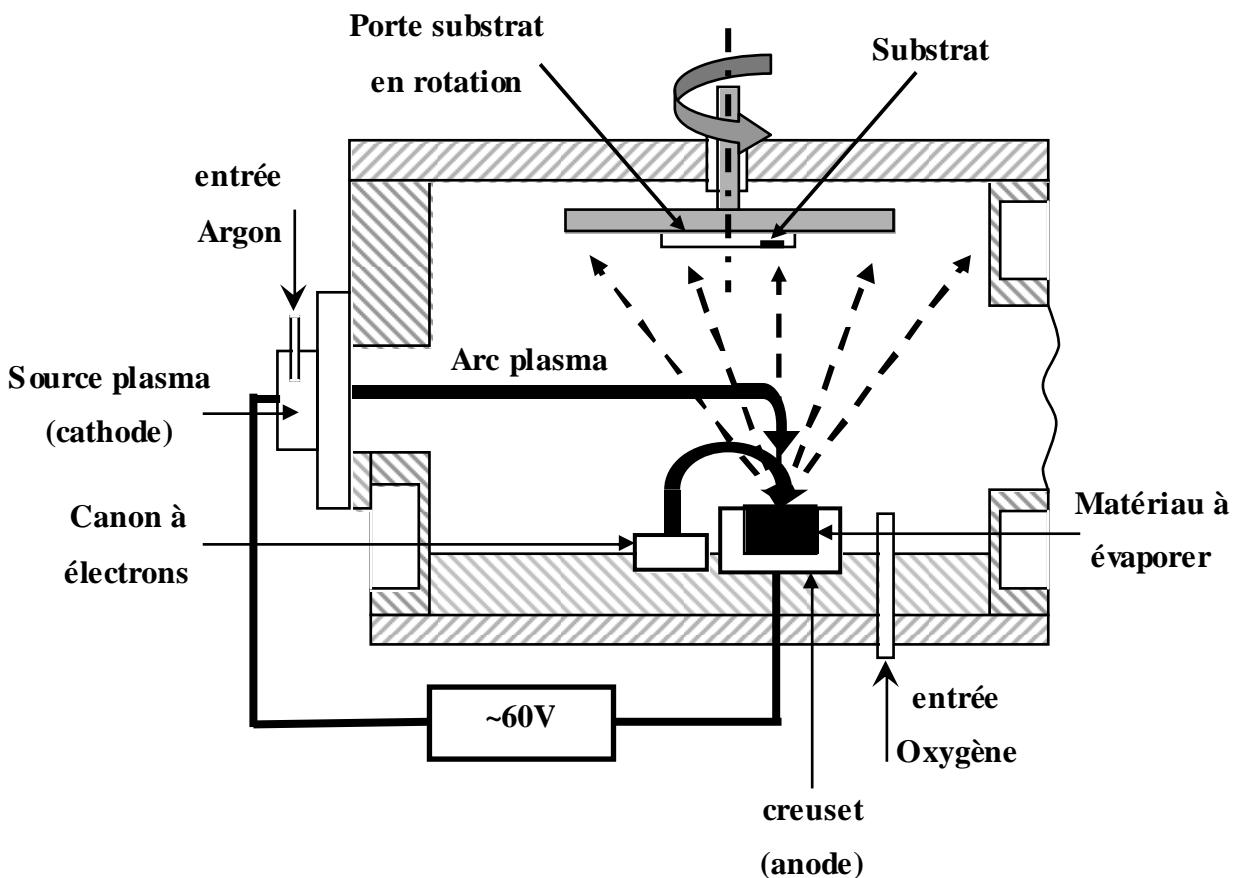


Schéma de principe d'un bâti de technologie « Ion Plating »

Figure 2-1

Lors d'une évaporation « classique », un canon à électrons est employé pour l'évaporation des matériaux, ceci en focalisant son faisceau sur le creuset. La vapeur ainsi formée se condense sur les éléments les plus froids du bâti comme les parois et, naturellement, les substrats. Avec la technologie « Ion Plating » (cf figure 2-1), le dépôt est assisté par une source plasma (cathode). L'arrivée continue d'un gaz inert (Argon) au niveau de la cathode permet la

création d'un arc plasma d'intensité élevée ($\sim 50\text{A}$) et de faible tension ($\sim 60\text{ V}$). Le plasma est alors le siège de réactions d'échange de charges entre le matériau issu du creuset et le gaz neutre ionisé (Ar^+). Il s'en suit une ionisation du matériau évaporé ainsi que des gaz réactifs présents dans l'enceinte (oxygène). Le porte substrat est isolé électriquement et les échantillons traités se trouvent chargés négativement, générant ainsi un champ électrique entre le creuset et les substrats. L'accélération de la matière qui en résulte permet d'obtenir des couches minces compactes d'où le nom de plaquage ionique (Ion Plating). Rappelons que les couches minces présentent une microstructure en forme de colonnes dont les diamètres sont de l'ordre de 10 à 30 nm et dont l'orientation des axes dépend de la direction du flux de matière évaporée. De ce fait, les propriétés physiques d'un matériau en couche mince sont systématiquement différentes de celles du matériau massif. Elles sont même différentes d'une technologie de dépôt à une autre. Dans le cas de l'« Ion Plating », la forte compacité des couches obtenues permet d'éviter la présence de lacunes et donc l'évolution des propriétés optiques lors d'un passage air-vide ou vide-air. Les empilements réalisés seront donc a priori bien adaptés à des applications spatiales.

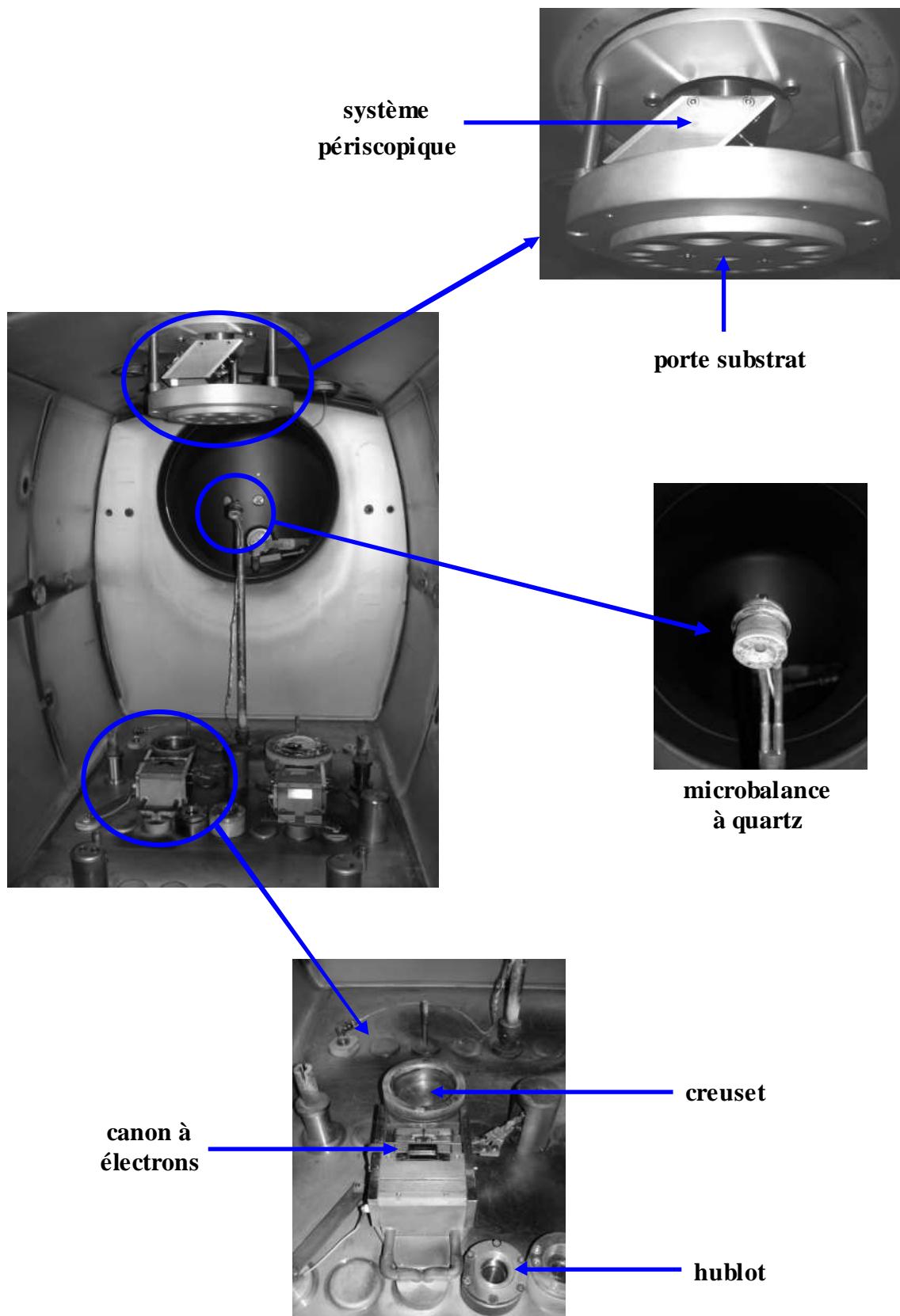
Les dépôts sont effectués sous vide ($10^{-3} - 10^{-4}\text{ mbar}$) à des températures pouvant atteindre plus de $300\text{ }^\circ\text{C}$. Notons que ces fortes températures sont liés au plasma et non à un apport externe d'énergie de type lampe de chauffage. Divers matériaux peuvent être déposés : oxydes, sulfures, fluorures à condition que le matériau soit conducteur à température d'évaporation.

2.1.2. Contraintes de conception

Avant le début de ces travaux de thèse, deux types de contrôle étaient disponibles pour la réalisation des couches minces :

- Une microbalance à quartz située à l'intérieur de l'enceinte du bâti. Si elle n'est pas obligatoirement employée pour stopper les dépôts, elle permet de déterminer la vitesse d'évaporation des matériaux et d'asservir la puissance des canons à électrons afin de la maintenir constante.
- Un contrôle spectrophotométrique monochromatique en transmission permettant selon les cas la mise en œuvre des différents critères d'arrêt déjà évoqués : arrêt sur niveau, arrêt DTE.....

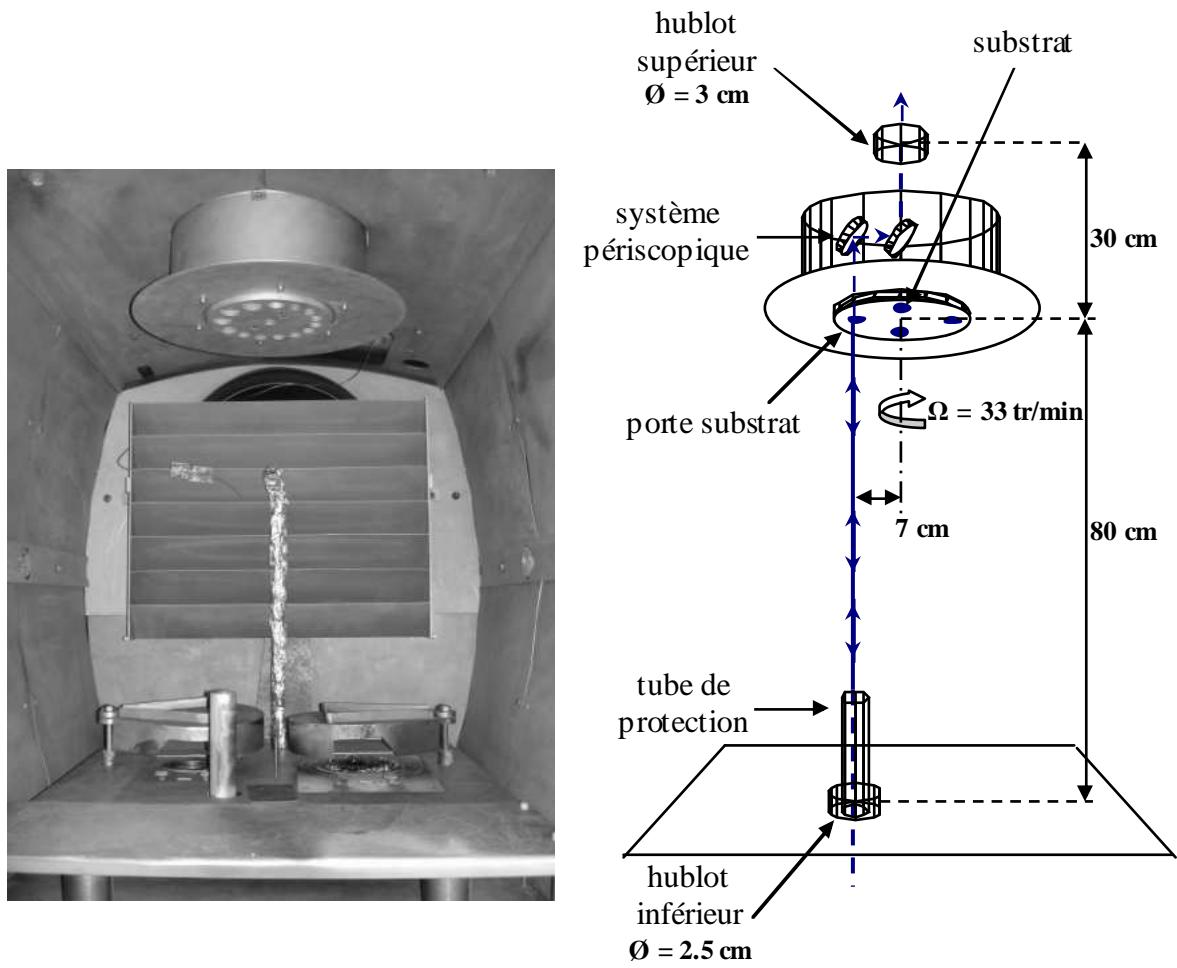
L'objectif de ce travail de thèse, à savoir la réalisation d'un contrôle spectrophotométrique large bande en transmission et en réflexion, implique certaines contraintes de conception inhérentes au bâti dont on peut voir l'intérieur de l'enceinte sur la figure 2-2.



Intérieur de l'enceinte du bâti BAK IP 800 sans les tôles de protection

Figure 2-2

Pour une meilleure uniformité des couches, le porte substrat est en rotation au cours d'un dépôt ($\Omega = 33$ tr/min). Afin que les traitements soient identiques, on dispose les échantillons sur un même cercle (cf figure 2-3) et le contrôle s'effectue sur l'un d'entre eux (verre de contrôle). Il s'agit donc d'un contrôle direct. Deux hublots situés sur les parties supérieure et inférieure de l'enceinte permettent d'éclairer le verre de contrôle et de collecter les flux transmis et réfléchis par ce dernier (cf figure 2-3). Contrairement au hublot inférieur, le hublot supérieur est situé sur l'axe de rotation du porte substrat ce qui impose l'utilisation d'un système optique pour orienter la lumière dans sa direction.



Intérieur de l'enceinte du bâti BAK IP 800
avec les tôles de protection

Schéma de l'intérieur de l'enceinte
du bâti BAK IP 800

Figure 2-3

A partir de ces divers précisions concernant la configuration du bâti, on peut formuler quelques contraintes pour le développement du contrôle large bande :

- la source lumineuse ainsi que le système optique de mesure du flux réfléchi doivent être situés sous l'enceinte du bâti pour pouvoir mesurer la réflexion côté dépôt. En conséquence, le système de mesure du flux transmis doit être implanté au dessus du bâti.

- la position des hublots impose des mesures sous incidence normale. Ces dernières sont très critiques notamment en réflexion à cause des distances importantes et nécessitent l'utilisation d'un système d'alignement de type laser visible. Notons par ailleurs que des mesures en incidence normale impliquent des problèmes de réflexions parasites aux interfaces perpendiculaires à l'axe optique. Nous reviendrons par la suite sur ce point.

- Un système périscopique composé de deux miroirs est nécessaire pour orienter le flux lumineux en direction du hublot supérieur. On peut voir ce système, conçu durant ces travaux de thèse, figure 2-2.

- Le porte substrat étant en rotation au cours du dépôt, le verre de contrôle se trouve aligné sur le trajet du flux lumineux de manière périodique, toutes les 1,8 s. L'utilisation d'un système de synchronisation est nécessaire pour déclencher la mesure à ce moment. En outre, la « fenêtre » de mesure est réduite à quelques dizaines de millisecondes ce qui impose des temps d'intégration faibles pour le détecteur et donc des niveaux de flux limités.

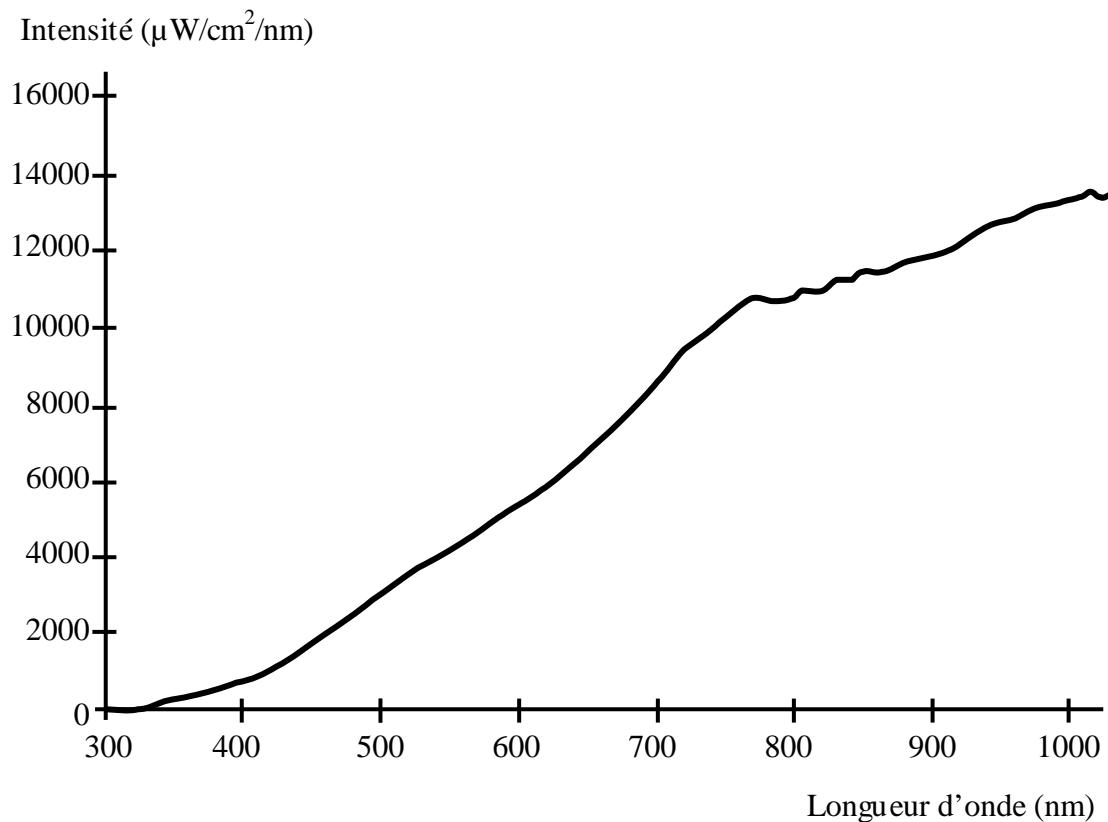
Comme nous l'avons déjà signalé, un contrôle spectrophotométrique monochromatique en transmission était déjà implanté sur le bâti avant le début de ce travail de thèse. Il aurait donc été possible d'utiliser les éléments déjà existant (système d'éclairage, de synchronisation, ou périscopique) pour réaliser le nouveau contrôle optique large bande. Cependant, sans entrer dans les détails, ils n'étaient pas optimaux ou ne répondraient pas aux exigences fixées. Il a donc fallu en concevoir de nouveaux.

2.2. Conception du contrôle optique

2.2.1. Source et détecteur

2.2.1.1. Choix de la source

La source utilisée dans le cadre de ces travaux de thèse est une source fibrée de type halogène (HL 2000 / OceanOptics). Son domaine spectral utile s'étend de 360 nm à 2 µm ce qui permet un contrôle dans le domaine du visible et du proche infrarouge (cf figure 2-4).



Spécifications spectrales de la source

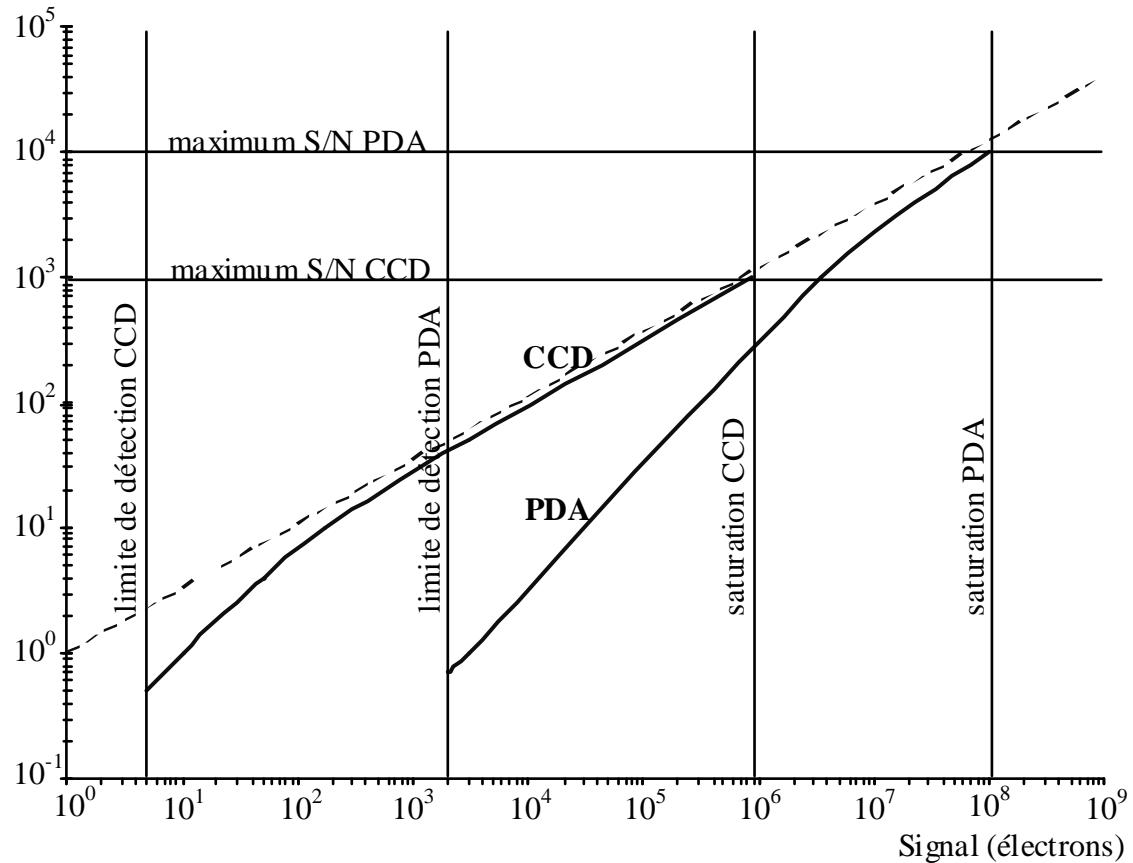
Figure 2-4

Ce modèle présente l'avantage d'offrir une bonne stabilité. C'est à dire que deux mesures successives, à quelques secondes d'intervalle, des niveaux de flux délivrés par la source sont strictement identiques. Certes, il existe une dérive lente dans le temps mais cette dernière peut être facilement corrigée.

2.2.1.2. Choix du détecteur

L'acquisition d'un profil spectral peut s'effectuer au moyen de deux types de capteur : CCD (Charge Coupled Device) ou PDA (PhotoDiode Array). Ces technologies, à base de semiconducteurs, ont une sensibilité spectrale qui varie du proche UV au proche infra rouge (pour le silicium). Chacune d'elle possède ses avantages et ses inconvénients. Les capteurs CCD, bien adaptés pour des mesures à très faible flux, ont cependant un seuil de saturation bas. En revanche pour la technologie PDA, c'est l'inverse. Les seuils de détection et de saturation sont plus élevés ce qui permet d'atteindre de meilleurs rapports signaux sur bruit (S/B) lorsque le flux est conséquent comme le montre la figure 2-5.

Rapport Signal / Bruit (S/B)



Comparaison des performances des technologies CCD et PDA

Figure 2-5

En ce qui concerne le contrôle spectrophotométrique de filtres interférentiels en cours de dépôt, à quelques exceptions près, il ne s'agit pas d'une application à faible niveau de flux. Il existe en effet le plus souvent, au moins une zone du spectre où le facteur de transmission ou de réflexion se trouve à un niveau élevé. La recherche d'un rapport signal sur bruit optimal conduit donc à opter pour la technologie PDA. Le spectrophotomètre utilisé pour l'occasion est le modèle MCS-UV-NIR de marque ZEISS dont voici les principales données techniques :

- résolution : 3 nm (critère de Rayleigh)
- étalonnage en longueur d'onde : précision < 0,3 nm
- domaine spectral : [190 nm ; 1015 nm]
- Détection : détecteur de type PDA (Silicium) / 1024 pixels
codage sur 15 bits (de 0 à 32 768 coups)
- Linéarité : de 3 à 5% entre 1000 et 32 000 coups
- Entrée fibrée : $\emptyset = 0,5$ mm / O.N. = 0,22
- Temps d'intégration minimal : 12 ms

Ce modèle de spectrophotomètre possède deux voies d'entrée. Chaque voie dispose de son propre réseau de diffraction et de son propre détecteur permettant ainsi une mesure simultanée des flux réfléchis et transmis par l'échantillon. Cet appareil est associé à la source fibrée de type halogène présentée précédemment (cf figure 2-6).

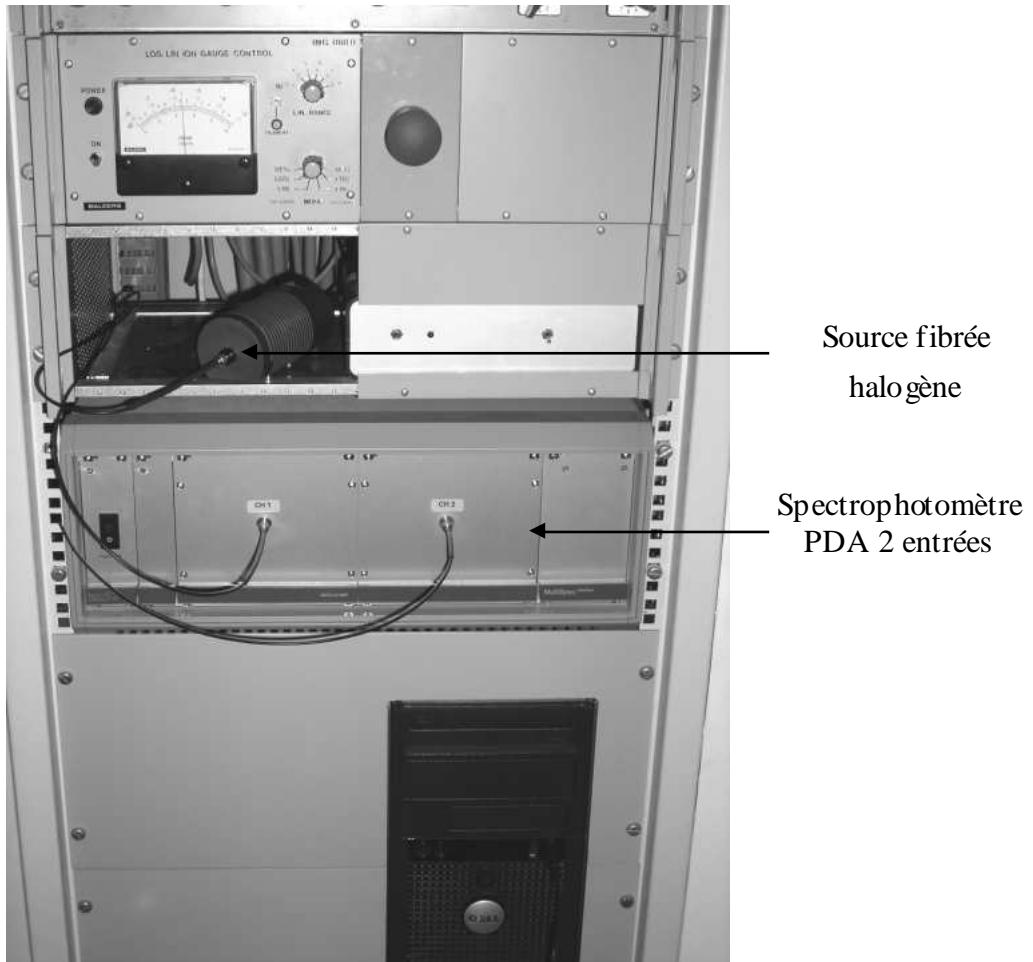
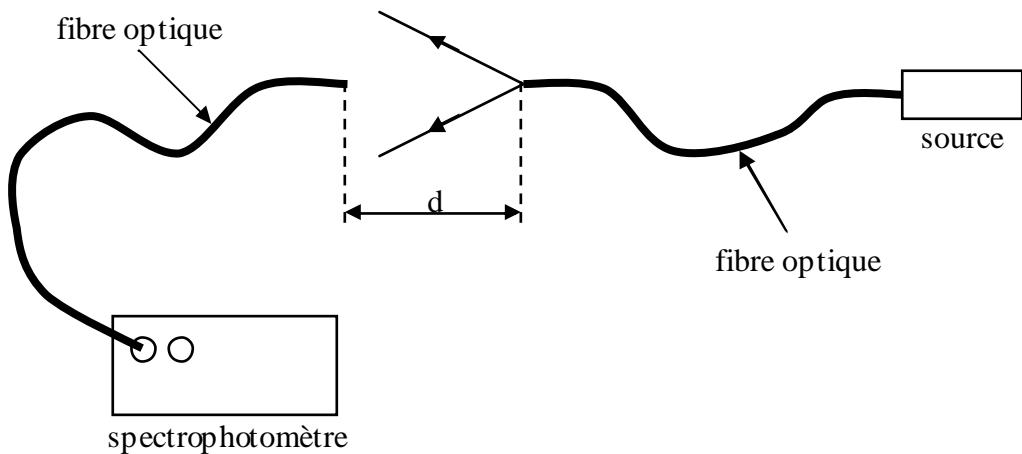


Photo du spectrophotomètre et de la source halogène

Figure 2-6

Un montage constitué de deux fibres optiques en regard, l'une reliée à la source et l'autre à une des deux voies du spectrophotomètre, permet d'évaluer les performances optimales du système en terme de rapport signal sur bruit. Le flux mesuré est ajusté à la peine échelle du spectrophotomètre en plaçant les fibres à une distance adéquate. Ce montage optique très simple est schématisé sur la figure 2-7.



évaluation des performances optimales du spectrophotomètre

On ajuste la distance d pour obtenir un niveau de signal à la pleine échelle de l'appareil

Figure 2-7

Le rapport signal sur bruit (S/B) est calculé à partir de la relation suivante :

$$S/B = \frac{\mu_s^{(n)}(\lambda)}{\sigma_s^{(n)}(\lambda)}$$

n : nombre d'acquisitions

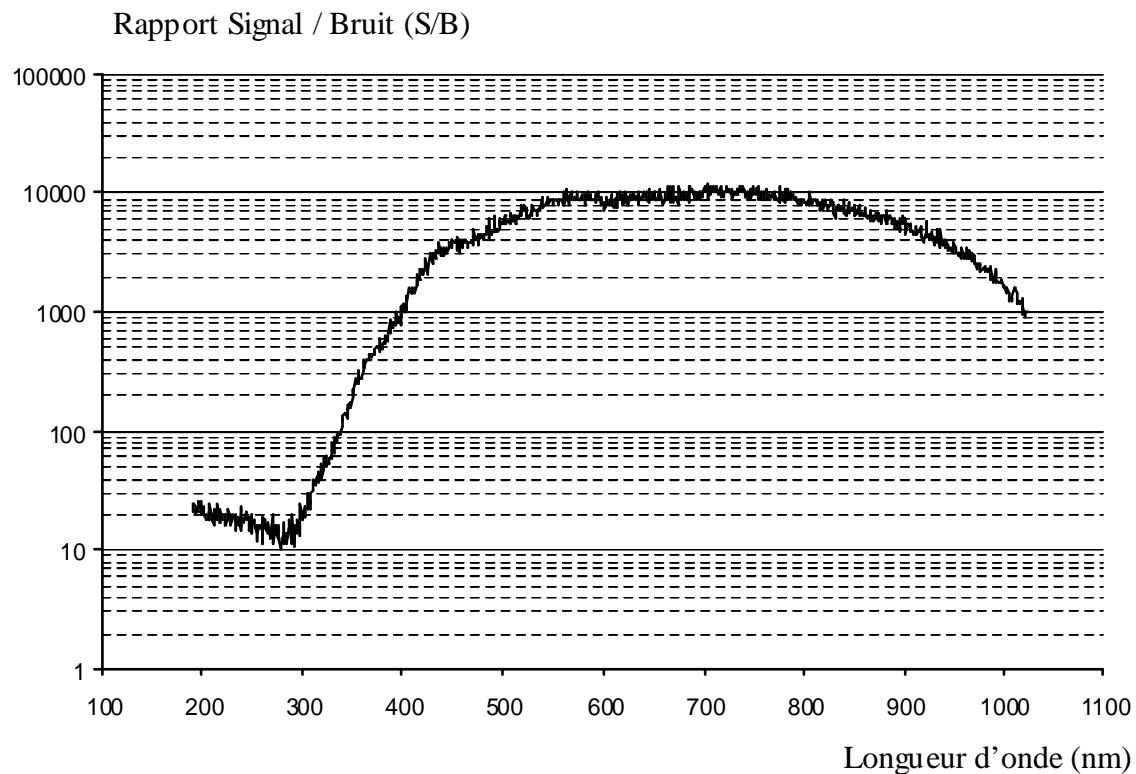
$\mu_s^{(n)}(\lambda)$: moyenne du signal à la longueur d'onde λ sur les n acquisitions

$\sigma_s^{(n)}(\lambda)$: écart-type du signal à la longueur d'onde λ sur les n acquisitions

Dans notre cas, une série de 100 mesures acquises toutes les secondes a permis d'établir la courbe de la figure 2-8. La courte durée de l'expérience permet d'éviter une éventuelle dérive dans le temps de la source ou du détecteur qui fausserait les résultats.

Le rapport signal sur bruit est optimal entre 600 nm et 700 nm. Pour les petites longueurs d'onde, le faible rapport observé est dû à la source, peu lumineuse dans cette gamme. Pour les grandes longueurs d'onde, la diminution du rapport est liée au détecteur en Silicium, peu sensible dans le proche infrarouge. En conséquence, le contrôle large bande sera utilisé dans la gamme [400 nm ; 1000 nm].

Soulignons enfin que durant un dépôt, le temps d'intégration étant limité à quelques dizaines de millisecondes, les niveaux de flux ne permettent donc pas d'atteindre un rapport signal sur bruit de 10000 comme l'indique la figure 2-8.

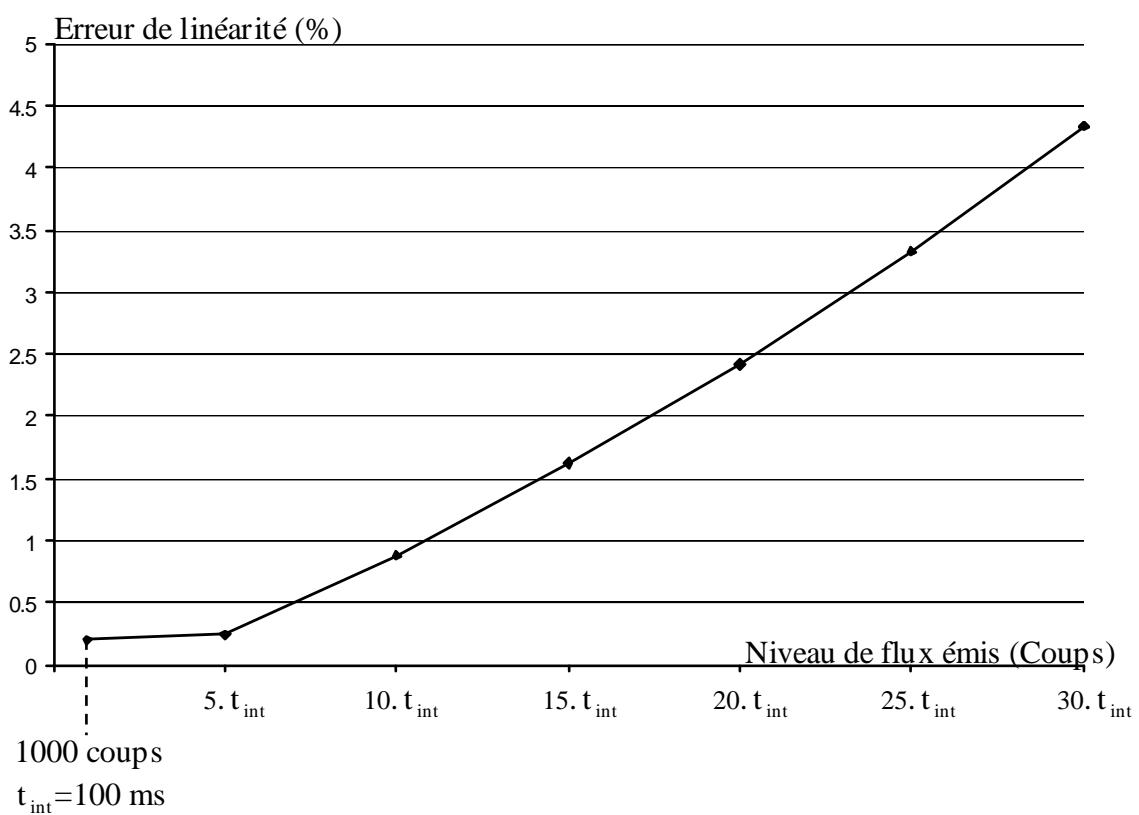
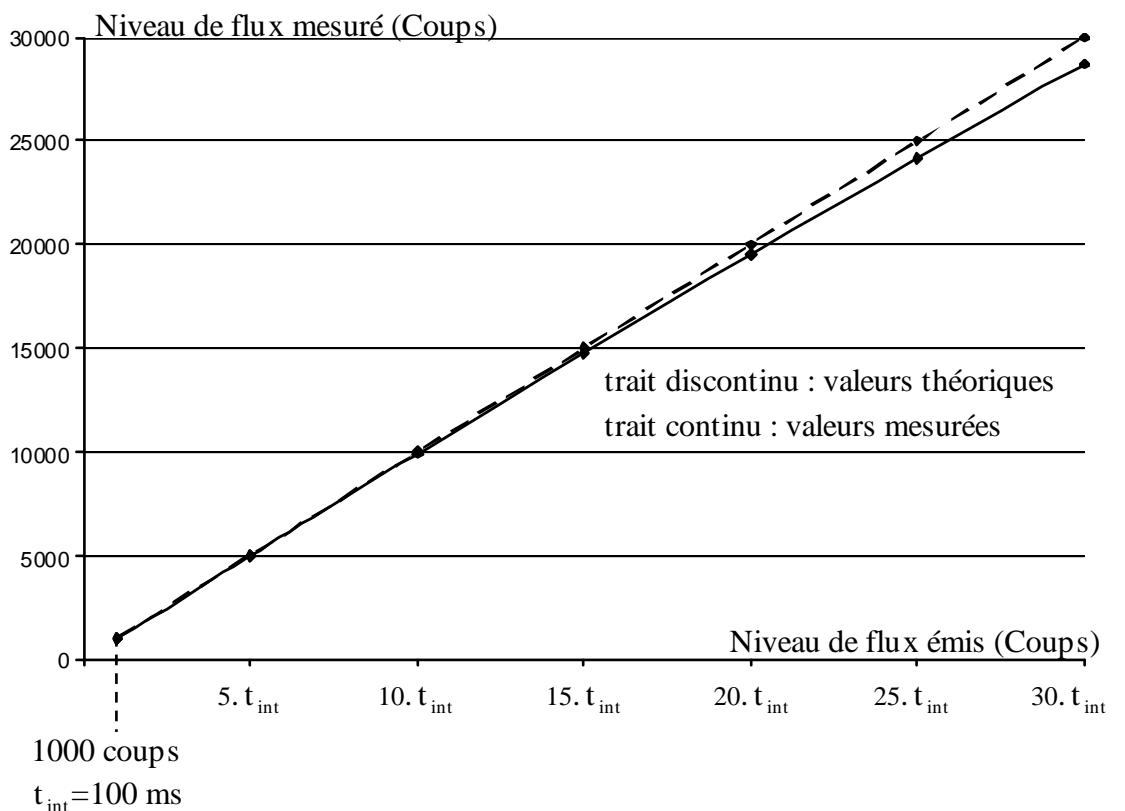


Rapport signal sur bruit selon le montage figure 2-7

Figure 2-8

La linéarité des détecteurs, autre paramètre primordial qui détermine les conditions d'utilisation, a également été testée. Les erreurs de linéarité ont été évaluées à partir du même montage optique qu'auparavant. La distance entre les fibres a été ajustée afin de mesurer une valeur de 1000 coups à une longueur d'onde fixée pour un temps d'intégration de 100 ms (t_{int}). Ce dernier a ensuite été multiplié par 5 - 10 - 15 - 20 - 25 et 30 en supposant que l'étalonnage des temps d'intégration soit correct. Les résultats de l'une des deux voies sont indiqués figure 2-9 (l'autre voie présente des performances similaires).

A la pleine échelle (30 000 coups), l'erreur de linéarité de 4,3 % est conforme aux données constructeur. Cela pose néanmoins des problèmes évidents de mesure. Une solution consisterait à étalonner les détecteurs à chaque niveau de flux. Dans notre cas pour limiter ces erreurs de linéarité, nous nous sommes astreint à ne pas dépasser la moitié de la pleine échelle (15 000 coups). Il suffit pour cela de choisir des niveaux de flux initiaux de manière adéquate, en fonction de l'empilement à réaliser. Par exemple un verre de silice nu présente un facteur de réflexion d'environ 6,5 %. Si on désire déposer un miroir dessus, le flux réfléchi est donc multiplié par 15. En limitant le niveau initial à 800 coups, le dépôt se terminera donc à 12 000 coups. Evidemment la réduction du flux initial diminue le rapport signal sur bruit, mais dans des proportions très acceptables.



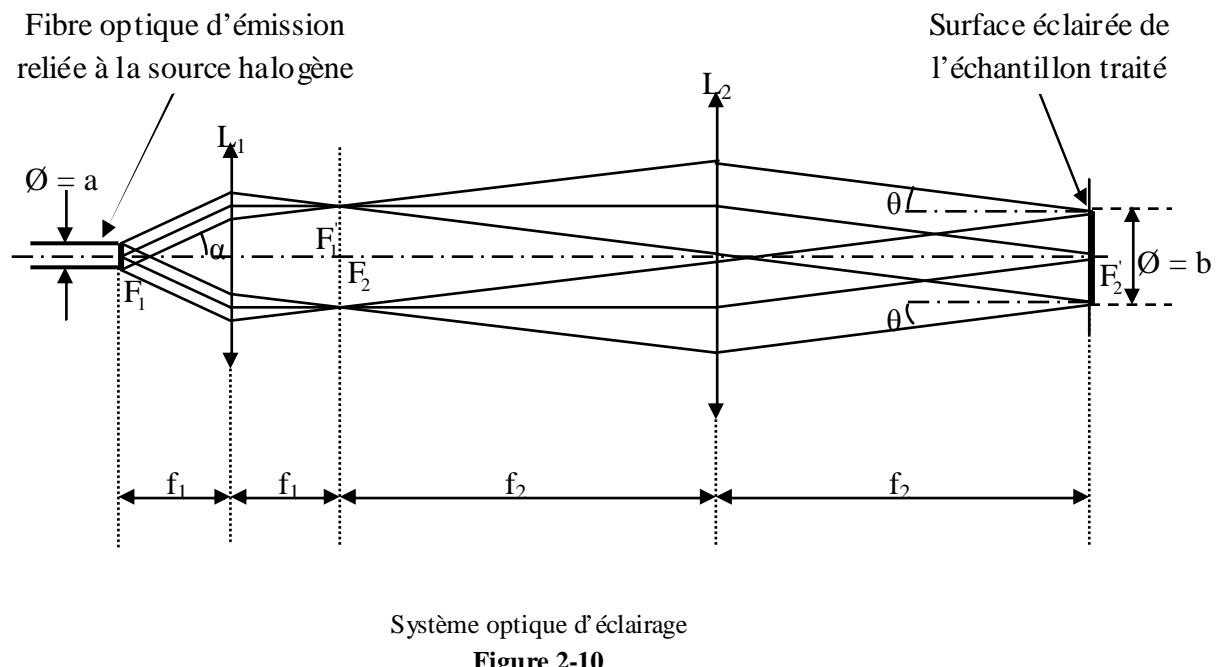
erreur de linéarité du spectrophotomètre entre 1000 et 30 000 coups

Figure 2-9

2.2.2. Etude et choix de la configuration du système optique de contrôle

Le montage optique du système de contrôle est a priori simple à réaliser. En effet, seul les considérations photométriques ont de l'intérêt dans ce cas. Dès lors, il suffit d'éclairer l'échantillon et de collecter la lumière transmise ou réfléchie par ce dernier sans se soucier des problèmes d'imagerie. Parmi les différentes solutions possibles, c'est la configuration télécentrique qui a été retenue. Cette dernière, loin d'être la plus simple, présente un certain nombre d'avantages étudiés dans ce paragraphe.

Etudions tout d'abord le système optique d'éclairage (cf figure 2-10). Il est constitué de deux lentilles L_1 et L_2 . Le foyer image F'_1 de la première est confondu avec le foyer objet F_2 de la seconde. La sortie de fibre optique se situe au foyer objet F_1 de L_1 et l'échantillon au foyer image F'_2 de L_2 .



La configuration télécentrique assure un éclairage uniforme de l'échantillon. En effet, ce dernier est le conjugué image de la fibre d'émission et chaque point de l'échantillon est éclairé avec la même ouverture de faisceau. L'image obtenue avec ce système optique se caractérise par son diamètre et son ouverture commune à chaque point de l'image :

$$b = \frac{f_2}{f_1} \cdot a \quad (2 - 1)$$

$$\sin \theta = \frac{f_1}{f_2} \cdot \sin \alpha \quad (2 - 2)$$

b : diamètre de la tache image ie diamètre de la partie de l'échantillon éclairé.

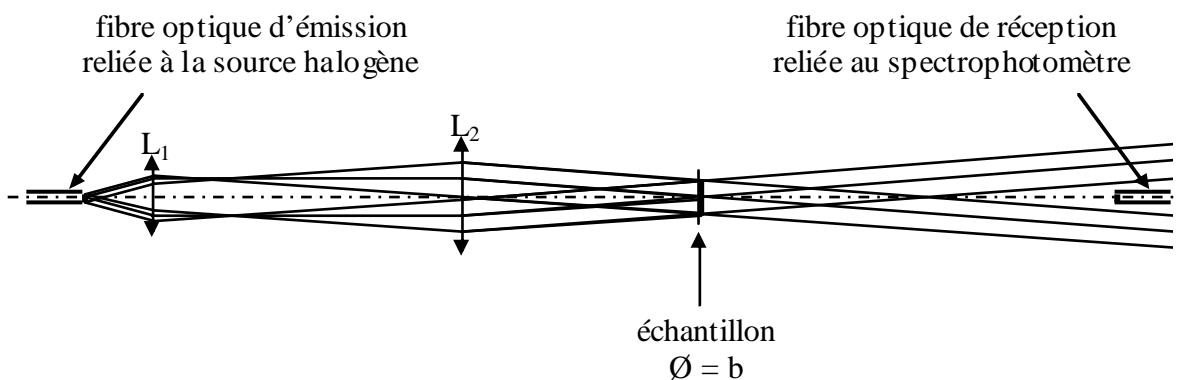
a : diamètre du cœur de la fibre d'émission

$\sin \alpha$: ouverture numérique de la fibre d'émission

$\sin \theta$: ouverture du faisceau au niveau de l'échantillon

La fibre optique d'émission choisie est une fibre multimode d'ouverture numérique 0,22 et de diamètre de cœur $a = 200 \mu\text{m}$. Un diamètre plus petit risquerait d'être pénalisant au niveau du flux. Il reste donc à déterminer les valeurs des focales f_1 et f_2 . Cela ne peut se faire qu'après étude du système de collection du flux (transmis ou réfléchi). Notons tout de même que la configuration du bâti (cf figure 2-3) impose une grande focale pour la lentille L_2 ($f_2 > 80 \text{ cm}$). Le faisceau éclairant l'échantillon est donc peu ouvert, quasi parallèle.

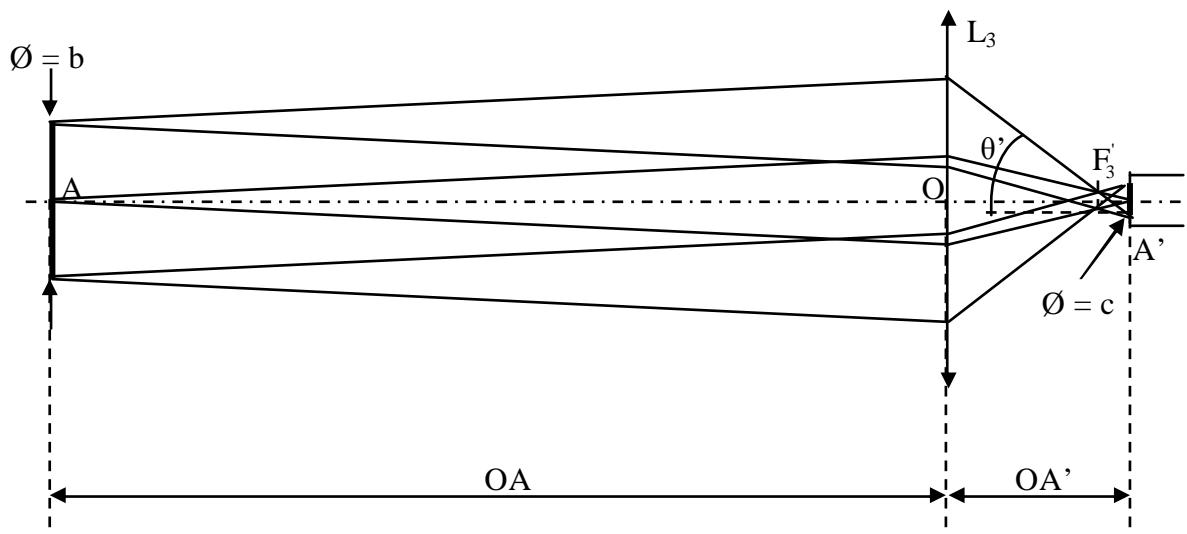
Si la configuration télécentrique a été choisie pour le système d'éclairage afin de conserver un éclairement uniforme de l'échantillon, rien n'oblige a priori d'utiliser cette configuration pour le système de collection. Comme nous l'avons déjà précisé, seul les aspects photométriques nous importent pour un contrôle spectrophotométrique. La solution la plus simple pourrait consister à intercaler la fibre optique de réception directement sur le trajet du flux transmis ou réfléchi par l'échantillon sans système de focalisation comme le montre la figure 2-11 :



Collection directe du flux transmis par l'échantillon

Figure 2-11

Le problème de cette configuration est qu'elle engendre de grosses pertes de flux car l'étendue du faisceau surcouvre celle de la fibre. Seule une infime partie du flux transmis ou réfléchi par l'échantillon est collectée. L'avantage de ce montage réside dans sa simplicité et dans la stabilité des mesures qu'il permet mais il nécessite une source très puissante ou un détecteur plus sensible (CCD) pour compenser les pertes de flux. C'est la raison pour laquelle nous avons opté pour un montage pourvu d'un système de focalisation. La figure 2-12 montre le schéma de principe d'un montage constitué d'une lentille :



Système de focalisation à une lentille

Figure 2-12

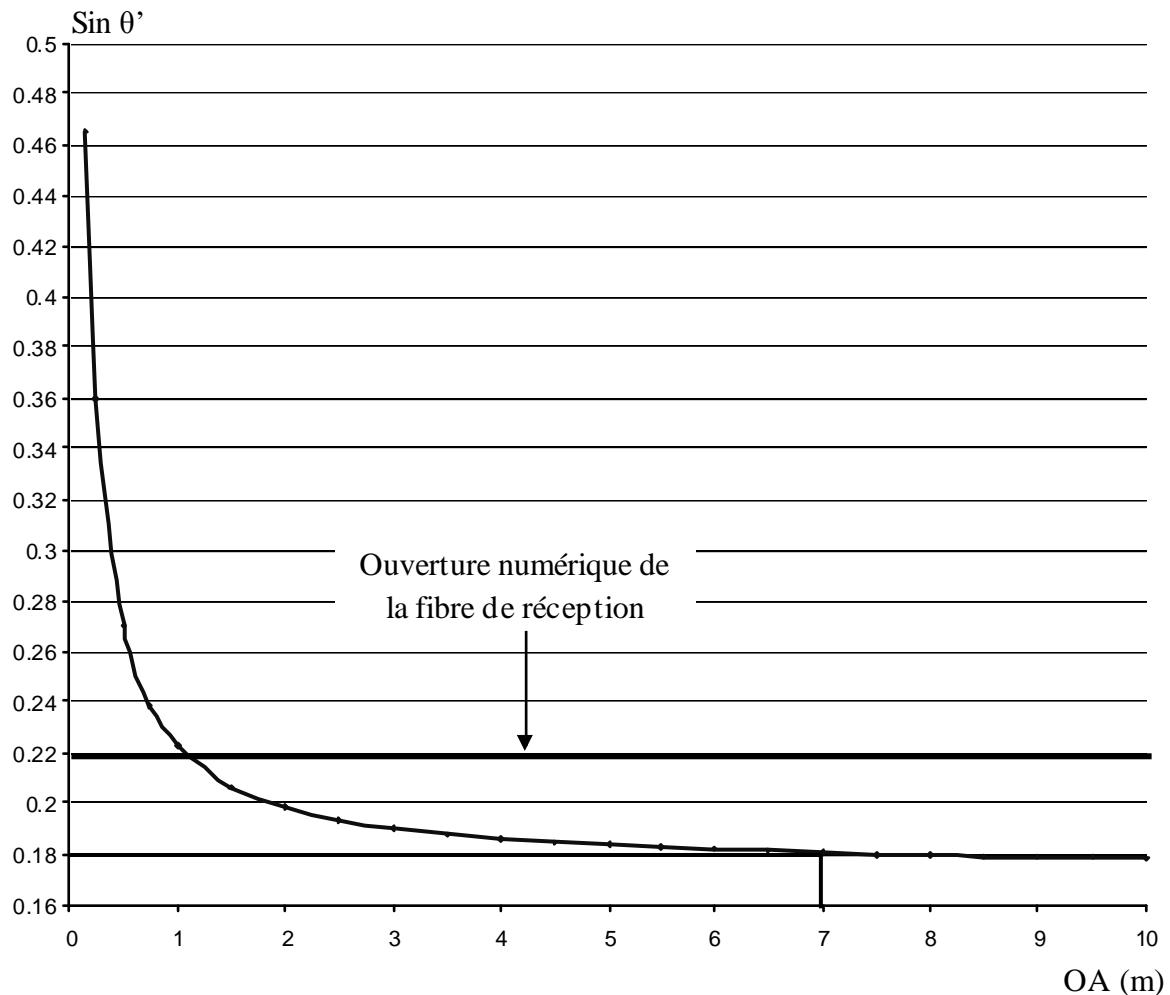
Le spectrophotomètre imposant les caractéristiques de la fibre optique de réception, celle-ci possède donc un diamètre de cœur de $500 \mu\text{m}$ et une ouverture numérique de 0,22. Pour éviter les pertes de flux, l'image formée au niveau de la fibre doit donc être inférieure à $500 \mu\text{m}$ ($c < 500 \mu\text{m}$) avec une ouverture de faisceau inférieure à 0,22 ($\sin \theta' < 0,22$). Une étude rapide de ce système à une lentille de focalisation permet de mettre en évidence les limites de cette configuration. Faisons les hypothèses suivantes :

- caractéristique de la fibre optique d'émission : $\mathcal{O}_{\text{coeur}} = a = 200 \mu\text{m}$ / O.N. = $\sin \alpha = 0,22$
- diamètre du faisceau au niveau de l'échantillon : $b = 5 \text{ mm}$
- diamètre de l'image : $c = 250 \mu\text{m}$

L'expression reliant l'ouverture du faisceau ($\sin \theta'$) à la distance [échantillon – L_3] (OA) est la suivante :

$$\sin \theta' = \frac{\frac{c+b}{2} + \frac{a}{b} \cdot \sin \alpha \cdot OA}{\frac{c}{b} \cdot OA} \quad (2-3)$$

A partir de la relation 2-3, on trace sur la figure 2-13 l'évolution de l'ouverture image ($\sin \theta'$) en fonction de la distance OA :



Ouverture de l'image du système de focalisation à une lentille

Figure 2-13

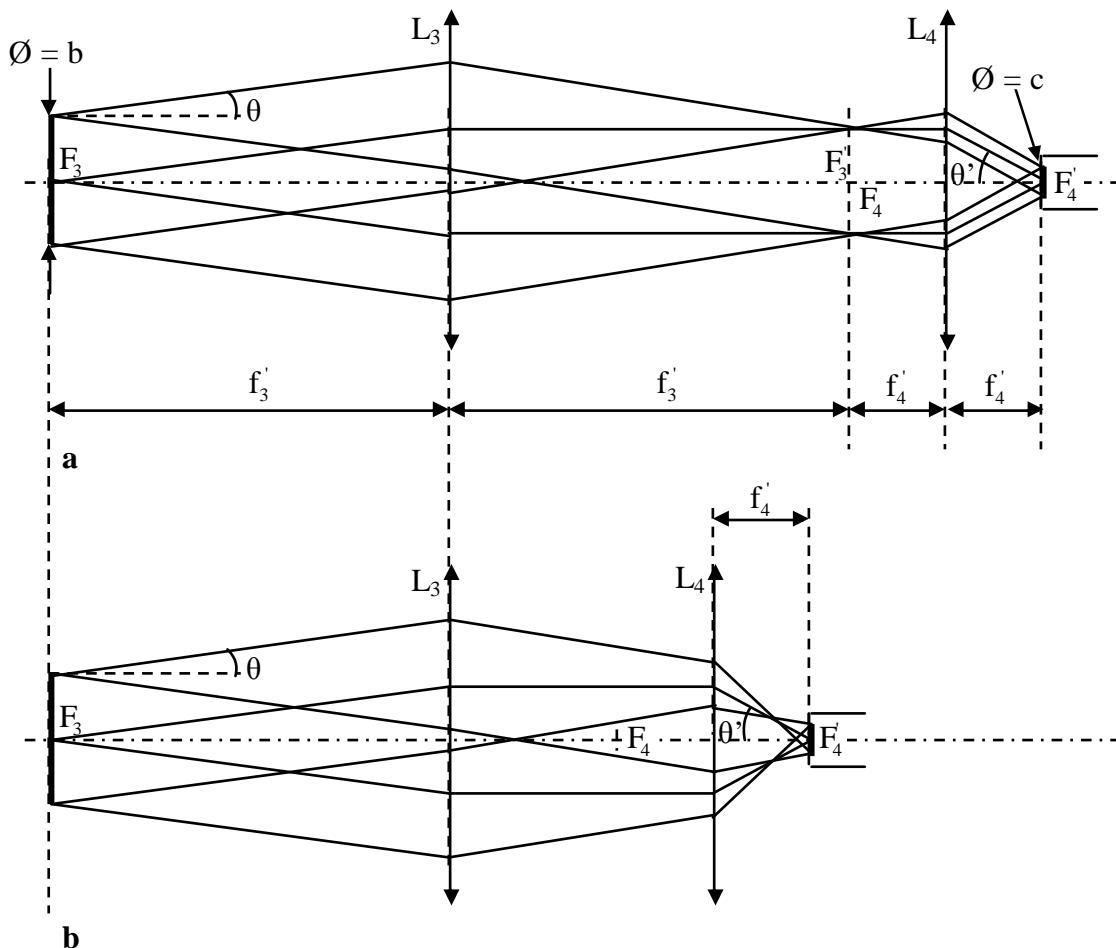
On souhaite avoir une marge de tolérance d'au moins 20% en ce qui concerne l'ouverture du faisceau au niveau de la fibre, c'est à dire : $\sin \theta' \leq 0,18$. Cela conduit à un encombrement extrêmement important $OA = 7$ m. C'est la raison pour laquelle cette configuration n'a pas été retenue.

Sur la figure 2-14 (a) on peut voir un système de focalisation à deux lentilles de type télescopique. Les relations concernant les ouvertures de faisceaux et leurs diamètres sont les suivantes :

$$c = \frac{f_4}{f_3} \cdot b \quad (2 - 4)$$

$$\sin \theta' = \frac{f_3}{f_4} \cdot \sin \theta \quad (2 - 5)$$

Reprendons les mêmes hypothèses que précédemment : $b = 5 \text{ mm}$ et $c = 250 \mu\text{m}$ avec une fibre optique d'émission ayant toujours les mêmes caractéristiques ($\varnothing_{\text{coeur}} = 200 \mu\text{m}$ / O.N. = 0,22). Avec ces données, l'ouverture du faisceau au niveau de la fibre optique de réception est : $\sin\theta' = 0,176 < 0,18$. Et dans ces conditions, le rapport des focales f_4 / f_3 doit être de 0,05. Il suffit pour cela d'associer par exemple une lentille L_3 de focale $f_3 = 700 \text{ mm}$ avec une lentille L_4 de focale $f_4 = 35 \text{ mm}$. On obtient ainsi un encombrement total de 1,47 m (entre l'échantillon et la fibre optique de réception) ce qui est bien inférieur à la configuration précédente.



Système de focalisation à deux lentilles

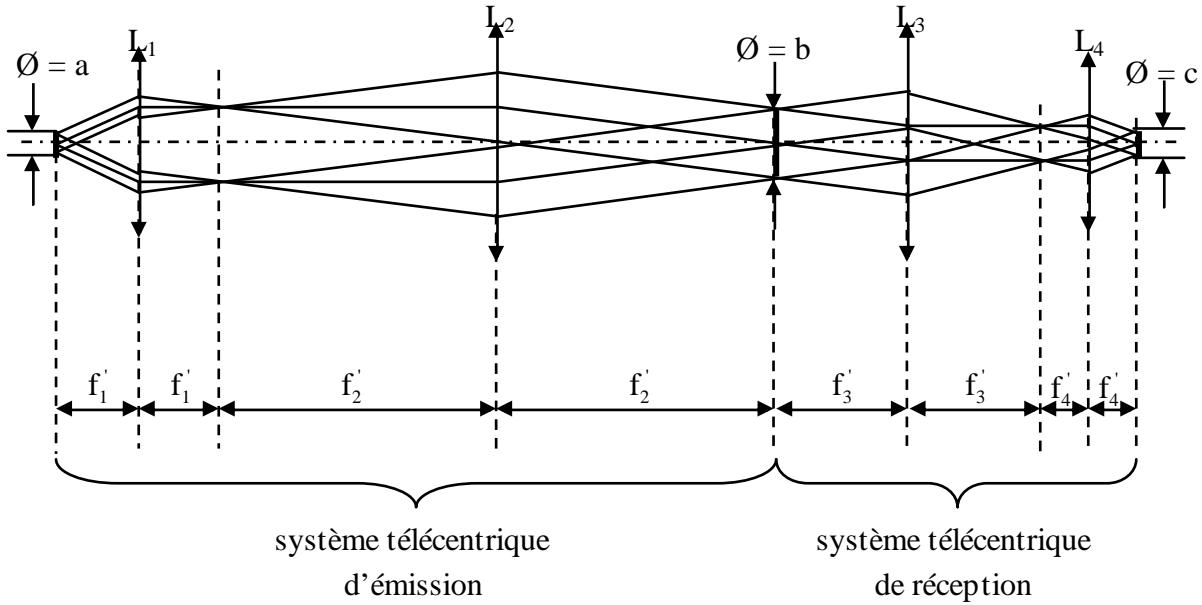
a : configuration télémétrique

b : configuration non télémétrique mais d'encombrement réduit

Figure 2-14

Soulignons que la réduction de l'encombrement en rapprochant les lentilles L_3 et L_4 se ferait au détriment des marges de tolérance sur l'ouverture. On voit en effet clairement sur la figure 2-14 (b) que dans ce cas, l'ouverture du faisceau au niveau de la fibre de réception serait supérieure à $\sin\theta'$.

Finalement, la solution retenue pour les systèmes de collection des flux transmis ou réfléchis est la même que pour l'émission, à savoir un système télécentrique. La figure 2-15 représente un schéma du montage complet de la voie de transmission.



Association de deux systèmes télécentriques pour l'émission et la réception

Figure 2-15

D'après les relations 2-1 / 2-2 / 2-4 / 2-5 on a :

$$c = \frac{f_4}{f_3} \cdot \frac{f_2}{f_1} \cdot a \quad (2 - 6)$$

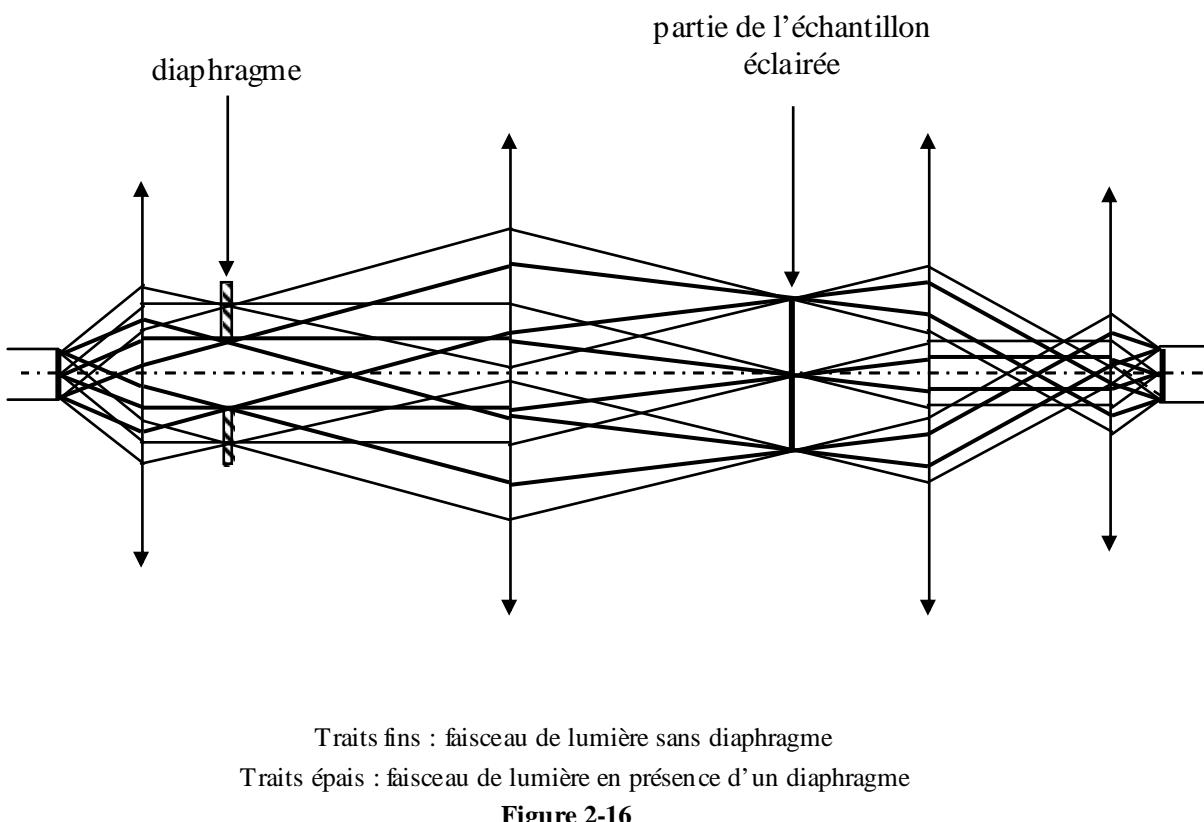
$$\sin \theta' = \frac{f_3}{f_4} \cdot \frac{f_1}{f_2} \cdot \sin \alpha \quad (2 - 7)$$

Les caractéristiques des fibres optiques sont garanties à +/- 2% en ce qui concerne les diamètres de cœur et à +/- 0,02 pour l'ouverture numérique. Dans le pire des cas, on aurait donc :

- fibre d'émission : $\varnothing_{\text{coeur}} = 204 \mu\text{m}$ (valeur nominale : 200 μm)
O.N. = 0,24 (valeur nominale : 0,22)
 - fibre de réception : $\varnothing_{\text{coeur}} = 490 \mu\text{m}$ (valeur nominale : 500 μm)
O.N. = 0,20 (valeur nominale : 0,22)

Ce cas conduirait donc à : $c = 255 \mu\text{m}$ et $\sin \theta' = 0,192$. Concernant le diamètre de l'image au niveau de la fibre optique de réception, on passerait ainsi d'une marge de tolérance de 50% à 48%, ce qui serait sans conséquence. En revanche la marge de tolérance pour l'ouverture du faisceau au niveau de la fibre serait très fortement réduite : 4% au lieu de 20%.

Ce problème peut être résolu en plaçant un diaphragme dans le plan focal image de la lentille L_1 (cf figure 2-16). Cela reviendrait à utiliser une fibre optique d'émission à ouverture numérique variable. Avec un tel montage, on peut réduire l'ouverture du faisceau de manière uniforme, en tout point de l'espace au niveau de la fibre optique de réception et augmenter ainsi la marge de tolérance. Le seul problème réside dans les pertes flux que cela engendre.



Les marges de tolérance au niveau du grandissement et de l'ouverture sont nécessaires car elles garantissent la collection de l'intégralité du flux émis. Elles permettent ainsi d'obtenir un banc de mesure stable, peu sensible aux problèmes de vibration, d'alignement, ou d'angle du substrat en ce qui concerne les mesures en réflexion. Les relations 2-6 et 2-7 montrent qu'un compromis est nécessaire au niveau des marges de tolérance sur le grandissement et l'ouverture car l'augmentation de l'une entraîne la réduction de l'autre. Il s'agit de les répartir équitablement. La figure 2-17 présente le schéma de l'ensemble du montage avec ses deux voies pour les mesures en transmission et en réflexion. L'utilisation d'une séparatrice 50/50 non polarisante sur le domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm] permet de collecter le flux réfléchi par un montage analogue à la voie transmise.

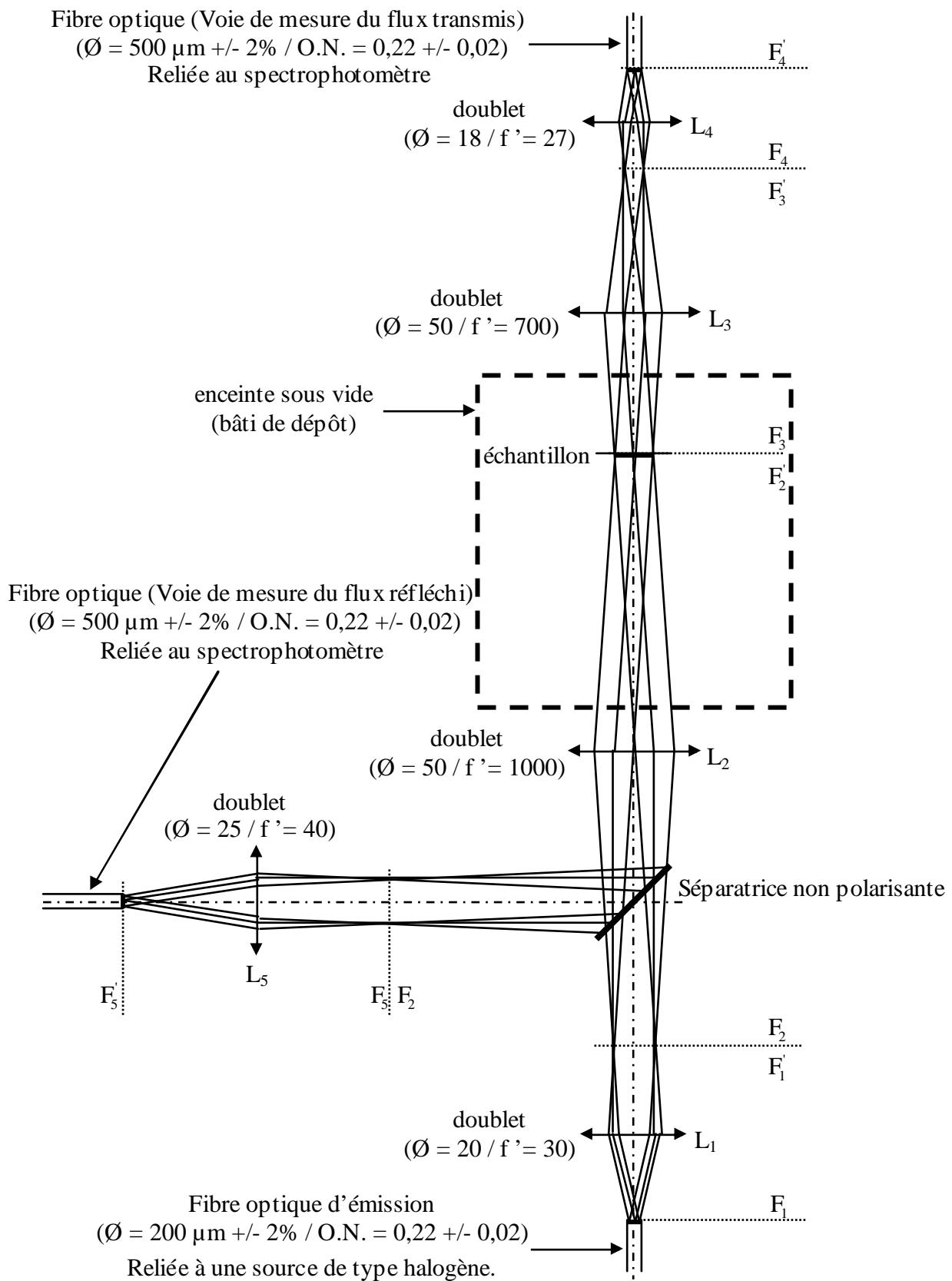


Schéma d'ensemble du montage optique

Figure 2-17

En plus des contraintes relatives aux dimensions du bâti (cf figure 2-3), et aux marges de tolérance au niveau du grandissement et de l'ouverture, deux contraintes supplémentaires concernant le choix des lentilles ont été fixées : ces dernières doivent être disponibles dans le commerce pour des raisons de coût, et le système optique ne doit être constitué que de doublets pour limiter les aberrations chromatiques. Le choix des différentes lentilles est indiqué sur la figure 2-17. Il conduit aux grandissements et aux ouvertures théoriques suivantes :

- au niveau de l'échantillon :

$$\gamma = \frac{f_2}{f_1} = 33,33 \text{ (grandissement)}$$

$$\varnothing = \frac{f_2}{f_1} \cdot a = 6,7 \text{ mm (diamètre de l'image)}$$

$$\sin \theta = \frac{f_1}{f_2} \cdot \sin \alpha = 0,0066 \text{ (ouverture)}$$

- au niveau de la fibre optique de réception du flux transmis :

$$\gamma = \frac{f_2}{f_1} \cdot \frac{f_4}{f_3} = 1,29$$

$$\varnothing = \frac{f_2}{f_1} \cdot \frac{f_4}{f_3} \cdot a = 257 \mu\text{m} \text{ (marge de tolérance : 49 %)}$$

$$\sin \theta' = \frac{f_1}{f_2} \cdot \frac{f_3}{f_4} \cdot \sin \alpha = 0,171 \text{ (marge de tolérance : 22 %)}$$

- au niveau de la fibre optique de réception du flux réfléchi :

$$\gamma = \frac{f_5}{f_1} = 1,33$$

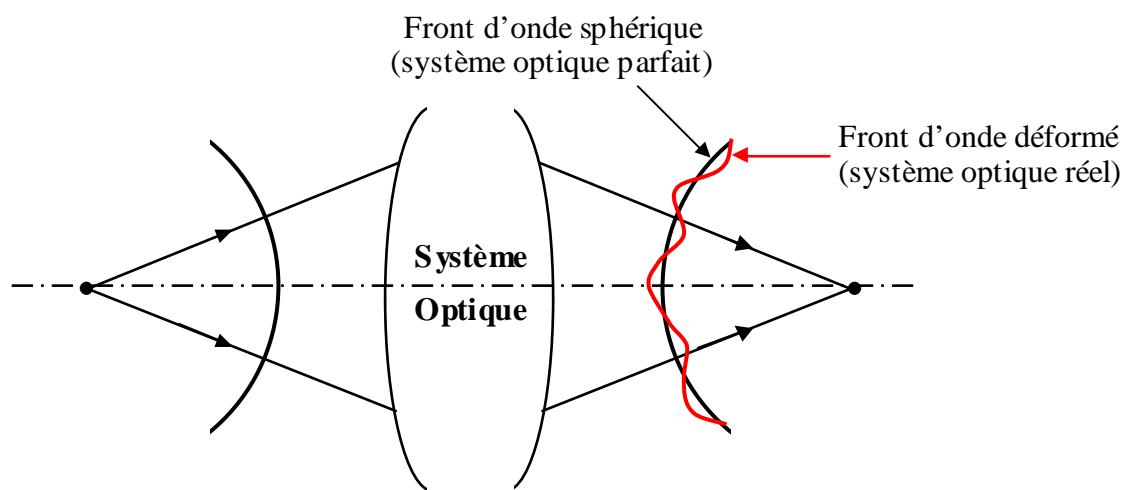
$$\varnothing = \frac{f_5}{f_1} \cdot a = 267 \mu\text{m} \text{ (marge de tolérance : 47 %)}$$

$$\sin \theta' = \frac{f_1}{f_5} \cdot \sin \alpha = 0,165 \text{ (marge de tolérance : 25 %)}$$

La répartition des marges de tolérance entre grandissement et ouverture semble à priori déséquilibrée. Cependant une analyse numérique par un logiciel de simulation optique tenant compte des caractéristiques des lentilles met en évidence une diminution des marges au niveau du grandissement.

2.2.3. Optimisation du système sous Code V

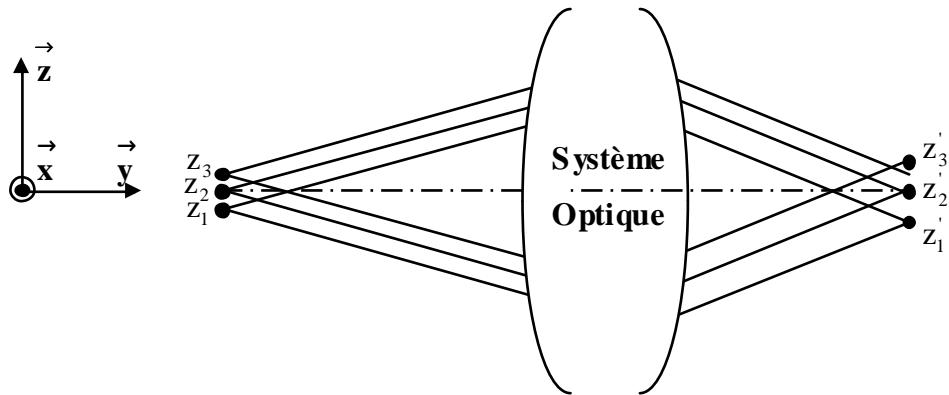
Un système optique parfait éclairé par une onde sphérique issue d'un point objet génère une image ponctuelle formée par la convergence d'une onde également sphérique. Dans la réalité, l'image obtenue n'est pas ponctuelle mais étendue. Cette dégradation est due à deux phénomènes : Tout d'abord à la diffraction inhérente à tout système qui par définition est de dimension finie, mais aussi aux aberrations, chromatiques ou géométriques, liées à la qualité du système optique. Ces deux phénomènes induisent un étalement de la tâche image qui n'est donc pas un point (cf figure 2-18), et ses dimensions calculées de manière approchée par l'optique géométrique sont nettement inférieures aux dimensions réelles.



Déformation du front d'onde après traversée du système optique

Figure 2-18

Le logiciel CODE V a été utilisé pour l'optimisation du système optique présenté au paragraphe précédent. Le critère d'optimisation retenu est la minimisation de l'écart aberrant du front d'onde. Pour ce faire, le logiciel définit la position de la sphère qui minimise l'écart avec le front d'onde réel déformé obtenu à la sortie du système optique. Le centre de la sphère désigne la position de l'image. La qualité de cette dernière est quantifiée par l'écart aberrant. Plusieurs paramètres sont théoriquement optimisables : position des différents éléments optiques du système, rayons de courbure ou matériaux des lentilles. Dans notre cas, les deux derniers paramètres ne sont pas modifiables, car on emploie exclusivement des lentilles du commerce. Les focales et les diamètres des différentes lentilles utilisées pour la réalisation du système optique sont ceux présentés sur la figure 2-17. L'éclairage de l'échantillon étant effectué au moyen d'une fibre optique de diamètre de cœur 200 µm, l'image de trois points objets situés au centre et en bord de fibre ont été analysés après optimisation ($z_1 = -100\mu\text{m}$ / $z_2 = 0$ / $z_3 = +100\mu\text{m}$). Les images de ces trois points sont schématisées sur la figure 2-19 :

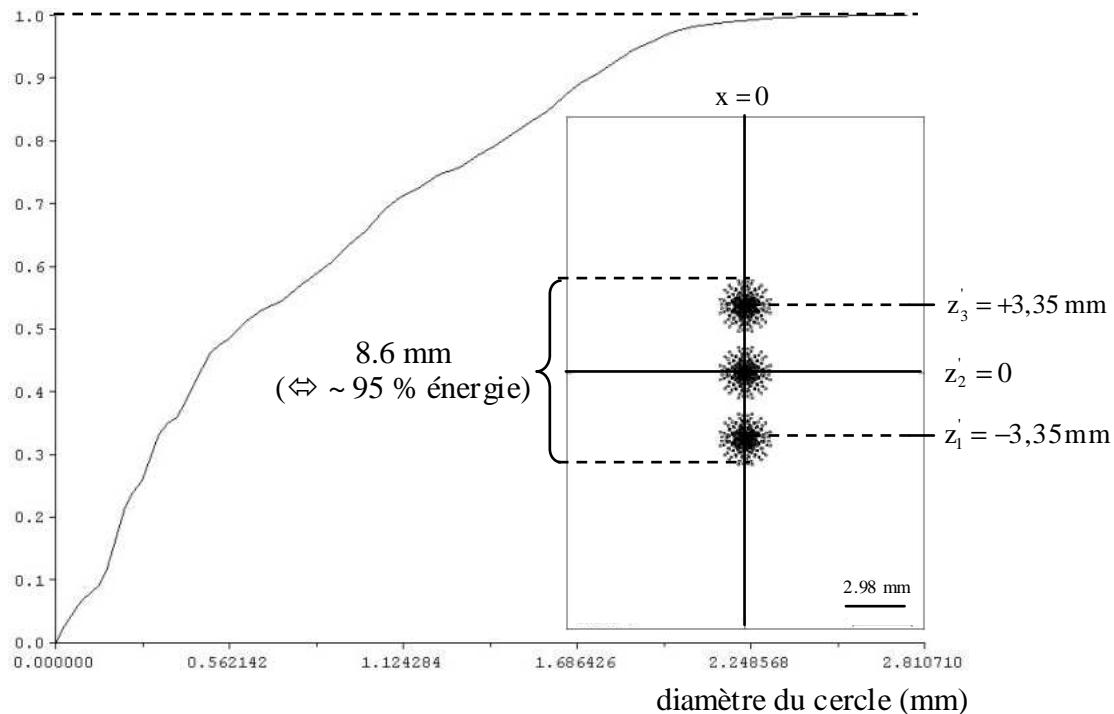


Images z_1' , z_2' , z_3' des trois points objets z_1 , z_2 , z_3 à travers le système optique

Figure 2-19

Les performances du système après optimisation sous CODE V sont celles présentées figures 2-20, 2-21 et 2-22 . Elles représentent respectivement les images au niveau de l'échantillon, et des fibres optiques de transmission et de réflexion. Pour chaque figure, on peut visualiser le diamètre correspondant à l'énergie encerclée de chaque tâche image. Ces résultats prennent en compte la contribution des phénomènes d'aberration et de diffraction.

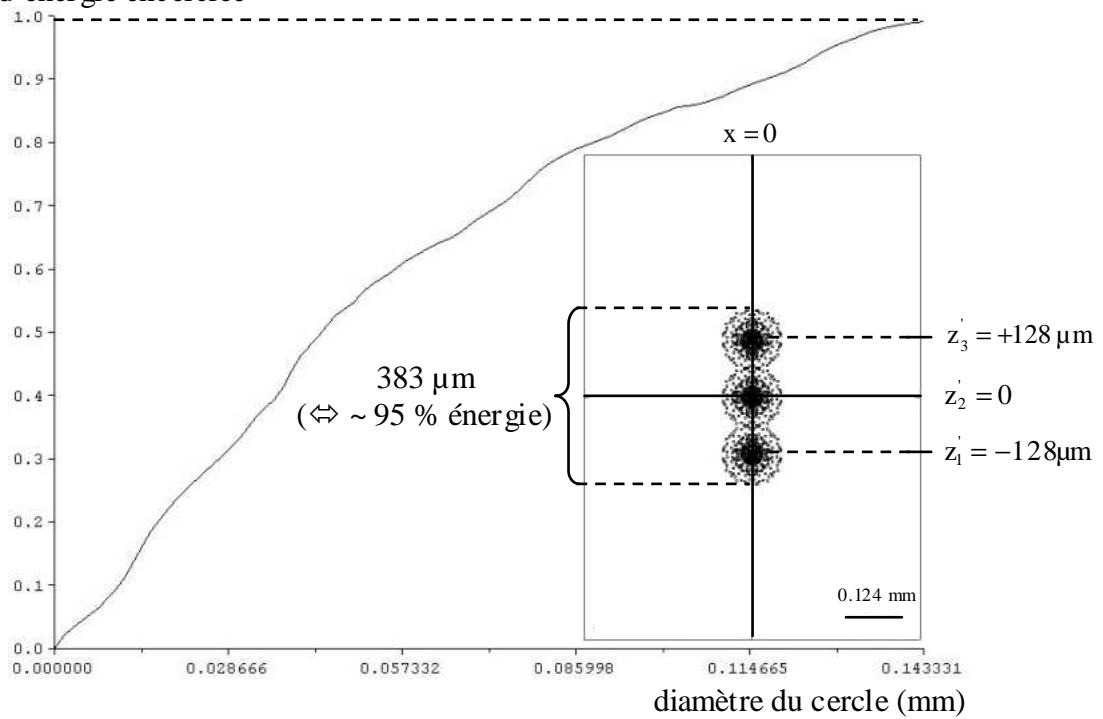
fraction d'énergie encerclée



Fraction d'énergie encerclée au niveau de l'échantillon

Figure 2-20

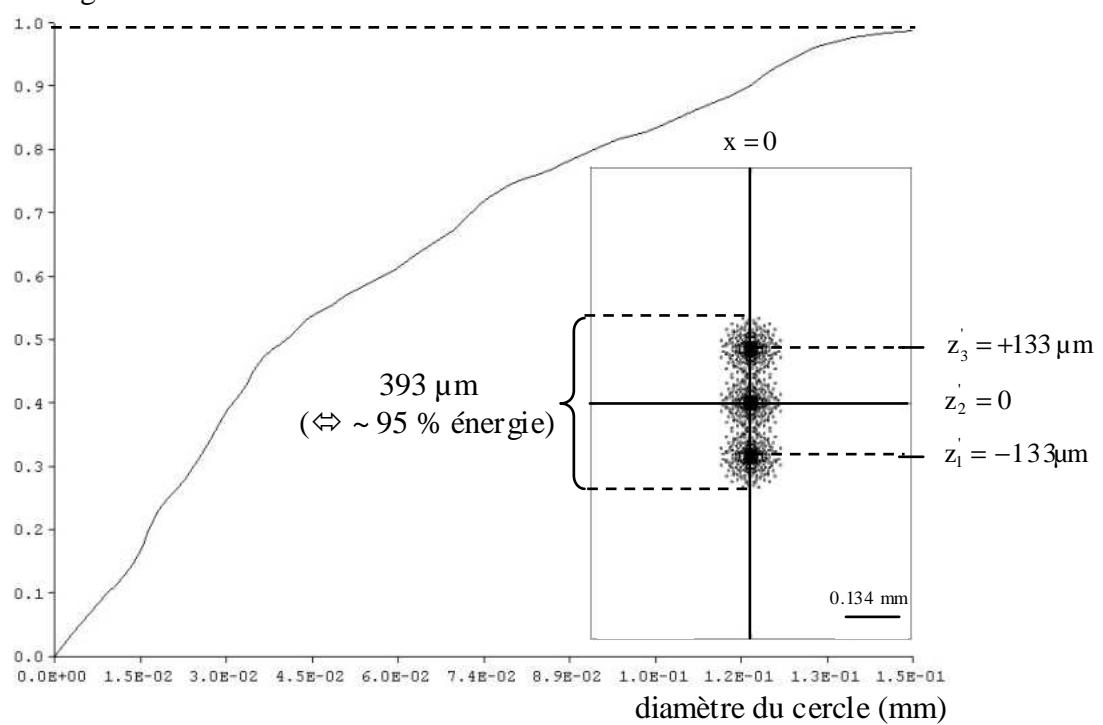
fraction d'énergie encerclée



Fraction d'énergie encerclée au niveau de la fibre optique de transmission

Figure 2-21

fraction d'énergie encerclée



Fraction d'énergie encerclée au niveau de la fibre optique de réflexion

Figure 2-22

En tenant compte des phénomènes d'aberration et de diffraction, les marges de tolérance au niveau des grossissements sont fortement réduites. En ce qui concerne la voie de transmission, elle passe à 23 % (contre 49 % calculée par l'optique géométrique). Pour la voie de réflexion elle est de 21 % (contre 47 % calculée par l'optique géométrique). Cette configuration permet au final de satisfaire à toutes les contraintes et en particulier à celle relative à une répartition équilibrée entre les marges de tolérance au niveau ouverture et grossissement. Soulignons que la surface de l'échantillon contrôlée est assez grande, environ 9 mm, ce qui peut éventuellement poser problème en cas de mauvaise uniformité du dépôt. Comme nous l'avons déjà signalé, dans notre cas, seul les aspects photométriques ont de l'importance. Le logiciel CODE V a été utilisé pour optimiser les distances entre chaque lentille afin de déterminer une image optimale et donc avoir la meilleure marge de tolérance possible au niveau du grossissement. Soulignons toutefois que du point de vue formation d'image, le système optique de contrôle n'est pas d'une grande qualité. L'erreur sur le front d'onde w est en effet nettement supérieur à λ rms pour certaines longueurs d'onde au niveau des fibres optiques de transmission et de réflexion. Un système optique proche des limites de diffraction possèderait une erreur de front d'onde comprise dans le domaine suivant :

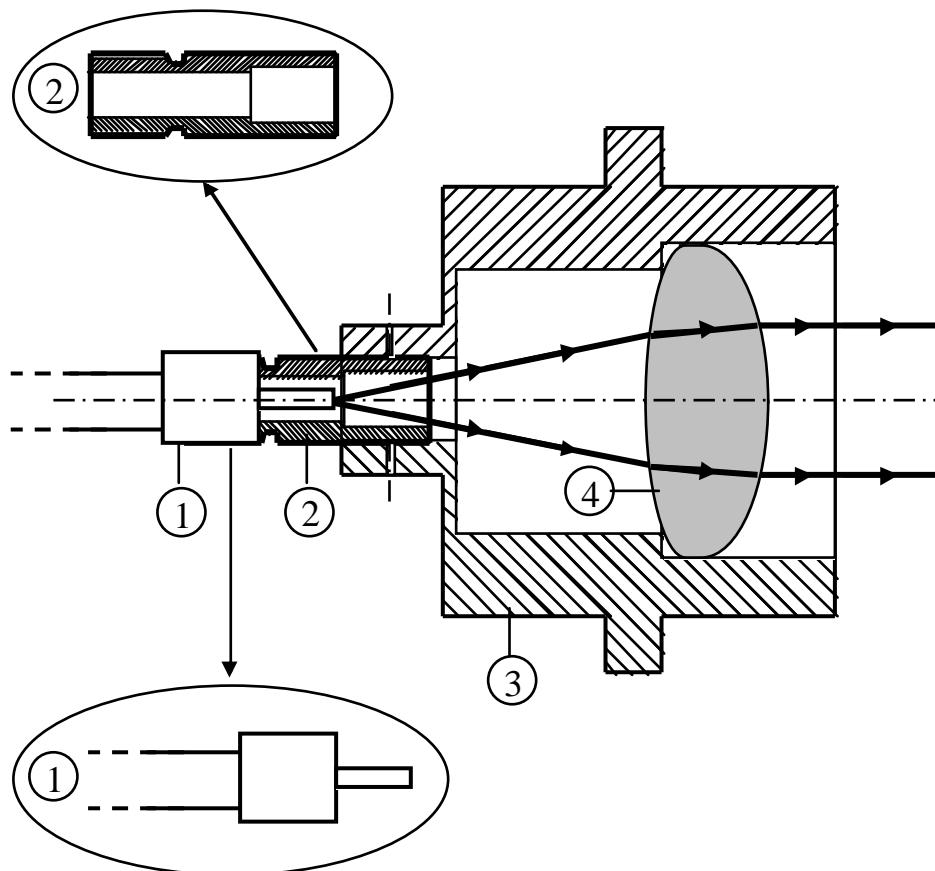
$$0,075 \lambda \text{ rms} < w < 0,150 \lambda \text{ rms}$$

Ceci n'a toutefois aucune conséquence négative puisque les contraintes de notre système de contrôle sont uniquement de nature photométrique.

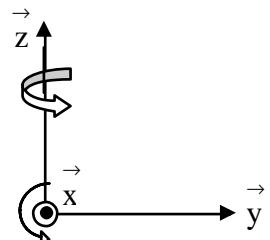
Par ailleurs, comme nous l'avons déjà précisé, un système périscopique composé de deux miroirs plan est présent au dessus du porte substrat et d'autres miroirs sont nécessaires pour réduire l'encombrement. Les calculs réalisés sous CODE V ne prennent pas en compte ces éléments optiques car leur influence est négligeable.

2.3. Implantation du contrôle optique

Afin de faciliter le réglage du système optique, différents éléments ont été conçus durant ce travail de thèse. Le premier d'entre eux se situe aux niveau des collimateurs (cf figure 2-23). Il permet d'une part de régler précisément la distance entre la lentille et la fibre optique (la pièce 2 coulisse dans la pièce 3). D'autre part, ce collimateur est monté sur des platines permettant un bon alignement du système grâce à quatre degrés de liberté, à savoir les translations et rotations le long et autour des axes \vec{z} et \vec{x} .



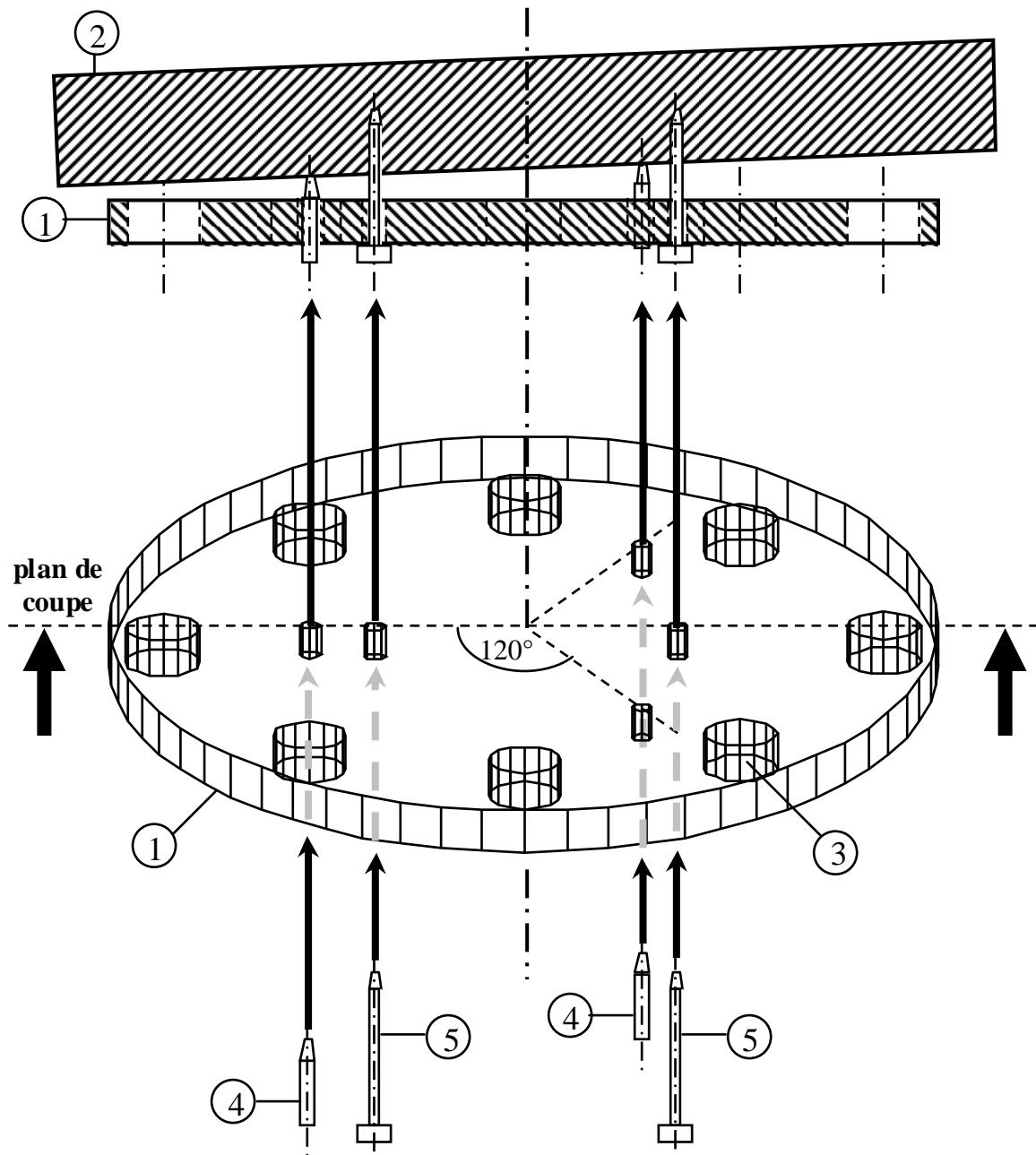
- 1 : fibre optique avec connecteur SMA.
- 2 : embout adapté au connecteur type SMA
- 3 : collimateur
- 4 : lentille



Système de réglage au niveau de chaque collimateur

Figure 2-23

Le second élément permettant un réglage précis se situe au niveau du porte substrat. En effet, si un mauvais positionnement angulaire de l'échantillon par rapport à l'axe optique du système a peu d'influence au niveau des mesures en transmission, en revanche il rend très problématique les mesures en réflexion. Le système initial a été entièrement revu pour minimiser cet effet. Le principe du réglage est schématisé sur la figure 2-24, et une photographie en est présentée figure 2-25.



1 : porte substrat

2 : pièce sur laquelle est fixé le porte substrat

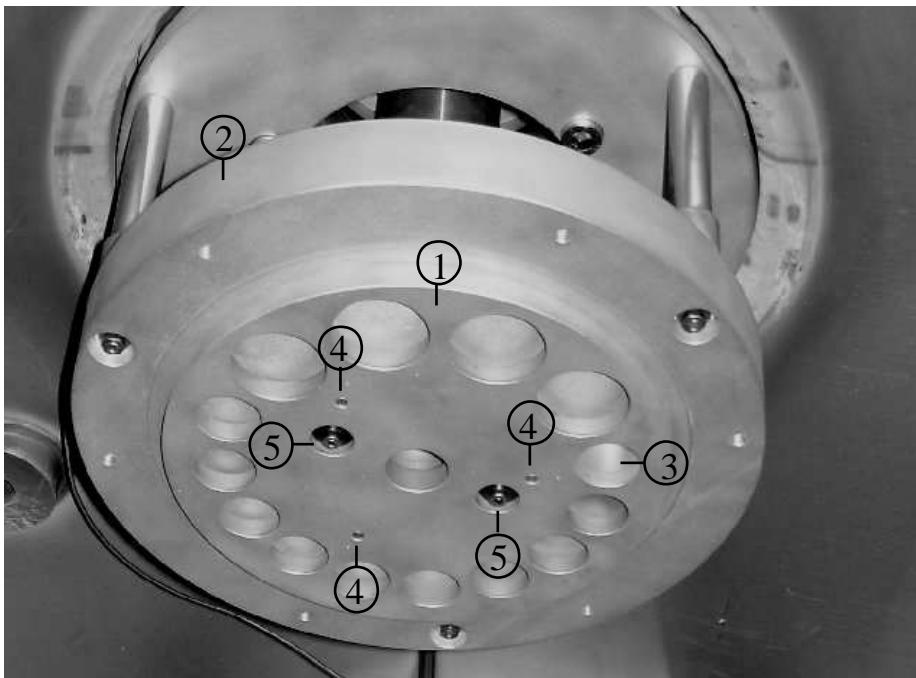
3 : emplacements dans lesquels sont disposés les échantillons

4 : vis de réglage

5 : vis de serrage

Système de réglage du porte substrat

Figure 2-24



Photographie du porte substrat monté sur son support

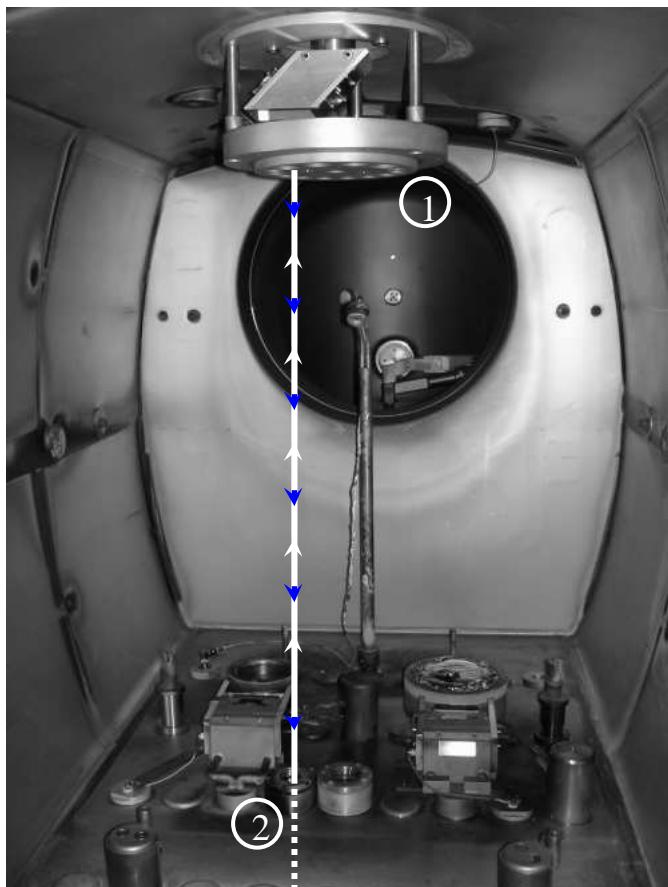
Figure 2-25

- 1 : porte substrat
- 2 : pièce de fixation du porte substrat
- 3 : emplacements des échantillons
- 4 : vis de réglage
- 5 : vis de serrage

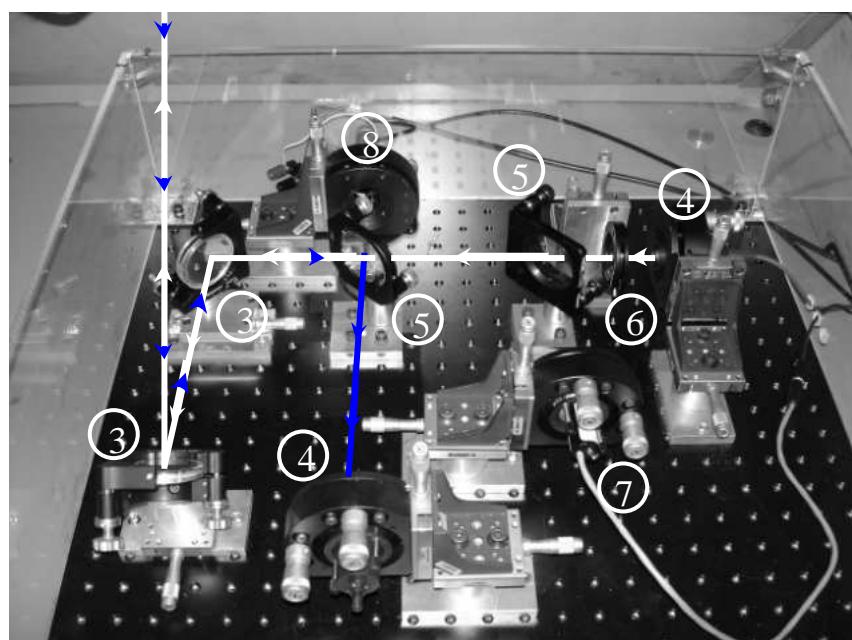
Un système de 5 vis, 2 vis de serrage (5) et 3 vis de réglage (4) assure un positionnement perpendiculaire du porte échantillon (1) par rapport à l'axe optique. Les vis de serrage permettent de maintenir le porte substrat contre la pièce 2. Les 3 vis de réglage, situées à 120° les unes des autres, constituent trois points de contact. En les réglant de manière adéquate, on oriente le plan qu'elles définissent afin qu'il soit perpendiculaire à l'axe optique. On utilisera une source de type diode laser pour effectuer ce réglage.

Sur la figure 2-26 on peut voir le montage optique implanté sur le bâti de dépôt. Sous l'enceinte se trouvent les systèmes d'émission et de collection du flux réfléchi par l'échantillon. La lumière est émise par un collimateur fibré relié à une source de type halogène. Elle traverse un diaphragme qui permet éventuellement de diminuer l'ouverture du faisceau, puis une séparatrice. Cette dernière est associée à une diode laser permettant l'alignement préalable du montage. Une seconde séparatrice (50/50) permet quant à elle de prélever une partie du flux incident. Il est analysé au moyen d'une photodiode et permet de s'affranchir des fluctuations de la source. Cette séparatrice sert également à diriger le flux réfléchi par l'échantillon en direction d'un collimateur relié à l'une des deux voies du spectrophotomètre. Deux miroirs en aluminium permettent de réduire l'encombrement et de diriger le faisceau incident en direction du hublot de l'enceinte afin d'illuminer le substrat.

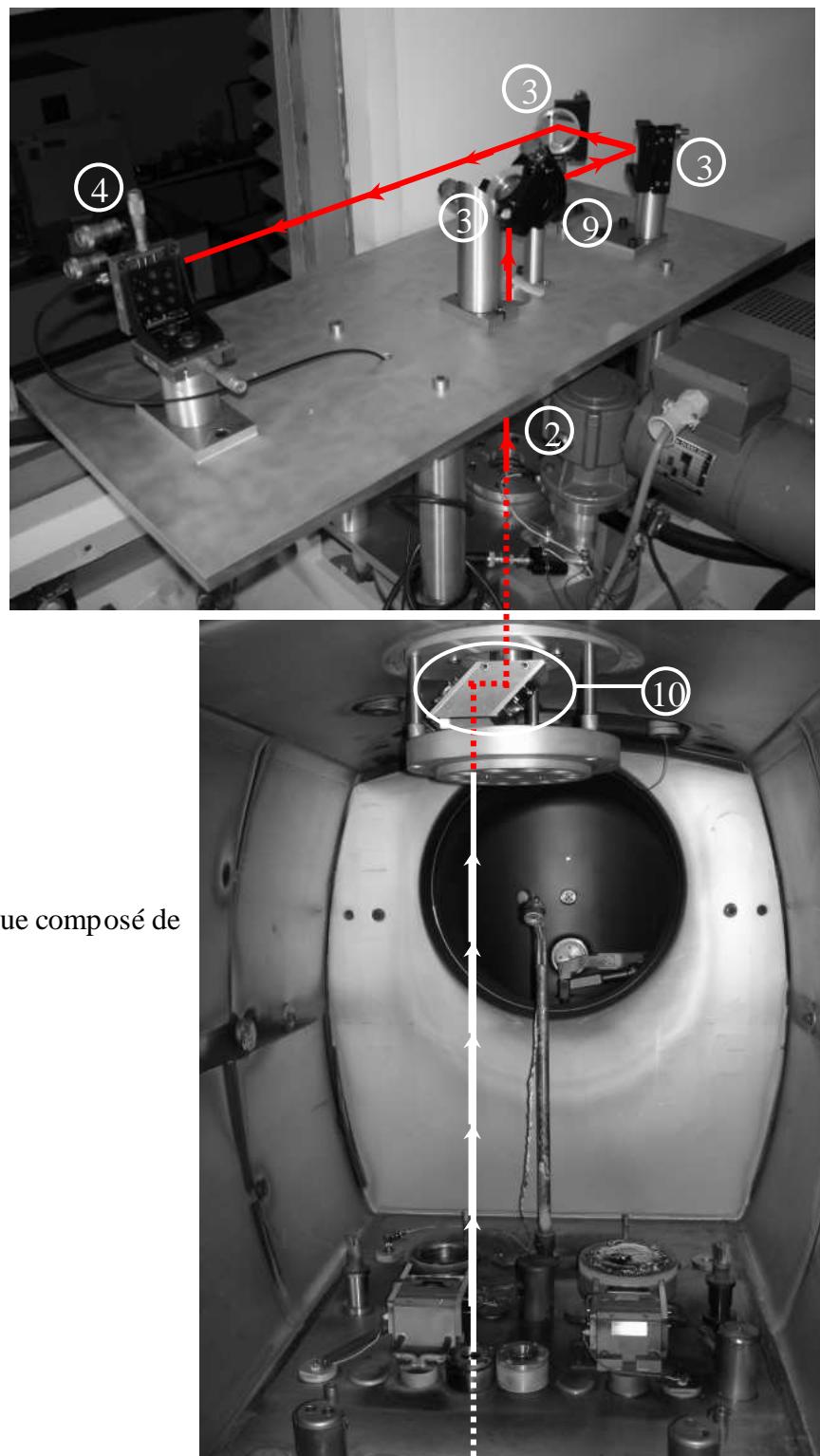
En ce qui concerne les mesures de flux transmis, celles-ci se font au dessus du bâti (cf figure 2-27). Un système péricopique constitué de deux miroirs permet d'orienter le faisceau en direction du hublot. Trois autres miroirs sont ensuite utilisés afin de réduire l'encombrement de cette voie de mesure. Le flux transmis est dirigé vers un collimateur fibré relié à l'autre voie du spectrophotomètre.



- 1 : porte substrat
- 2 : hublot
- 3 : miroir
- 4 : collimateur fibré
- 5 : séparatrice
- 6 : diaphragme
- 7 : diode laser
- 8 : photodiode



Montage optique : parties émission et collection du flux réfléchi
Figure 2-26



9 : lentille L_3

10 : système télescopique composé de deux miroirs

Montage optique : partie correspondant à la collection du flux transmis
Figure 2-27

L'acquisition des mesures est réalisée de manière simultanée en transmission et en réflexion. La figure 2-28 en décrit le mode opératoire. Au niveau de l'arbre moteur entraînant la rotation du porte substrat sont placées une diode laser et une photodiode en regard l'une de l'autre. Une pièce mécanique solidaire de l'arbre moteur permet de masquer ou non le faisceau issu de la diode selon que le l'échantillon soit ou non aligné avec les hublots. Ce dispositif commande le déclenchement de chaque acquisition du spectrophotomètre. Lorsque le signal délivré par la photodiode atteint une tension seuil, une temporisation de 10 ms est lancée, au terme de laquelle les mesures de flux en transmission et en réflexion sont effectuées avec une durée d'intégration de 45 ms.

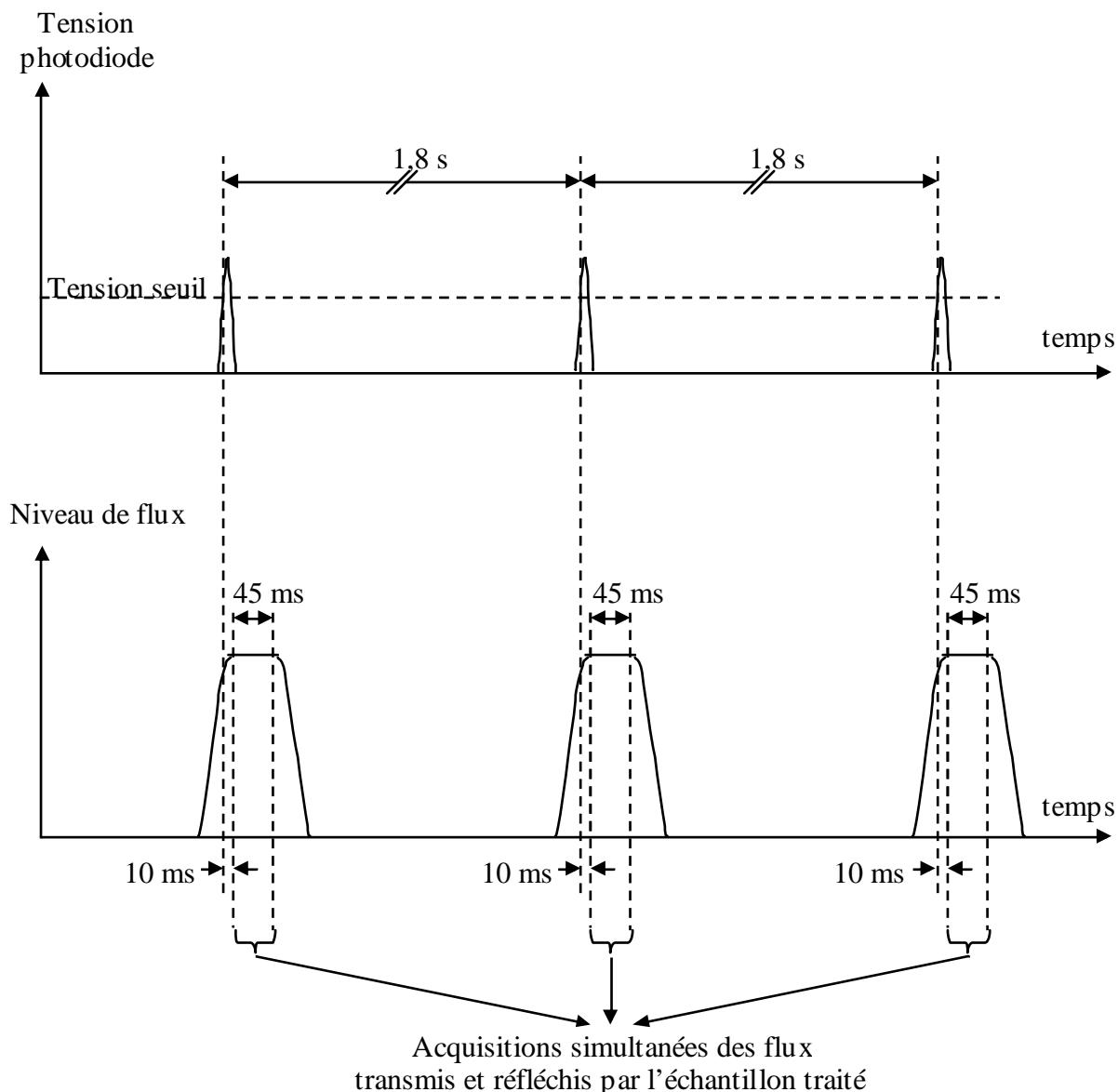


Schéma de principe d'acquisition des mesures

Figure 2-28

2.4. Calibrage du montage

2.4.1. Correction des réflexions parasites

Au cours d'un dépôt, la démarche consiste à mesurer les flux transmis Φ_T et réfléchis Φ_R par l'échantillon traité. Le rapport de ces mesures avec celles du verre nu sans dépôt ($\Phi_{T\text{NU}}$ et $\Phi_{R\text{NU}}$) devrait, en théorie, permettre d'accéder aux facteurs de transmission et de réflexion :

$$\frac{T_v}{T_{v\text{NU}}} = \frac{\Phi_T}{\Phi_{T\text{NU}}} \quad (2 - 8)$$

$$\frac{R_v}{R_{v\text{NU}}} = \frac{\Phi_R}{\Phi_{R\text{NU}}} \quad (2 - 9)$$

T_v et R_v : Facteurs de transmission et de réflexion en intensité de l'échantillon traité

$T_{v\text{NU}}$ et $R_{v\text{NU}}$: Facteurs de transmission et de réflexion en intensité du verre nu c'est à dire sans dépôt

Connaissant les données de l'échantillon non traité ($T_{v\text{NU}}$ et $R_{v\text{NU}}$) on peut alors en déduire T_v et R_v . Dans le cas présent, la configuration du système optique, à savoir un montage en incidence normale, induit inévitablement des problèmes de couplage entre les voies de mesures (cf figure 2-29). En effet, l'extrémité de la fibre d'émission est imagée aux niveau des deux fibres optiques permettant la collection des flux transmis et réfléchis. Ainsi, la mesure des flux collectés par les deux voies ne correspond pas uniquement au flux réfléchi ou transmis par l'échantillon. Il faut également prendre en compte la contribution de réflexions parasites sur la fibre optique de l'autre voie. Ainsi, les relations 2-8 et 2-9 sont fausses :

$$\frac{T_v}{T_{v\text{NU}}} = f(\Phi_T, \Phi_{T\text{NU}}, \dots) \neq \frac{\Phi_T}{\Phi_{T\text{NU}}}$$

$$\frac{R_v}{R_{v\text{NU}}} = g(\Phi_R, \Phi_{R\text{NU}}, \dots) \neq \frac{\Phi_R}{\Phi_{R\text{NU}}}$$

Les calculs exposés ci-après permettent d'aboutir aux relations déterminant les facteurs de transmission et de réflexion. Celles-ci sont établies au prix de quelques approximations et mesures supplémentaires mais elles conduisent à la suppression de la contribution des réflexions parasites de manière satisfaisante.

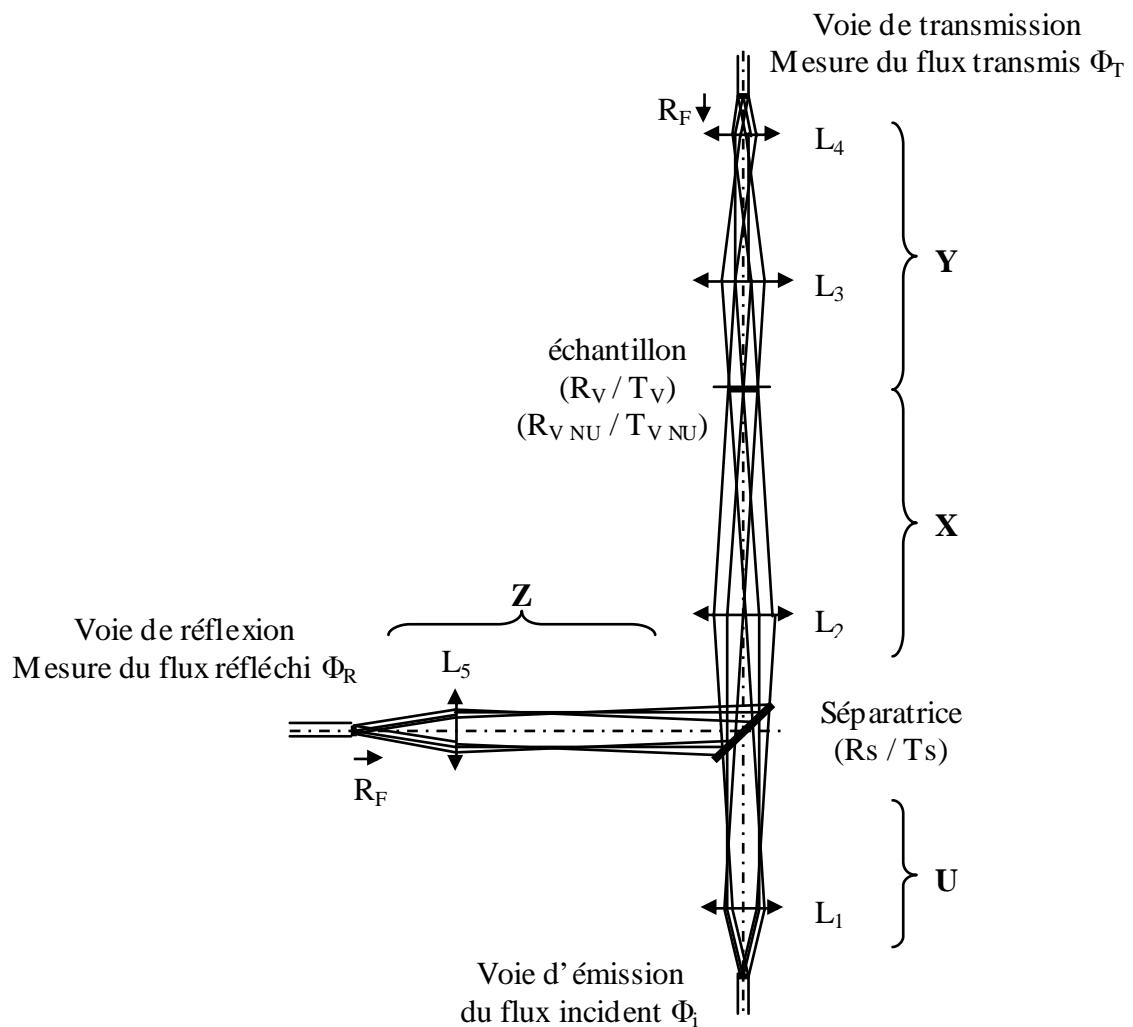


Schéma du système optique
Figure 2-29

Soit Φ_i le flux incident émis par la source.

Soit R_F la réflexion parasite liée aux contributions de la fibre optique (les 2 faces).

Soit T_s et R_s les facteurs de transmission et de réflexion en intensité de la séparatrice.

Soit X , Y , Z , U la résultante des facteurs de transmission en intensité des éléments optiques se trouvant dans ces zones.

Sur le trajet X , on a : 2 miroirs, 1 lentille et un hublot .

Sur le trajet Z , on a : 1 lentille.

Sur le trajet Y on a : 5 miroirs, 2 lentilles et un hublot .

Pour simplifier les calculs, on ne tient compte que du faisceau principal et du premier faisceau parasite réfléchi. On ne tient également pas compte des éventuelles réflexions parasites sur la fibre optique de la voie d'émission dont la contribution est difficilement mesurable.

Cependant cette dernière est moindre que celle des deux autres voies. D'une part parce que le diamètre de cœur de la fibre optique utilisée est de 200 μm contre 500 μm pour les autres voies. D'autre part parce que la position du collimateur permettant l'éclairage du système n'a pas été optimisée pour imager le flux réfléchi par l'échantillon sur la face avant de la fibre d'émission. On peut donc écrire :

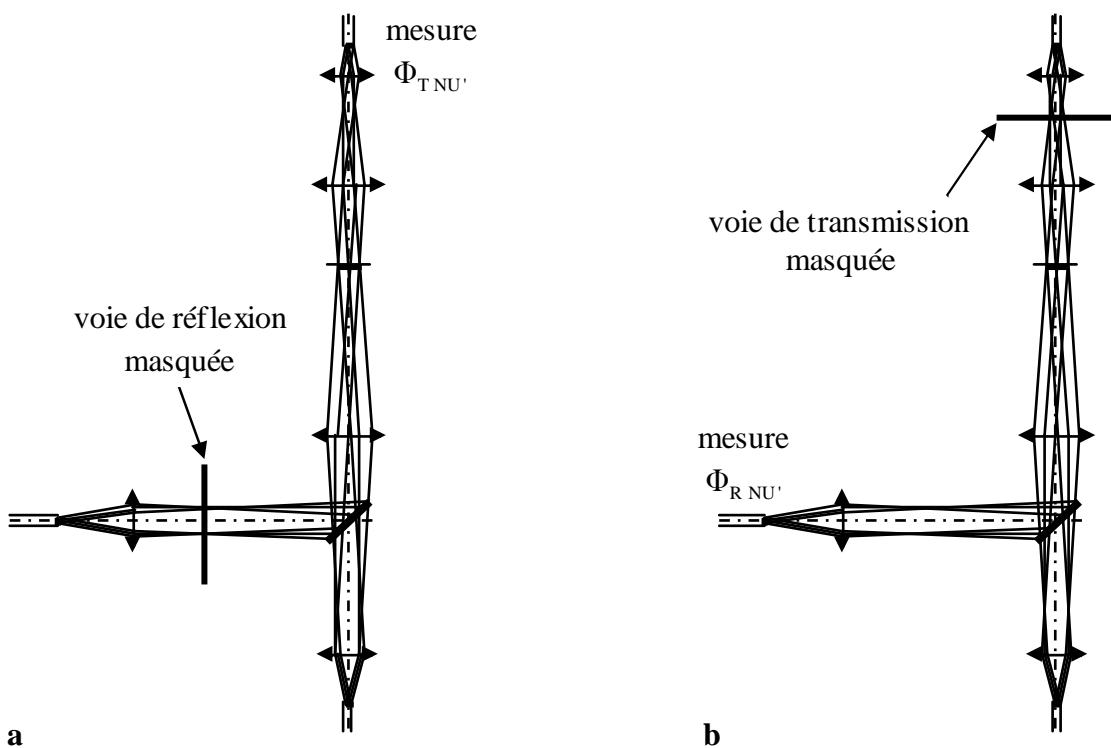
$$\Phi_T = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot X \cdot Y \cdot T_v \cdot [1 + X^2 \cdot R_s^2 \cdot Z^2 \cdot R_v \cdot R_f] \quad (2 - 10)$$

$$\Phi_R = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot R_s \cdot X^2 \cdot Z [R_v + T_v^2 \cdot Y^2 \cdot R_f] \quad (2 - 11)$$

$$\Phi_{T_{NU}} = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot X \cdot Y \cdot T_{vNU} \cdot [1 + (X \cdot R_s \cdot Z)^2 \cdot R_{vNU} \cdot R_f] \quad (2 - 12)$$

$$\Phi_{R_{NU}} = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot R_s \cdot X^2 \cdot Z [R_{vNU} + T_{vNU}^2 \cdot Y^2 \cdot R_f] \quad (2 - 13)$$

Deux mesures supplémentaires sont nécessaires pour conduire ce calcul, à savoir $\Phi_{T_{NU'}}$ et $\Phi_{R_{NU'}}$. Elles correspondent respectivement aux flux transmis et réfléchi par le verre nu (sans dépôt) en masquant respectivement les faisceaux au niveau de Z et de Y comme indiqué sur la figure 2-30 :



a : configuration pour la mesure $\Phi_{T_{NU'}}$

b : configuration pour la mesure $\Phi_{R_{NU'}}$

Figure 2-30

d'où :

$$\Phi_{T_{NU'}} = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot X \cdot Y \cdot T_{V_{NU}} \quad (2 - 14)$$

$$\Phi_{R_{NU'}} = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot R_s \cdot X^2 \cdot Z \cdot R_{V_{NU}} \quad (2 - 15)$$

On pose :

$$A = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot X \cdot Y$$

$$B = (X \cdot R_s \cdot Z)^2 \cdot R_F$$

$$C = \Phi_i \cdot U \cdot T_s \cdot X^2 \cdot R_s \cdot Z$$

$$D = Y^2 \cdot R_F$$

Les équations 2-10 à 2-15 s'écrivent alors :

$$\Phi_T = A \cdot T_V [1 + B \cdot R_V] \quad (2 - 16)$$

$$\Phi_R = C [R_V + T_V^2 \cdot D] \quad (2 - 17)$$

$$\Phi_{T_{NU}} = A \cdot T_{V_{NU}} [1 + B \cdot R_{V_{NU}}] \quad (2 - 18)$$

$$\Phi_{R_{NU}} = C [R_{V_{NU}} + T_{V_{NU}}^2 \cdot D] \quad (2 - 19)$$

$$\Phi_{T_{NU'}} = A \cdot T_{V_{NU'}} \quad (2 - 20)$$

$$\Phi_{R_{NU'}} = C \cdot R_{V_{NU}} \quad (2 - 21)$$

$$2-20 \Rightarrow A = \frac{\Phi_{T_{NU'}}}{T_{V_{NU}}} \quad (2 - 22)$$

$$2-21 \Rightarrow C = \frac{\Phi_{R_{NU'}}}{R_{V_{NU}}} \quad (2 - 23)$$

$$2-18 \text{ et } 2-22 \Rightarrow B = \left(\frac{\Phi_{T_{NU}}}{\Phi_{T_{NU'}}} - 1 \right) \cdot \frac{1}{R_{V_{NU}}}$$

$$2-19 \text{ et } 2-23 \Rightarrow D = \frac{\Phi_{R_{NU}} - \Phi_{R_{NU'}}}{\Phi_{R_{NU'}}} \cdot \frac{R_{V_{NU}}}{T_{V_{NU}}^2}$$

Les équations 2-16 et 2-17 s'écrivent donc sous la forme suivante :

$$\Phi_T = \frac{T_V}{T_{V_{NU}}} \Phi_{T_{NU'}} \left[1 + \frac{R_V}{R_{V_{NU}}} \cdot \frac{\Phi_{T_{NU}} - \Phi_{T_{NU'}}}{\Phi_{T_{NU'}}} \right] \quad (2 - 24)$$

$$\Phi_R = \frac{\Phi_{R\text{NU}'}}{R_{V\text{NU}}} \cdot \left[R_V + \frac{\Phi_{R\text{NU}} - \Phi_{R\text{NU}'}}{\Phi_{R\text{NU}'}} \cdot R_{V\text{NU}} \cdot \left(\frac{T_V}{T_{V\text{NU}}} \right)^2 \right] \quad (2-25)$$

On pose :

$$\delta_T = \frac{\Phi_{T\text{NU}} - \Phi_{T\text{NU}'}}{\Phi_{T\text{NU}'}}$$

$$\delta_R = \frac{\Phi_{R\text{NU}} - \Phi_{R\text{NU}'}}{\Phi_{R\text{NU}'}} = \frac{D \cdot T_{V\text{NU}}^2}{R_{V\text{NU}}}$$

A partir des équations 2-24 et 2-25, on déduit les deux rapports intéressants, à savoir $\frac{T_V}{T_{V\text{NU}}}$ et $\frac{R_V}{R_{V\text{NU}}}$, à partir des différentes mesures de flux :

$$\frac{T_V}{T_{V\text{NU}}} = \frac{\frac{\Phi_T}{\Phi_{T\text{NU}'}}}{1 + \frac{R_V}{R_{V\text{NU}}} \cdot \delta_T} \quad (2-26)$$

$$\frac{R_V}{R_{V\text{NU}}} = \frac{\frac{\Phi_R}{\Phi_{R\text{NU}'}} - \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T}{\Phi_{T\text{NU}'}} \right)^2}{1 - 2 \cdot \delta_T \cdot \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T}{\Phi_{T\text{NU}'}} \right)^2} \quad (2-27)$$

Avant le dépôt, on mesure les flux réfléchis et transmis ($\Phi_{T\text{NU}'}$ et $\Phi_{R\text{NU}'}$) du verre nu en masquant successivement les collimateurs de réflexion et de transmission (cf figure 2-30). Puis, on mesure $\Phi_{T\text{NU}}$ et $\Phi_{R\text{NU}}$ qui deviennent respectivement Φ_T et Φ_R une fois le dépôt commencé. On peut ainsi supprimer les contributions des réflexions parasites.

Supposons que le parasitage des voies de transmission et de réflexion soit respectivement dû à des réflexions parasites sur les fibres optiques des collimateurs de réflexion et de transmission. On peut calculer de manière qualitative les valeurs de δ_T et δ_R à partir des données numériques suivantes :

- $R_{\text{Miroir}} = 0,85$ (les miroirs utilisés sont en aluminium, leur facteur de réflexion moyen est de 85%)

- $T_{V\text{NU}} = T_{\text{Hublot}} = T_{\text{Lentille}} = 0,96^2$ (seul le rayon principal est considéré)

- $R_{VNU} = R_F = 0,04 + 0,96^2 * 0,04$ (les 2 premiers rayons sont considérés)

- $R_s = 0,5$ (on considère une séparatrice 50/50 parfaite)

On en déduit les valeurs suivantes :

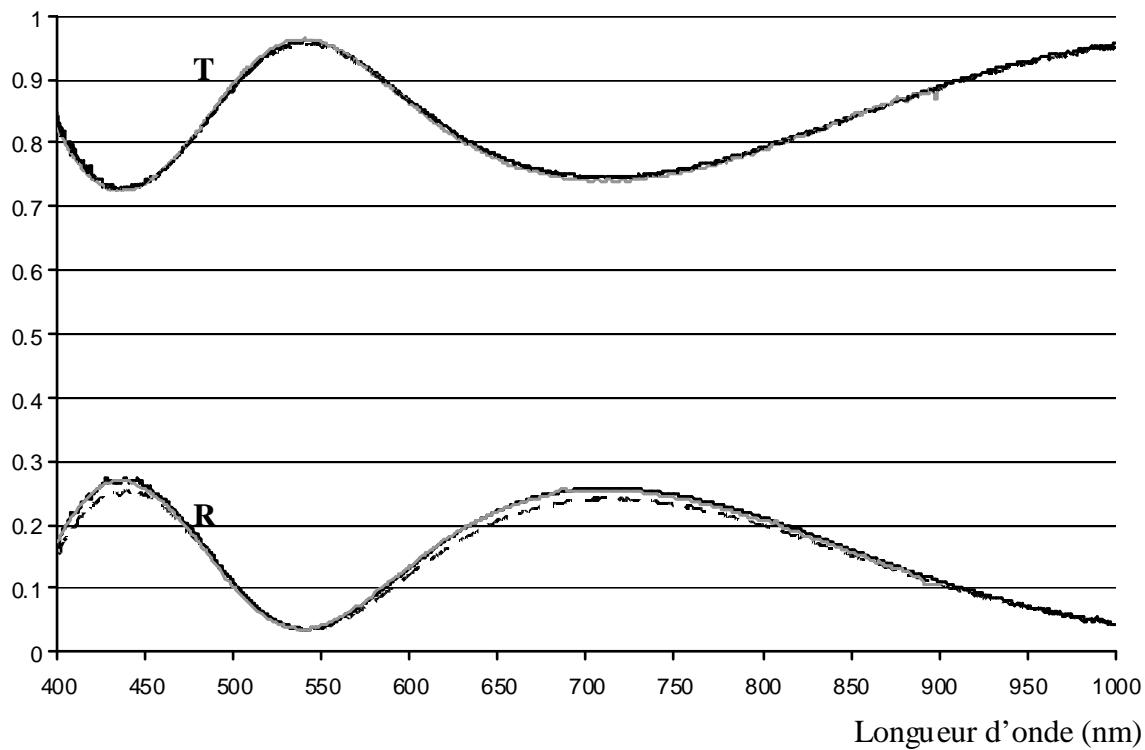
$$\delta_T = 4,7 * 10^{-4}$$

$$\delta_R = 0,102$$

En réalité, les mesures ont montré que la fibre optique n'est pas la seule source de réflexions parasites. La contribution de la fibre optique représente seulement un peu plus de la moitié des réflexions parasites, soit 55% environ. 40 % proviennent du spectrophotomètre et moins de 5% sont dues à la lentille du collimateur. Les mesures ont donné : $\delta_T = 0,0006$ et $\delta_R = 0,1$, ce qui est très proche des calculs. Les résultats montrent ainsi clairement que les mesures sur la voie R sont bien plus parasitées que celles de la voie T : $\delta_R \gg \delta_T$. Soulignons enfin que la correction effectuée est une correction informatique par logiciel. On aurait pu choisir de limiter les réflexions parasites au niveau des fibres optiques en utilisant soit des fibres polies en biseau, soit des fibres traitées par un anti-reflet large bande. La première solution implique cependant une réduction des marges de tolérance au niveau angulaire et la seconde n'est pas simple à réaliser en pratique. Aucune de ces deux solutions n'a donc été retenue, d'autant plus qu'elles n'auraient pas résolu la totalité du problème.

Notons que les mesures effectuées par le système optique des flux réfléchis ou transmis par l'échantillon correspondent évidemment à la contribution des deux faces du composant. En général, il est d'usage de ne représenter que les performances (R et T) de la face traitée sur laquelle on dépose la ou les couches minces. Un traitement des données est donc réalisé à partir des mesures afin de supprimer la contribution de la face arrière de l'échantillon. Pour les calculs le lecteur peut se référer à [2]. Tous les profils spectraux présentés dans ce manuscrit correspondent donc aux propriétés d'une seule face, à savoir celle sur laquelle est déposé l'empilement interférentiel.

La validité de la correction a été étudiée lors du dépôt d'une couche 3H d'oxyde d'hafnium (HfO_2) à la longueur d'onde de 714 nm. Sur la figure 2-31, on peut voir les mesures réalisées après dépôt (sous vide / température ambiante) par le système optique de contrôle avec et sans correction des réflexions parasites ainsi qu'une mesure effectuée à pression atmosphérique, en dehors de l'enceinte de dépôt, sur un appareil de mesure commercial (Perkin Elmer lambda 18).

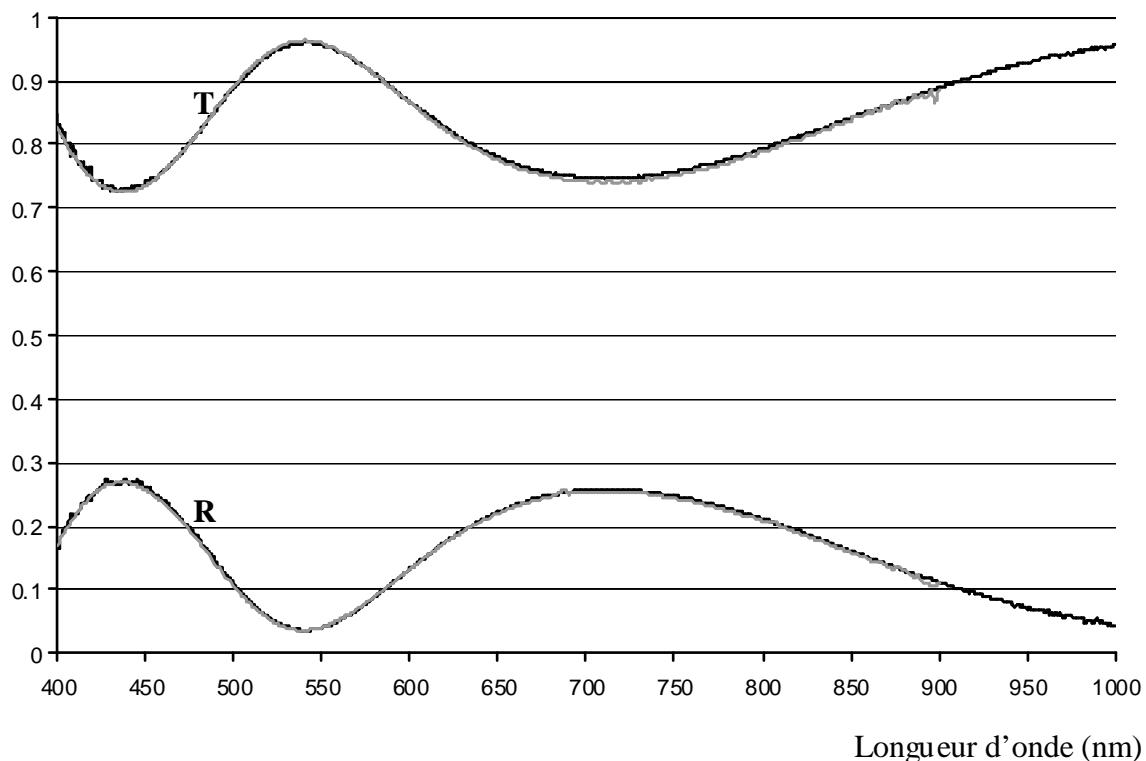


traits noirs discontinus et continus : mesures effectuées à température ambiante par le contrôle large bande
 respectivement sans et avec correction des réflexions parasites
 courbes grises : mesures à $7,5^\circ$ réalisées sur un spectrophotomètre commercial (Perkin Elmer lambda 18)

Figure 2-31

Comme prévu, les mesures en réflexion sont très affectées par les réflexions parasites alors qu'en transmission ce problème est négligeable. La correction effectuée par logiciel semble efficace, en effet, les écarts de mesures entre le Perkin Elmer et le système optique de contrôle n'excèdent pas 0,5% en transmission et 1% en réflexion. Cet accord est du même ordre de grandeur que celui obtenu en mesurant un même filtre sur deux spectrophotomètres du commerce.

Contrairement aux mesures réalisées par le contrôle large bande, celles effectuées par le Perkin Elmer ne se font pas sous incidence normale, mais avec un angle de $7,5^\circ$. On peut estimer les résultats à 0° en recherchant les paramètres théoriques de la couche (épaisseur, indice) correspondant au profil spectral mesuré à $7,5^\circ$. On en déduit alors facilement les mesures à 0° . Elles sont présentées sur la figure suivante :



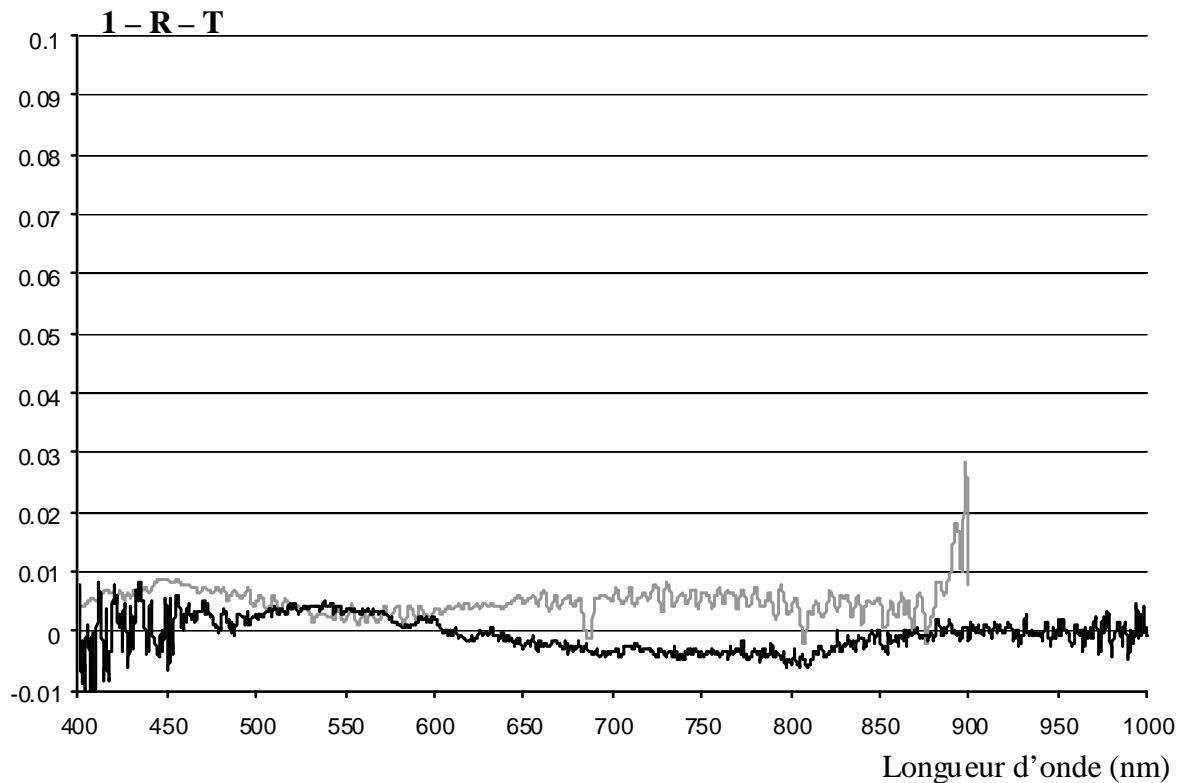
courbes noires: mesures effectuées à température ambiante par le contrôle large bande avec correction des réflexions parasites

courbes grises : estimation de ce que seraient les mesures effectuées sous incidence normale au Perkin Elmer lambda 18

Figure 2-32

Entre les deux incidences, 0° et $7,5^\circ$, il n'y a presque aucune différence. Seul un léger décalage spectral de l'ordre de 1 nm difficile à voir sur la figure précédente différencie les deux configurations.

L'absorption résiduelle de cette couche est présentée figure 2-33. Avec le système optique du contrôle large bande, celle ci vaut $0+/-0,005$ sur l'ensemble de la plage spectrale. Une absorption négative n'a bien entendu aucun sens physique mais globalement, elle est du même ordre de grandeur que celle mesurée au Perkin Elmer. Soulignons cependant que ces courbes sont inexploitables pour déterminer ce paramètre de manière précise. En effet, elles présentent toutes les deux un profil légèrement oscillant ce qui n'est pas possible en réalité. En règle général, les matériaux sont plus absorbants aux courtes longueurs d'onde. Il semble donc difficile de quantifier l'absorption de manière précise à partir de ces mesures, les résultats n'étant pas assez significatifs pour être exploités.



Courbe noire : mesure effectuée à température ambiante par le contrôle optique large bande

avec correction des réflexions parasites

Courbe grise : mesure réalisée sur un spectrophotomètre commercial (Perkin Elmer lambda 18)

Figure 2-33

2.4.2. Problèmes liés à la source plasma

2.4.2.1. Problèmes de lumière parasite

Durant le dépôt, les réflexions parasites ne sont pas le seul problème à corriger. En effet la source plasma génère une lumière intense dont une partie est collectée par les fibres optiques en transmission et en réflexion. Il s'avère donc indispensable de tenir compte de la contribution du plasma dans les mesures réalisées et de la supprimer.

En tenant compte du plasma, les relations 2-16 et 2-17 s'écrivent :

$$\Phi_T = A \cdot T_V \cdot [1 + B \cdot R_V] + \Phi_{T_{\text{Plasma}}} \cdot Y \cdot T_V \quad (2 - 28)$$

$$\Phi_R = C \cdot [R_V + T_V^2 \cdot D] + \Phi_{R_{\text{Plasma}}} \cdot X \cdot R_S \cdot Z \quad (2 - 29)$$

Les flux $\Phi_{T\text{ Plasma}}$ et $\Phi_{R\text{ Plasma}}$ correspondent respectivement aux fractions de lumière émises par le plasma qui sont collectées par les fibres des voies de transmission et de réflexion.

On notera par la suite :

$$\Phi_{\text{Plasma}}^T = \Phi_{T\text{ Plasma}} \cdot Y$$

$$\Phi_{\text{Plasma}}^R = \Phi_{R\text{ Plasma}} \cdot X \cdot R_S \cdot Z$$

D'après les relations 2-18 à 2-21 et 2-28 / 2-29 on déduit :

$$\frac{T_v}{T_{v\text{ NU}}} = \frac{\frac{\Phi_T - \Phi_{\text{Plasma}}^T \cdot T_v}{\Phi_{T\text{ NU}'}}}{1 + \frac{R_v}{R_{v\text{ NU}}} \cdot \delta_T} \quad (2 - 30)$$

$$\frac{R_v}{R_{v\text{ NU}}} = \frac{\frac{\Phi_R - \Phi_{\text{Plasma}}^R}{\Phi_{R\text{ NU}'}} - \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T - \Phi_{\text{Plasma}}^T \cdot T_v}{\Phi_{T\text{ NU}'}} \right)^2}{1 - 2 \cdot \delta_T \cdot \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T - \Phi_{\text{Plasma}}^T \cdot T_v}{\Phi_{T\text{ NU}'}} \right)^2} \quad (2 - 31)$$

Durant le dépôt, en masquant la source halogène à l'instant t_1 , on mesure les termes $\Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) \cdot T_v(t_1)$ et $\Phi_{\text{Plasma}}^R(t_1)$ sur les voies de transmission et de réflexion. Avant la mesure suivante (instant t_2), on enlève le cache de la source halogène. On peut alors mesurer $\Phi_T(t_2) \cdot \delta_T$ étant très inférieur à l'unité, on écrit :

$$\frac{T_v}{T_{v\text{ NU}}} (t_2) \# \frac{\Phi_T(t_2) - \Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) \cdot T_v(t_1)}{\Phi_{T\text{ NU}'}} \quad (2 - 32)$$

Notons que dans cette dernière équation, deux hypothèses sont faites : premièrement, la contribution du plasma à l'instant t_1 est la même qu'à l'instant t_2 :

$$\Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) = \Phi_{\text{Plasma}}^T(t_2)$$

Par la suite, on considérera même cette contribution indépendante du temps et pour une couches i fixée, on notera :

$$\Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) = \Phi_{\text{Plasma}}^T(t_2) = \Phi_{\text{Plasma}}^T \quad \text{et} \quad \Phi_{\text{Plasma}}^R(t_1) = \Phi_{\text{Plasma}}^R$$

La seconde hypothèse concerne le facteur de transmission. On suppose que ce dernier est à peu près le même aux instants t_1 et t_2 . La vitesse de dépôt est d'environ 0,3 nm/s et 1,8 s sépare deux mesures consécutives. Entre les mesures t_1 et t_2 , on dépose donc environ 0,54 nm. L'hypothèse que le spectre ne varie pas ou peu pour un dépôt de 0,54 nm est vraisemblable même si cela dépend des matériaux. Par exemple, pour des couches fines de métaux, elle serait très approximative. A partir de la relation 2-32, on en déduit :

$$T_V(t_2) \# \frac{\Phi_T(t_2) - \Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) \cdot T_V(t_1)}{\Phi_{T \text{ NU}'}} \cdot T_{V \text{ NU}}$$

On peut alors calculer la valeur $\Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) = \Phi_{\text{Plasma}}^T$ à partir de la relation suivante :

$$\Phi_{\text{Plasma}}^T \# \frac{\Phi_{\text{Plasma}}^T(t_1) T_V(t_1)}{T_V(t_2)}$$

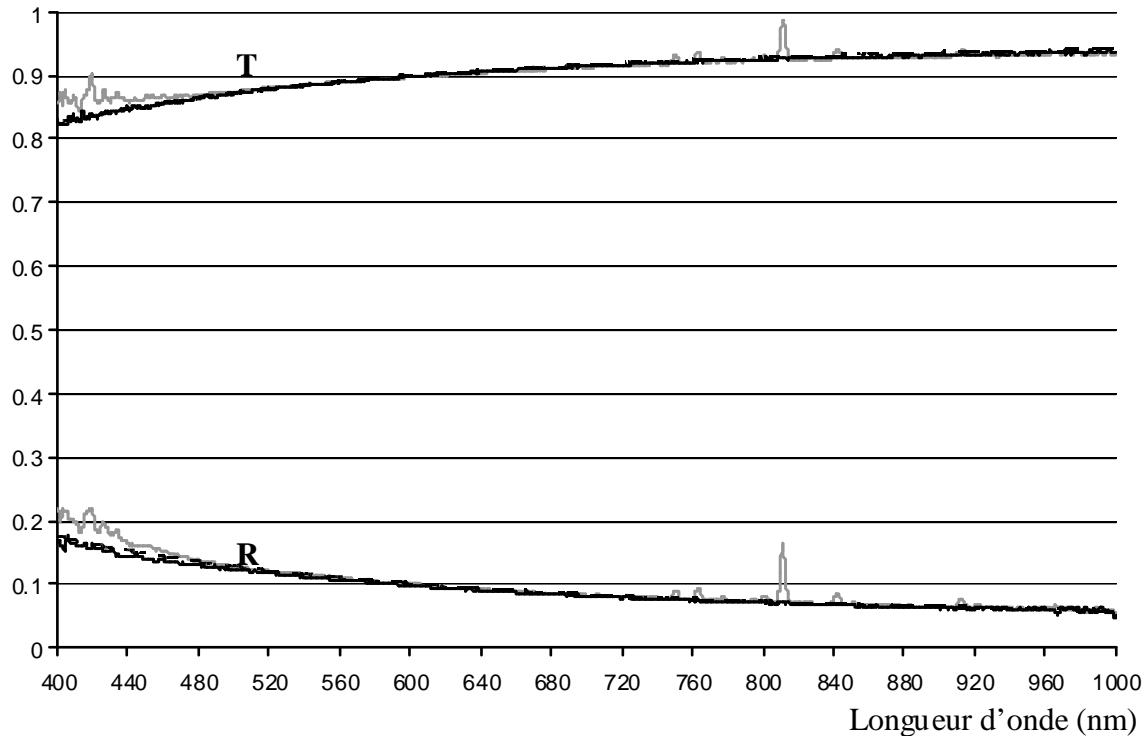
A partir de l'équation 2-30 on obtient :

$$\frac{T_V}{T_{V \text{ NU}}} = \frac{\frac{\Phi_T}{\Phi_{T \text{ NU}'}}}{1 + \frac{R_V}{R_{V \text{ NU}}} \cdot \delta_T + \frac{\Phi_{\text{Plasma}}^T \cdot T_{V \text{ NU}}}{\Phi_{T \text{ NU}'}}}$$

Les équations 2-30 et 2-31 étant couplées, on ne peut pas calculer de manière indépendante les rapports $\frac{T_V}{T_{V \text{ NU}}}$ et $\frac{R_V}{R_{V \text{ NU}}}$. Pour simplifier les calculs, on néglige la contribution du plasma en transmission lors du calcul du coefficient de réflexion. L'équation 2-31 se simplifie et s'écrit donc :

$$\frac{R_V}{R_{V \text{ NU}}} = \frac{\frac{\Phi_R - \Phi_{\text{Plasma}}^R}{\Phi_{R \text{ NU}'}} - \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T}{\Phi_{T \text{ NU}'}} \right)^2}{1 - 2 \cdot \delta_T \cdot \delta_R \cdot \left(\frac{\Phi_T}{\Phi_{T \text{ NU}'}} \right)^2}$$

Sur la figure 2-34 on peut voir le résultat de la correction du plasma lors du dépôt de la couche 3H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 714 nm présentée auparavant.



Courbes grises : mesures effectuées pendant le dépôt par le contrôle optique large bande avec correction des réflexions parasites mais sans correction plasma

traits noirs continus : mesures effectuées pendant le dépôt par le contrôle large bande avec correction des réflexions parasites et du plasma

traits noirs discontinus : courbe théorique correspondant à un dépôt de 23 nm d' HfO_2

Figure 2-34

Une fois totalement déposée, cette couche 3H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 714 nm présente une épaisseur totale de 253 nm. La correction du plasma a été effectuée après le dépôt d'une vingtaine de nanomètres seulement. La présence de pics en transmission et en réflexion est due aux raies spectrales de l'Argon utilisé pour générer le plasma. Lorsqu'on essaie de déterminer l'épaisseur correspondant aux mesures avec corrections (traits noirs continus), le meilleur accord correspond à un dépôt de 23 nm d'oxyde d'hafnium (traits noirs discontinus). Notons que ces courbes ne se superposent pas parfaitement. Les différentes approximations effectuées pour réaliser les corrections sont bien entendu une source d'erreurs et peuvent expliquer en partie le décalage. Mais il se peut également que la courbe théorique ait été calculée à partir d'un mauvais indice. Pour les couches fines, ici environ 23 nm, il y a en effet parfois des problèmes d'inhomogénéité. Quoi qu'il en soit, la correction paraît tout de même efficace.

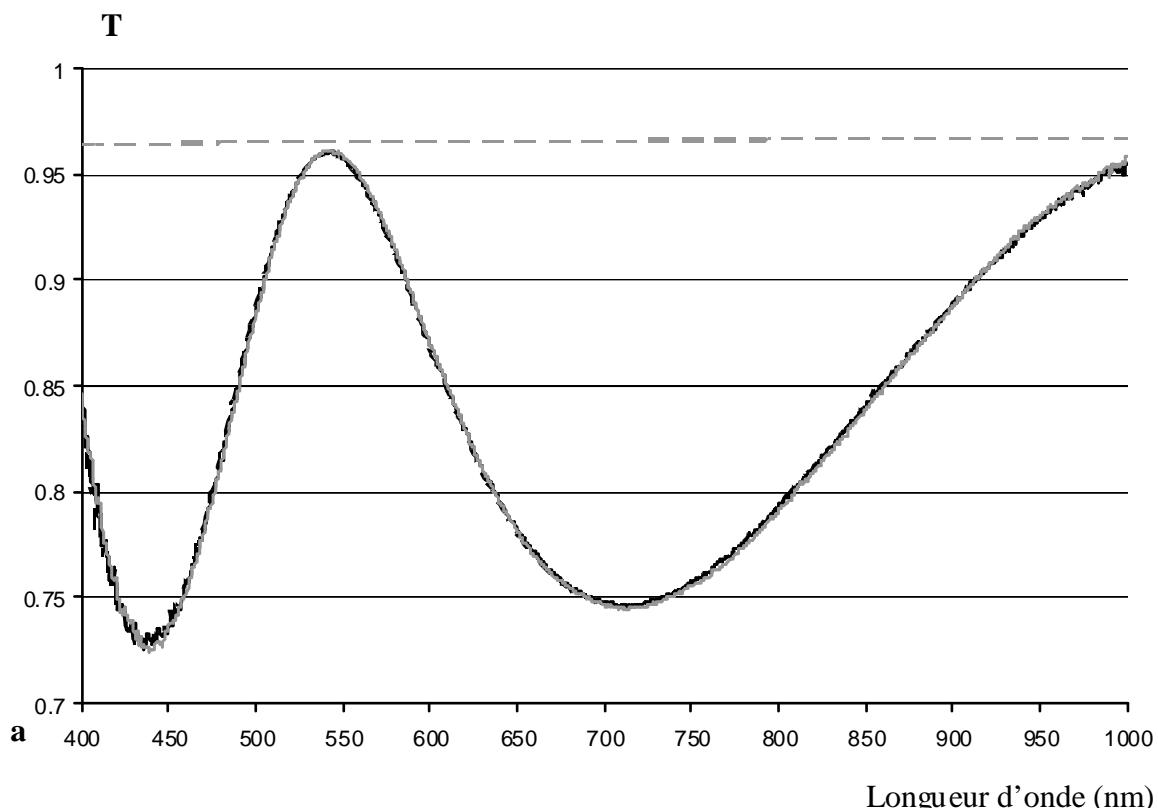
Dans la suite de ce manuscrit, toutes les courbes présentées correspondront systématiquement à des mesures avec correction des réflexions parasites et avec correction du plasma lorsqu'elles sont effectuées pendant le dépôt.

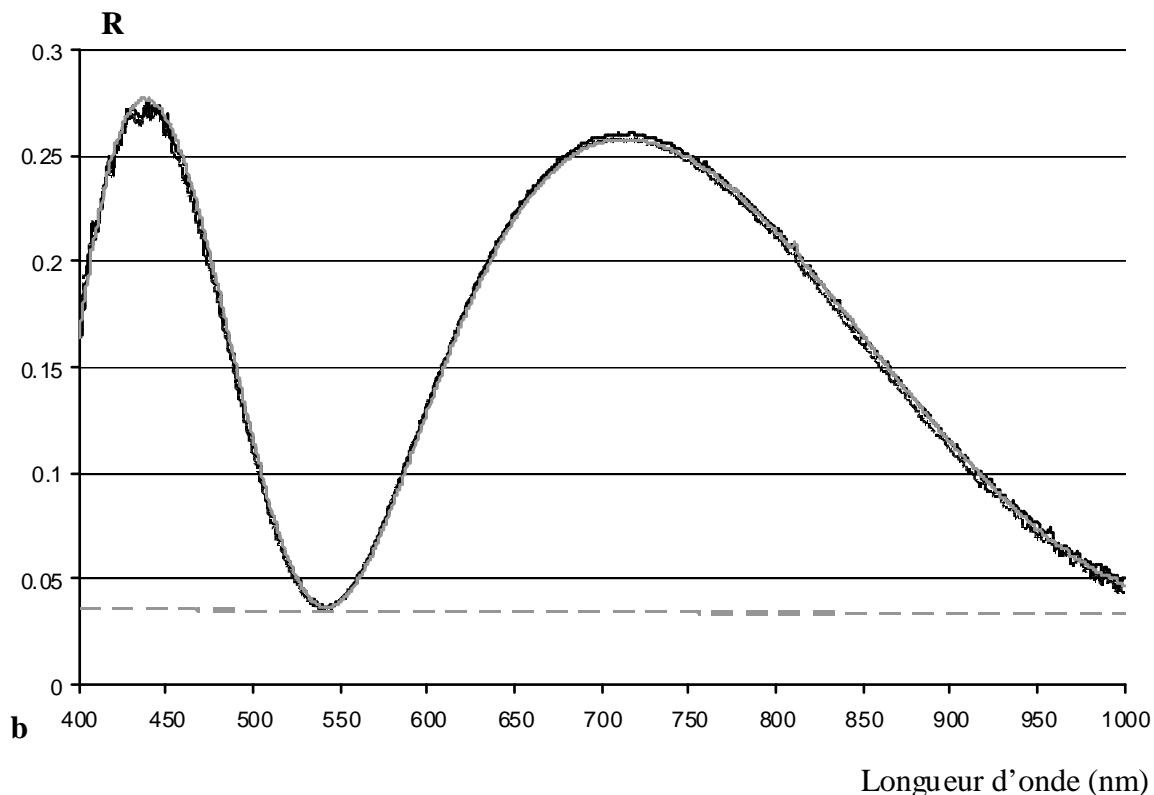
2.4.2.2. Problèmes thermiques

Outre la lumière parasite, la source plasma génère également de la chaleur. Ainsi, durant un dépôt on peut dépasser 300 °C. Ce n'est pas sans poser des problèmes de mesure.

Dans le chapitre précédent, la couche étudiée était un dépôt d'environ 253 nm d'oxyde d'hafnium (couche 3H à la longueur d'onde de 714 nm). La température finale atteinte après le dépôt avoisinait 250°C. Cette couche sera par la suite nommée échantillon 1. Un second échantillon du même matériau a été réalisé. Il s'agit cette fois d'une couche 5H à la longueur d'onde de 700 nm ce qui correspond à une épaisseur de 414 nm. Dans ce cas, la température finale après dépôt est d'environ 315°C.

Sur la figure 2-35 on peut observer les profils spectraux en transmission (a) et en réflexion (b) de l'échantillon 1 à 250°C (température finale) et à température ambiante, ainsi que les profils spectraux de l'échantillon 2 après dépôt de 253 nm d'oxyde d'hafnium.





traits noirs continus: mesures des spectres de l'échantillon 1 après dépôt, à 250°C

traits noirs discontinus: mesures des spectres de l'échantillon 1

après dépôt, à température ambiante

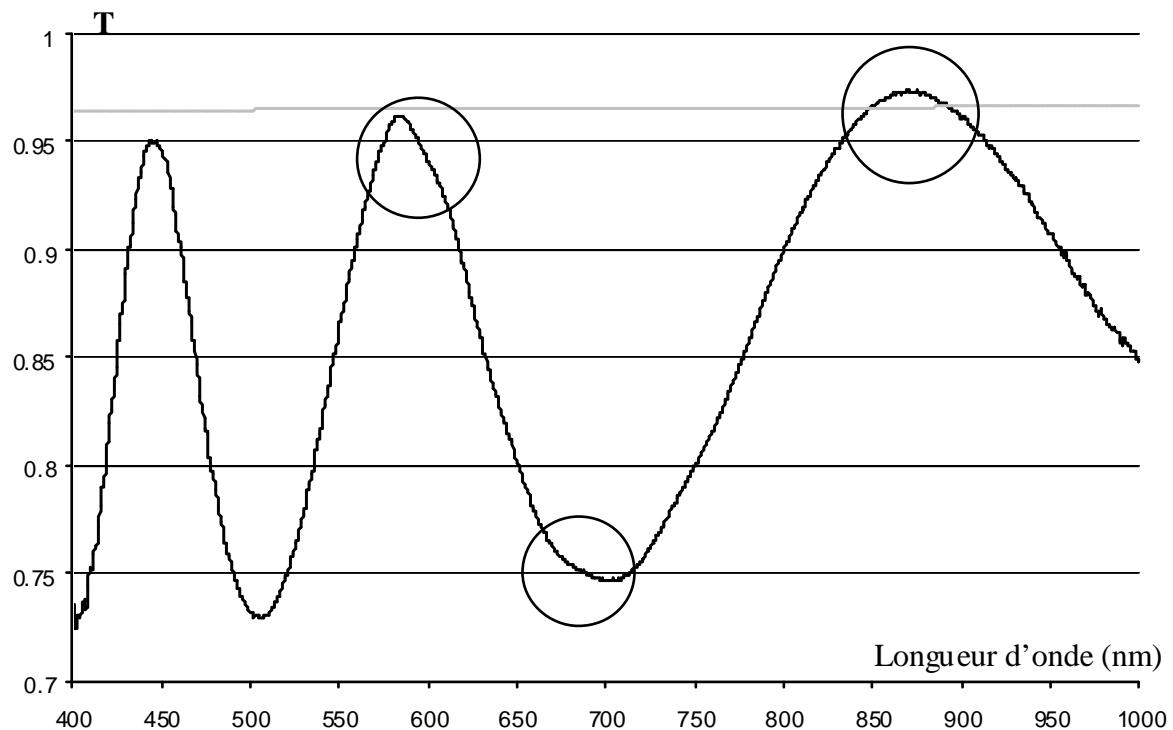
traits gris continuo: mesures des spectres de l'échantillon 2 pendant le dépôt, à 250°C

trait gris discontinu: profil spectral théorique d'un verre de silice nu.

Figure 2-35

L'accord entre les différents profils spectraux est très bon. Les mesures correspondant au second échantillon sont réalisées pendant le dépôt, donc avec correction plasma ce qui confirme la qualité de cette dernière. A ce stade de la réalisation, l'échantillon 2 présente donc une grande reproductibilité par rapport à l'échantillon 1.

Le dépôt du second échantillon est stoppé pour une épaisseur de 414 nm à 315°C. Des mesures ont été effectuées à cette température ainsi qu'à température ambiante. Des problèmes apparaissent, et sont particulièrement visibles sur ce dépôt en transmission à température ambiante comme le montre la figure 2-36. Sur trois zones, on observe une déformation flagrante du spectre avec en particulier sur l'une d'entre elles, des valeurs de transmission supérieures à celles du substrat nu (silice), ce qui est impossible.

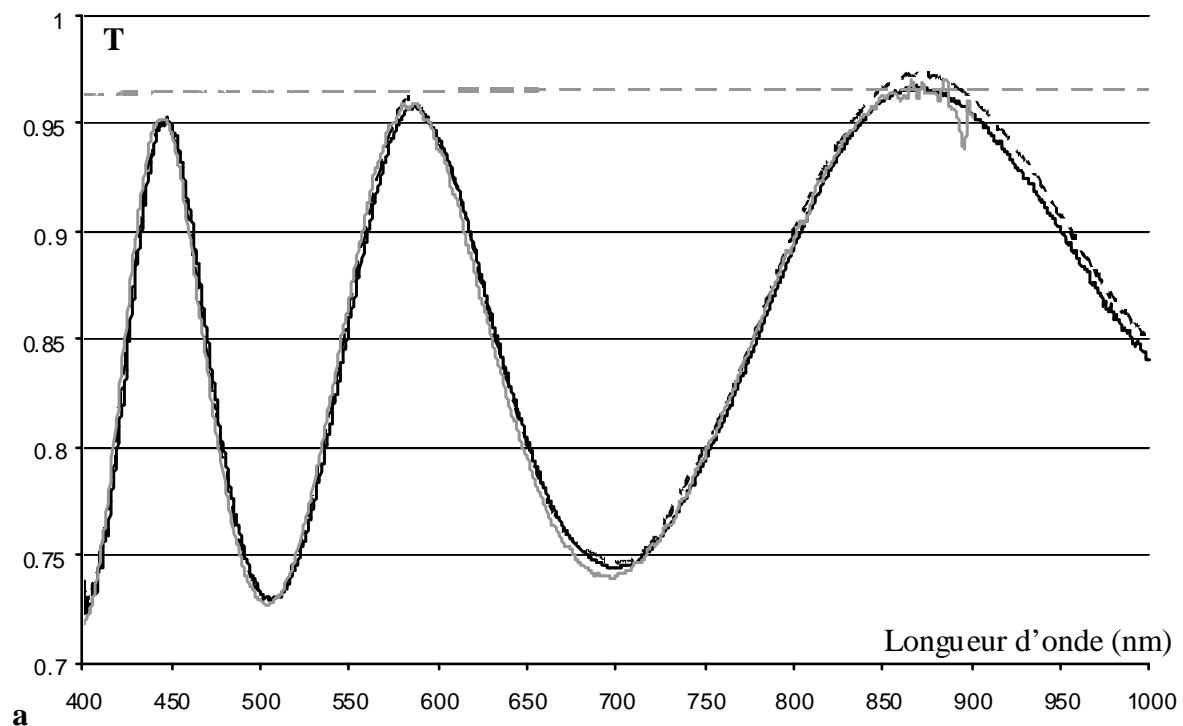


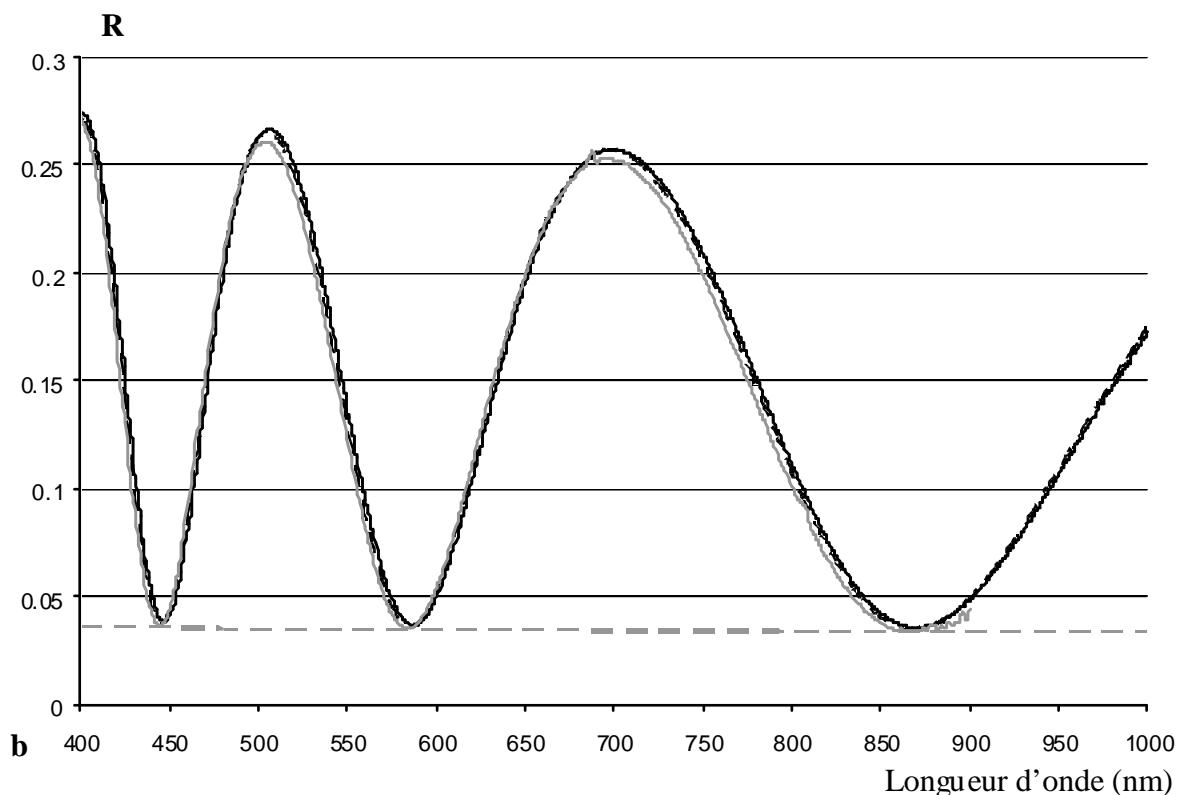
Courbe grise : facteur de transmission théorique d'une silice nu

Courbe noire : mesure au contrôle large bande de l'échantillon 2 à température ambiante

Figure 2-36

La figure 2-37 présente un bilan général des mesures de l'échantillon 2 en transmission (a) et en réflexion (b).

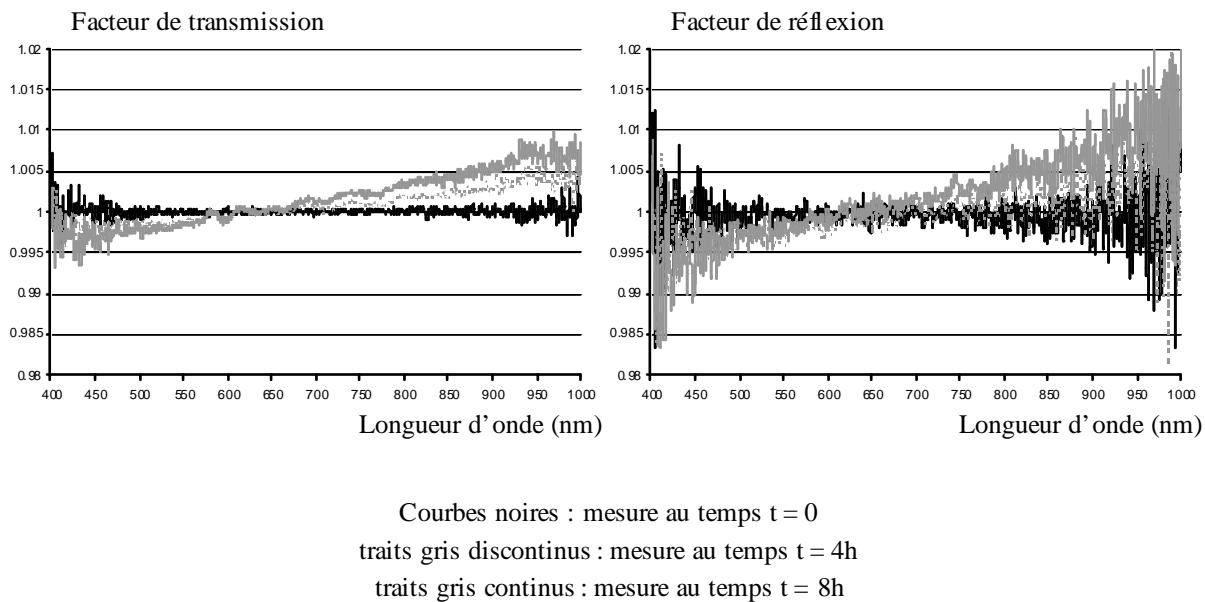




traits noirs continus : mesure du spectre après dépôt à 315°C
 traits noirs discontinus: mesure du spectre à température ambiante
 traits gris continuos: estimation des mesures effectuées au Perkin Elmer
 sous incidence normale
 traits gris discontinus : profil spectral théorique d'un verre de silice nu.

Figure 2-37

En transmission comme en réflexion, on observe une déformation du spectre. L'accord entre les mesures effectuées au contrôle optique large bande et celles réalisées au Perkin Elmer est beaucoup moins bon avec l'échantillon 2 qu'il ne l'était avec l'échantillon 1. En transmission les écarts atteignent 1% et ils dépassent 2% en réflexion à certaines longueurs d'onde. Ces différences ne s'expliquent pas par la correction des réflexions parasites qui pour l'échantillon 1 permettaient d'obtenir un accord correct. Les écarts pourraient éventuellement s'expliquer par une dérive de la source ou du détecteur. Les températures atteintes sont en effet plus élevées pour l'échantillon 2, 315°C contre 250°C pour l'échantillon 1, le délai pour revenir à température ambiante est donc plus important : 5h contre 4h auparavant. Des tests effectués pendant 8h sur un verre de silice nu au contrôle large bande indiquent que si la correction de la source n'est pas parfaite, elle reste néanmoins correcte (pour l'améliorer, il faudrait effectuer une correction longueur d'onde par longueur d'onde). La dégradation constatée au cours du temps intervient surtout vers 400 et 1000 nm aux extrémités de la plage spectrale (cf figure 2-38).



Les problèmes de mesures constatés sur la figure 2-37 sont d'une part plus importants que ceux présentés sur la figure 2-38 et d'autre part ils s'étendent sur l'ensemble de la plage spectrale. Il ne paraît donc pas cohérent de les attribuer à une dérive de la source ou du détecteur.

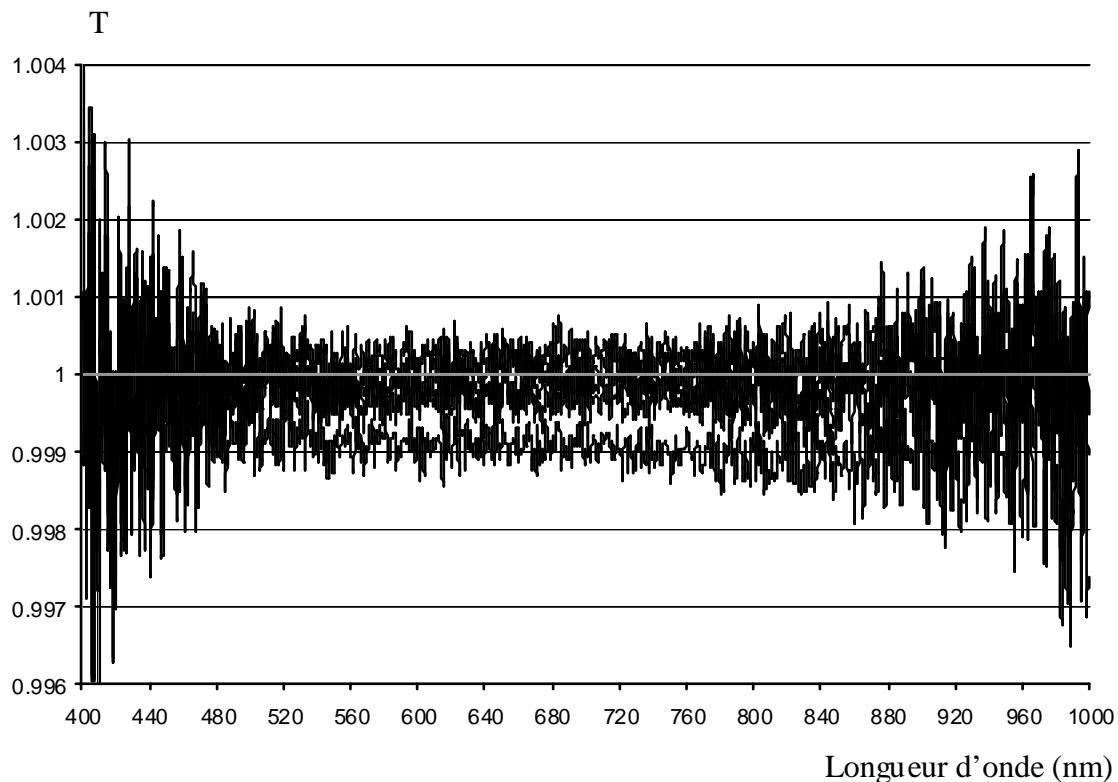
En réalité, un problème thermique est vraisemblablement à l'origine des déformations des spectres mesurés. Le système périscopique et le porte substrat subissent probablement des contraintes liées aux variations de température. La position de ces éléments évolue sous l'effet de la chaleur ce qui modifie légèrement le trajet du faisceau de lumière. La dilatation au niveau du porte substrat influe sur les mesures en réflexion tandis que celle survenant au niveau du système périscopique perturbe les mesures en transmission. Plus la température est élevée et plus le phénomène prend de l'ampleur. Cela explique les bon résultats obtenus à 250°C et les problèmes observés à 315°C pour l'échantillon 2. Au vu des résultats, il semble que les mesures réalisées juste après le dépôt soient meilleures que celle effectuées à température ambiante. D'autant que dans ce cas, on minimise les effets de dérive de la source (cf figure 2-38).

Ce problème thermique n'est évidemment pas sans conséquence sur la qualité du contrôle. La déformation du spectre liée à la dilatation risque d'être interprétée à tort comme un dépôt, diminuant ainsi la précision du contrôle. La quantification de l'erreur engendrée est délicate. D'une part parce que la reproductibilité du phénomène est loin d'être évidente et d'autre part parce que son influence dépend également de l'empilement de couches minces. Certaines couches seront plus sensibles que d'autre aux problèmes thermiques. Quoi qu'il en soit, contrairement aux réflexions parasites ou au problème de source plasma qui peuvent être corrigés, il n'existe pas de solution simple à mettre en œuvre pour éviter les problèmes thermiques. Il faudrait revoir entièrement la conception des pièces mécaniques subissant la

dilatation pour en limiter les effets, ce qui ne sera pas entrepris durant ce travail de thèse. Ces difficultés ne compromettent cependant pas la réalisation d'empilements de couches minces. Dans le dernier chapitre de ce manuscrit portant sur la fabrication de filtres, nous verrons que le système optique de contrôle permet en effet d'obtenir des filtres à hautes performances.

2.5. Modélisation du signal mesuré par le Contrôle Large Bande

Afin d'évaluer les performances du contrôle optique large bande, une étude sur la modélisation des signaux mesurés a été menée. Plusieurs modèles ont été testés, afin de rendre compte de manière fidèle des fluctuations des mesures, comme celles présentées sur la figure 2-39 :



série de mesures en transmission d'un verre nu
enregistrées par le système optique de contrôle large bande

Figure 2-39

Le modèle le plus cohérent par rapport aux mesures consiste à associer deux sources de bruit l'une additive et l'autre multiplicative :

$$T_{mes}(\lambda) = \alpha_T \cdot T_{th}(\lambda) + \beta_T(\lambda) \quad (2 - 33)$$

$$R_{mes}(\lambda) = \alpha_R \cdot R_{th}(\lambda) + \beta_R(\lambda) \quad (2 - 34)$$

$T_{mes}(\lambda)$ et $R_{mes}(\lambda)$: Facteurs de transmission et de réflexion mesurés à la longueur d'onde λ .

$T_{th}(\lambda)$ et $R_{th}(\lambda)$: Facteurs de transmission et de réflexion théoriques à la longueur d'onde λ .

α_T et α_R : Bruits multiplicatifs en transmission et en réflexion. Il suivent des lois normales de moyenne égale à l'unité et d'écart type σ_{α_T} et σ_{α_R} .

β_T et β_R : Bruits additifs en transmission et en réflexion. Il suivent des lois normales de moyenne nulle et d'écart type σ_{β_T} et σ_{β_R} .

A partir des relations 2-33, 2-34 et de mesures expérimentales, on peut calculer les différentes composantes de bruit et en déduire leurs écarts-type :

$$\alpha_T^{(n)} = \frac{\frac{1}{N_\lambda} \sum_{\lambda} T_{mes}^{(n)}(\lambda)}{\frac{1}{N_\lambda} \sum_{\lambda} T_{th}(\lambda)}$$

$$\alpha_R^{(n)} = \frac{\frac{1}{N_\lambda} \sum_{\lambda} R_{mes}^{(n)}(\lambda)}{\frac{1}{N_\lambda} \sum_{\lambda} R_{th}(\lambda)}$$

$$\beta_T^{(n)}(\lambda) = T_{mes}^{(n)}(\lambda) - \alpha_T^{(n)} \cdot T_{th}(\lambda) \quad \beta_R^{(n)}(\lambda) = R_{mes}^{(n)}(\lambda) - \alpha_R^{(n)} \cdot R_{th}(\lambda)$$

Avec : $T_{th}(\lambda) = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N T_{mes}^{(n)}(\lambda)$ $R_{th}(\lambda) = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N R_{mes}^{(n)}(\lambda)$

n : numéro de la mesure

$T_{mes}^{(n)}(\lambda)$ et $R_{mes}^{(n)}(\lambda)$: n^{ième} mesure des facteurs de transmission et de réflexion.

$\alpha_T^{(n)}$, $\alpha_R^{(n)}$, $\beta_T^{(n)}$ et $\beta_R^{(n)}$: n^{ième} mesure des bruits multiplicatifs et additifs en transmission et en réflexion.

N_λ : Nombre de longueurs d'onde

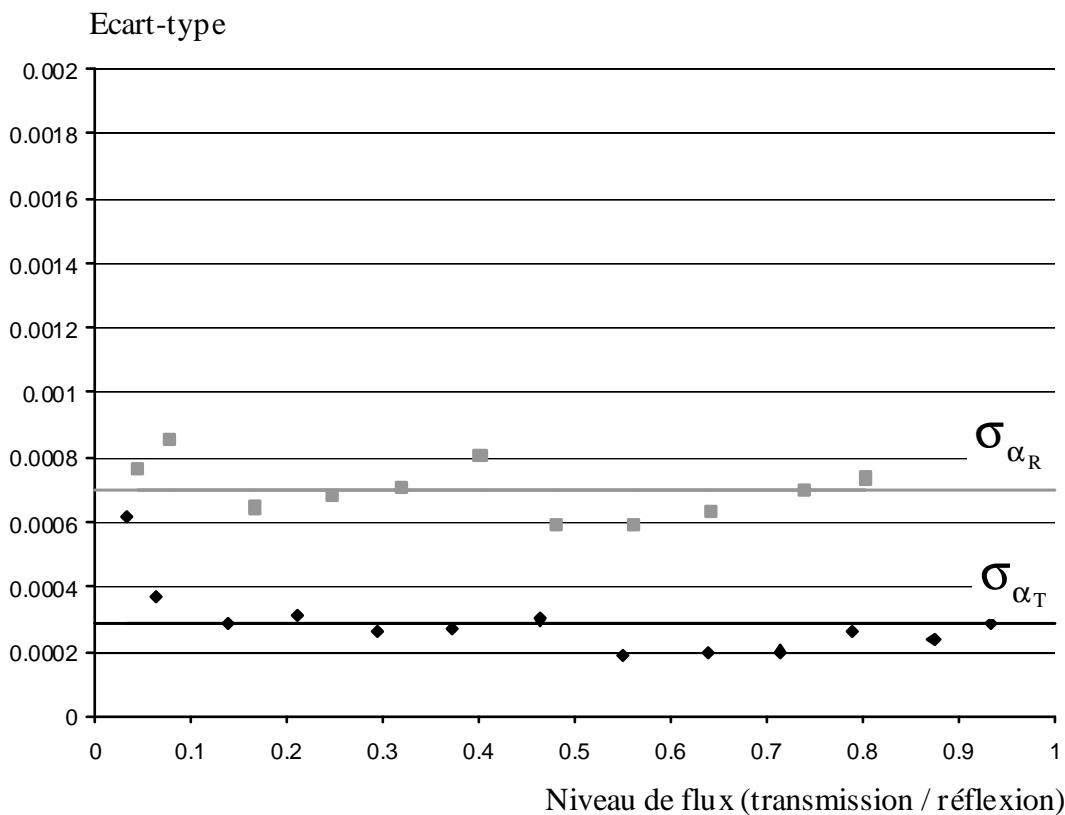
N : Nombre de mesures.

Les mesures en réflexion et en transmission sont réalisées respectivement sur un miroir en aluminium et un verre de silice nu. Plusieurs séries de mesures sont effectuées à différents

niveaux de flux. La première série sert de référence, elle correspond à un facteur de réflexion d'environ 80% pour le miroir en aluminium et un facteur de transmission d'environ 96% pour le verre de silice. Ensuite, pour les séries suivantes, on diminue le flux en diaphragmant le faisceau.

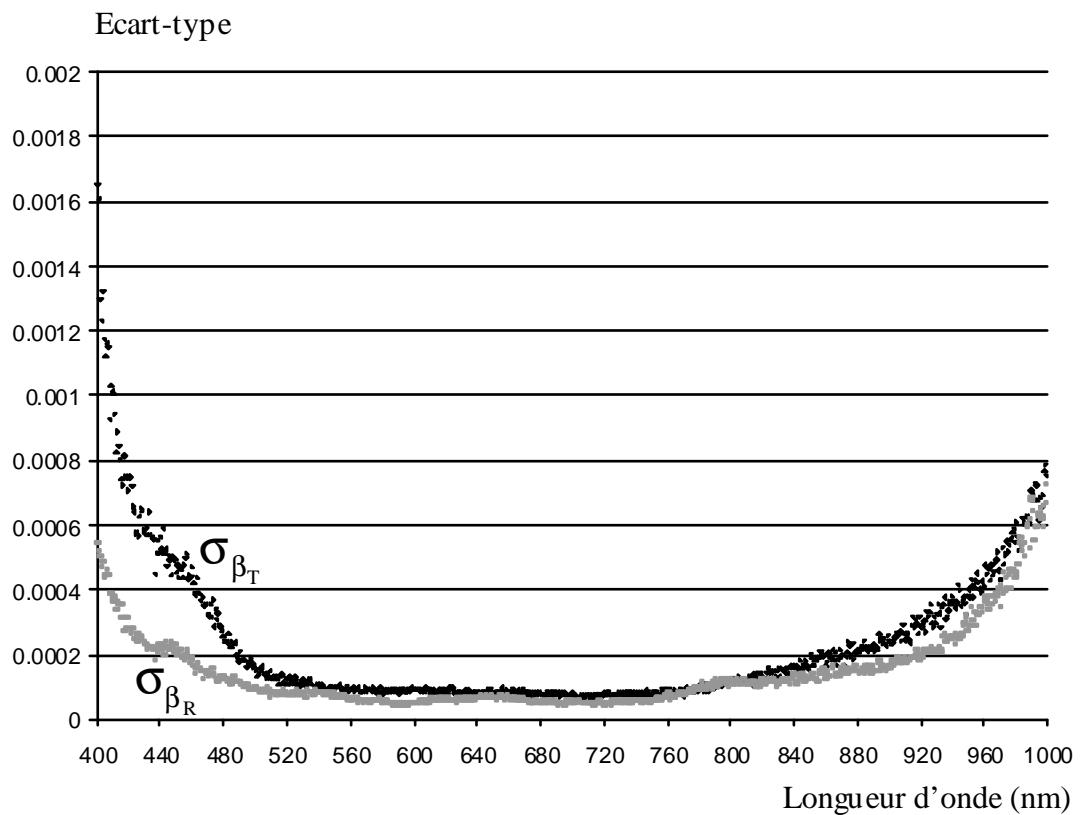
Pour chacune des séries, le signal est enregistré pendant 5 minutes toutes les 1,8 secondes ($N \approx 170$). Pour chaque mesure, on calcule les paramètres $\alpha_T^{(n)}$, $\alpha_R^{(n)}$, $\beta_T^{(n)}$ et $\beta_R^{(n)}$, et pour chaque série on réalise une statistique en calculant les écarts-type σ_{α_T} , σ_{α_R} , σ_{β_T} et σ_{β_R} à partir des N mesures. Les résultats sont présentés sur les figures 2-40 à 2-42.

Les figures 2-40 et 2-42 montrent de manière cohérente par rapport au modèle (relations 2-33 et 2-34) que les écarts-type des différentes composantes de bruits sont indépendants du niveau de flux. Par ailleurs, l'écart-type plus élevé concernant les composantes β_T et β_R au niveau des courtes et des grandes longueurs d'onde (cf figure 2-41) s'explique respectivement par une utilisation en limite de gamme de la lampe et du détecteur.



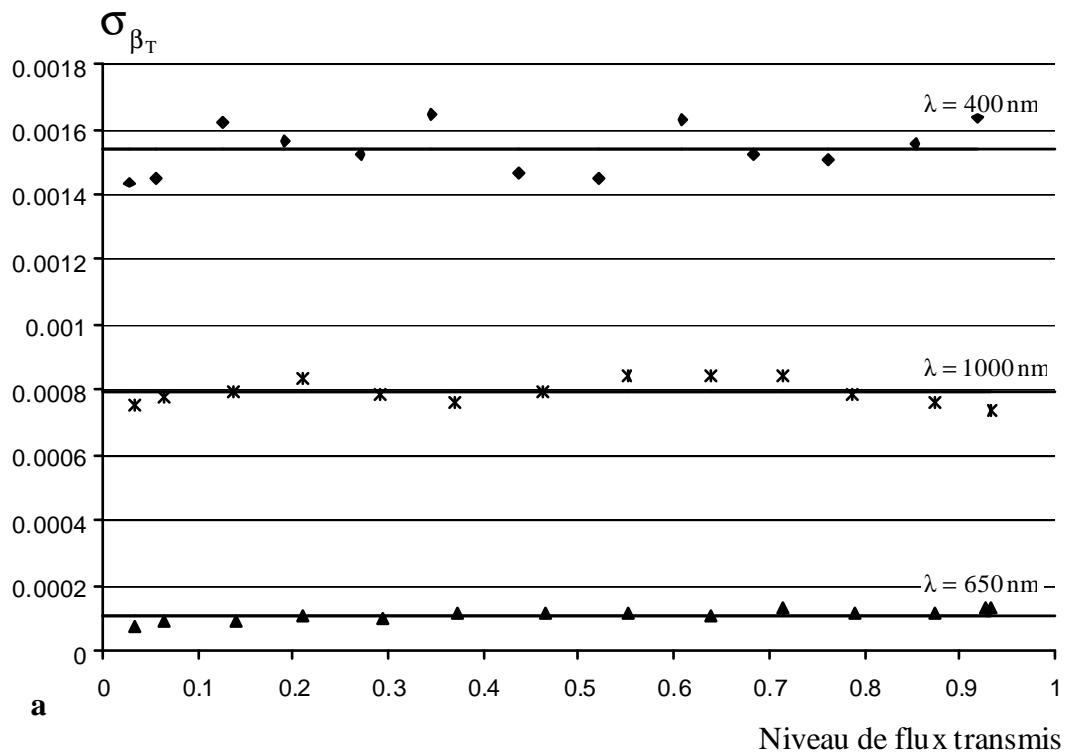
Les points noirs et gris représentent les écarts-type des composantes multiplicatives du bruit en transmission et en réflexion (valeurs moyennes en traits continus).

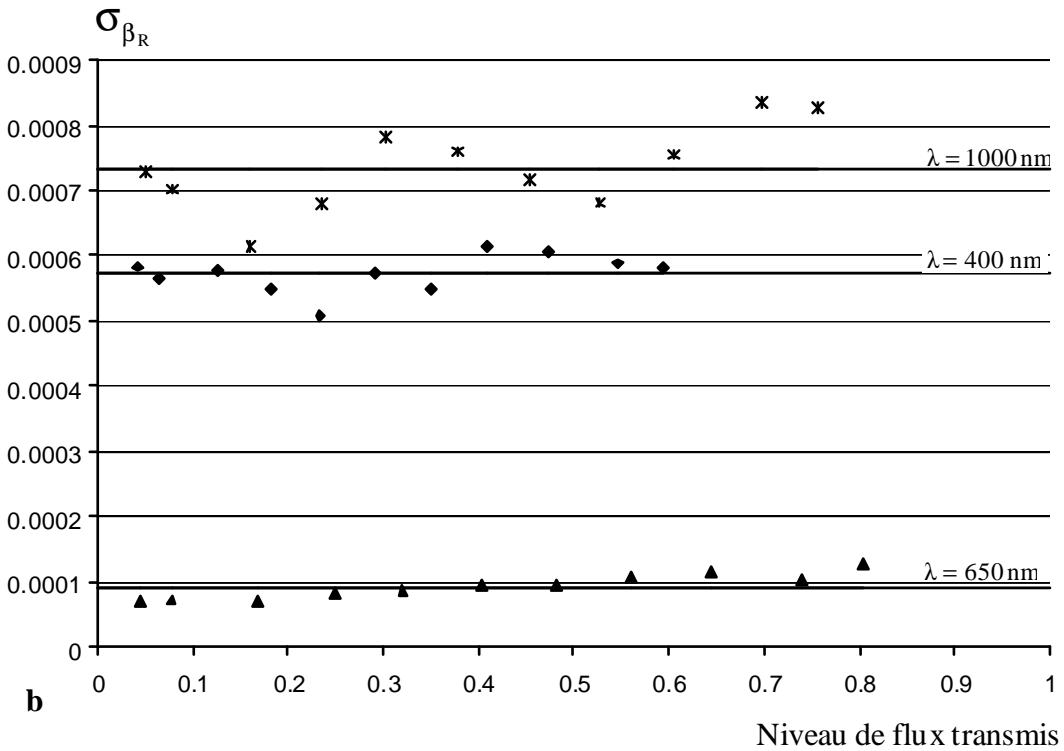
Figure 2-40



Les points noirs et gris représentent les écarts-type des composantes additives du bruit en transmission et en réflexion.

Figure 2-41





Valeurs moyennes des écarts-type des composantes additives du bruit en transmission (a) et en réflexion (b), à différentes longueurs d'onde, en fonction du niveau de flux

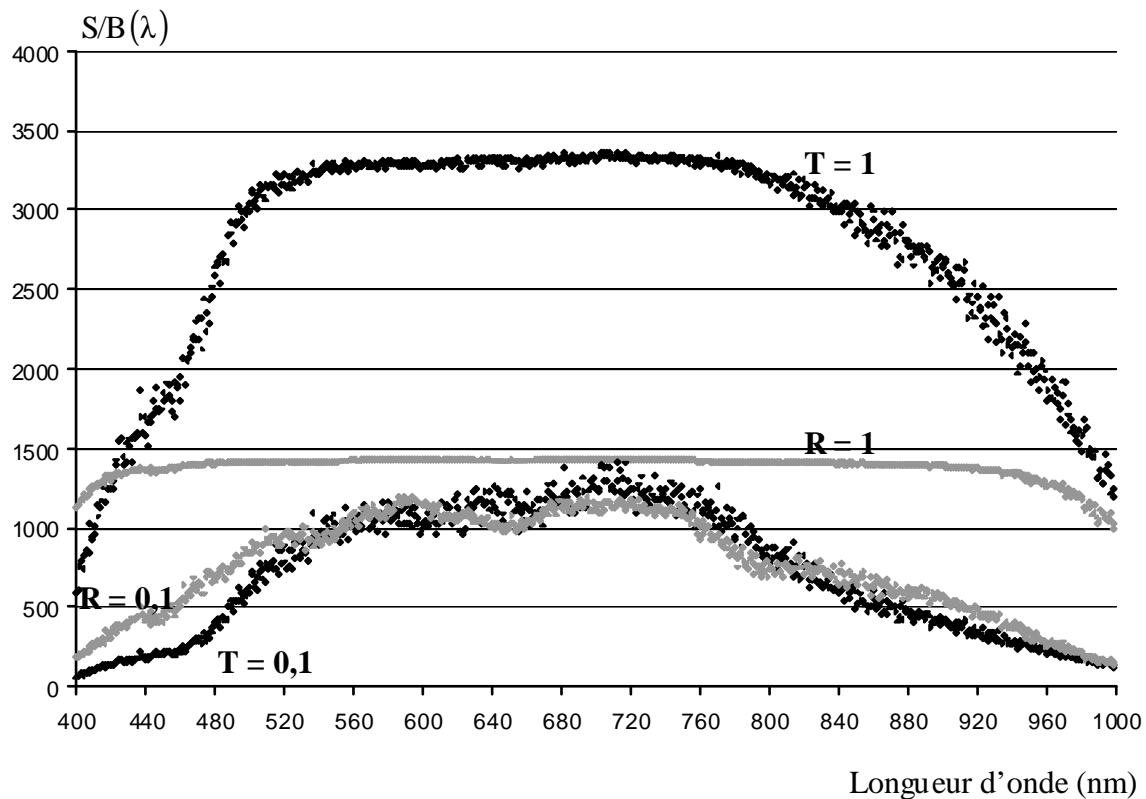
Figure 2-42

A partir des relations 2-33 et 2-34 on calcule les rapports signaux sur bruit en transmission $S_T/B(\lambda)$ et en réflexion $S_R/B(\lambda)$ que l'on peut obtenir avec le système optique du contrôle large bande. On suppose les deux sources de bruit non corrélées.

$$S_T/B(\lambda) = \frac{T_{th}(\lambda)}{\sqrt{T_{th}^2(\lambda) \cdot \sigma_{\alpha_T}^2 + \sigma_{\beta_T}^2(\lambda)}} \quad (2 - 35)$$

$$S_R/B(\lambda) = \frac{R_{th}(\lambda)}{\sqrt{R_{th}^2(\lambda) \cdot \sigma_{\alpha_R}^2 + \sigma_{\beta_R}^2(\lambda)}} \quad (2 - 36)$$

Les performances pour des facteurs de transmission et de réflexion de 1 et de 0,1 figurent sur le graphe 2-43. Sur la plage spectrale [400 ; 1000 nm], on peut atteindre des rapports signaux sur bruit supérieurs à 3000 en transmission et supérieurs à 1000 en réflexion. Evidemment, on est loin des performances obtenues pour une configuration statique (cf figure 2-8) mais dans la mesure où il s'agit d'un système dynamique, elles sont très correctes. Le porte substrat est en effet en rotation au cours du dépôt ce qui d'une part augmente le bruit de mesure en réflexion et d'autre part limite le temps d'intégration.



Les points noirs et gris représentent respectivement les niveaux des rapports signaux sur bruit en transmission et en réflexion

Figure 2-43

2.6. Conclusion

La conception d'un système optique de contrôle large bande in situ de dépôt de couches minces a été menée à bien. Elle a nécessité la prise en compte de diverses contraintes :

- La configuration du bâti (dimensions, position des hublots)
- Les réflexions parasites liées à la configuration en incidence normale
- La source plasma qui engendre des problèmes thermiques et qui constitue une source de lumière parasite.
- Les marges de tolérance au niveau grandissement et ouverture
- Le choix des lentilles, à savoir des doublets disponibles dans le commerce

Des calculs préliminaires ont été effectués par optique géométrique, afin de sélectionner le meilleur montage possible. Une étude numérique approfondie sous CODE V a ensuite permis de choisir les différentes lentilles et d'optimiser les performances du système.

Au final, le contrôle spectrophotométrique conçu permet une mesure simultanée des flux transmis et réfléchis par l'échantillon traité toutes les 1,8 secondes, via un système optique de type télécentrique. Ce dernier permet d'une part un éclairage uniforme de l'échantillon, et d'autre part une collection limitant les pertes de flux. L'émission et la détection sont respectivement assurées par une source halogène fibrée et un spectrophotomètre également fibré de type PDA à deux voies. Un traitement informatique des données est effectué afin de supprimer les réflexions parasites liées au couplage des deux voies de mesure, et la contribution du plasma. Le calibrage du système est de bonne qualité métrologique et les données fournies par le contrôle optique sont en accord avec des mesures ex-situ réalisées sur un autre appareil de mesure du commerce. La température demeure le principal facteur limitant en terme de performance. Elle engendre des dilatations à l'intérieur du bâti. Il s'ensuit une déformation du spectre pouvant être interprétée à tort par le contrôle comme un dépôt ce qui est susceptible d'en diminuer la précision.

Chapitre 3

Caractérisation *in situ* de couches minces diélectriques et métalliques

3. Caractérisation in situ de couches minces diélectriques et métalliques

3.1. Principe de recherche des paramètres d'une couche : indices et épaisseurs

La détermination des paramètres des couches, indices et épaisseurs se fait au moyen d'un algorithme d'optimisation globale. Le nombre de paramètres à optimiser varie selon les cas. Dans le cadre d'une caractérisation de couche unique d'un matériau diélectrique, si l'on choisit une loi de Cauchy pour décrire l'évolution de l'indice de réfraction $n(\lambda)$ en fonction de la longueur d'onde, quatre paramètres sont à optimiser : l'épaisseur e de la couche ainsi que les trois paramètres de Cauchy a_0 , a_1 et a_2 avec :

$$n(\lambda) = a_0 + \frac{a_1}{\lambda^2} + \frac{a_2}{\lambda^4} \quad (3 - 1)$$

Au cas où ce matériau présenterait une légère absorption, le coefficient d'extinction $k(\lambda)$ peut par exemple être décrit par une loi de la forme suivante [54] :

$$k(\lambda) = \frac{b_0}{\lambda^{b_1}} \quad (3 - 2)$$

Six paramètres sont alors à évaluer. Naturellement, plus le nombre de paramètres augmente, plus la caractérisation est délicate. Il peut exister plusieurs combinaisons donnant des résultats satisfaisants mais dont une seule correspond à la réalité. Et parfois, ce n'est même pas la meilleure des solutions trouvées. La détermination des indices à partir de couches uniques permet précisément de limiter le nombre de paramètres à optimiser. Cela suppose évidemment une bonne reproductibilité des matériaux déposés afin d'être assuré d'obtenir les mêmes indices lors de la réalisation des filtres.

Pour la caractérisation d'un matériau absorbant, la seule information du flux transmis par la couche n'est pas suffisante car trop de paramètres sont à identifier. Il est nécessaire d'utiliser également les mesures en réflexion. La qualité de l'optimisation est jugée au moyen de la relation 3-3. Cette fonction de mérite représente l'écart quadratique moyen en pourcentage entre théorie et mesures :

$$\chi = 100 \cdot \sqrt{\frac{1}{2 \cdot N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left([R(\lambda_j)_{\text{mes}} - R(\lambda_j, \gamma)_{\text{th}}]^2 + [T(\lambda_j)_{\text{mes}} - T(\lambda_j, \gamma)_{\text{th}}]^2 \right)} \quad (3 - 3)$$

N_L : Nombre de longueurs d'onde sur laquelle est effectuée l'optimisation

$R(\lambda_j)_{\text{mes}} / T(\lambda_j)_{\text{mes}}$: Mesures en réflexion et en transmission à la longueur d'onde λ_j .

$R_i(\lambda_j, \gamma)_{\text{th}} / T_i(\lambda_j, \gamma)_{\text{th}}$: Facteurs de réflexion et de transmission théoriques à la longueur d'onde λ_j calculés à partir des paramètres à optimiser.

γ : Fonction des différents paramètres à optimiser. Dans l'exemple cité précédemment nous aurions : $\gamma = f(e, a_0, a_1, a_2, b_0, b_1)$.

L'algorithme d'optimisation globale utilisé a été développé par T.Csendes [55,56,57], et adapté aux problèmes de caractérisation des couches minces. L'utilisateur fournit un domaine de restriction pour chaque paramètre à optimiser. Un certain nombre de solutions de départ (Nb_INIT) sont alors calculées aléatoirement au sein de ce domaine :

$$\begin{bmatrix} \text{Min } e \\ \text{Min } a_0 \\ \text{Min } a_1 \\ \text{Min } a_2 \\ \text{Min } b_0 \\ \text{Min } b_1 \end{bmatrix} < \begin{bmatrix} e^i \\ a_0^i \\ a_1^i \\ a_2^i \\ b_0^i \\ b_1^i \end{bmatrix} < \begin{bmatrix} \text{Max } e \\ \text{Max } a_0 \\ \text{Max } a_1 \\ \text{Max } a_2 \\ \text{Max } b_0 \\ \text{Max } b_1 \end{bmatrix} \quad \text{avec } 0 < i < \text{Nb_INIT}$$

Leurs performances sont évaluées par les fonctions de mérite χ^i calculées à partir de la relation 3-3. Parmi ces dernières, seules les meilleures sont sélectionnées pour la phase d'optimisation, constituant ainsi les solutions de départ à partir desquelles l'algorithme de recherche de minimum local de type « quasi newtonien » est exécuté. Lorsque la recherche d'un minimum local semble converger vers une solution déjà trouvée, l'algorithme est arrêté et une nouvelle solution de départ est testée. Le meilleur minimum local est défini comme le minimum global. Bien entendu, le choix du domaine de restriction est très important car plus la solution de départ est proche de la solution réelle, plus les résultats de l'optimisation sont performants.

3.2. Caractérisation d'un matériau diélectrique : l'oxyde d'hafnium

Deux dépôts de monocouches d'oxyde d'hafnium présentés dans le chapitre précédent ont permis de montrer la qualité des corrections plasma et des réflexions parasites, et de souligner les problèmes thermiques. Une étude plus approfondie de caractérisation menée dans ce paragraphe va permettre d'en déterminer les indices et épaisseurs. Les deux échantillons déjà présentés sont les suivants :

Echantillon 1 : couche 3H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 714 nm.

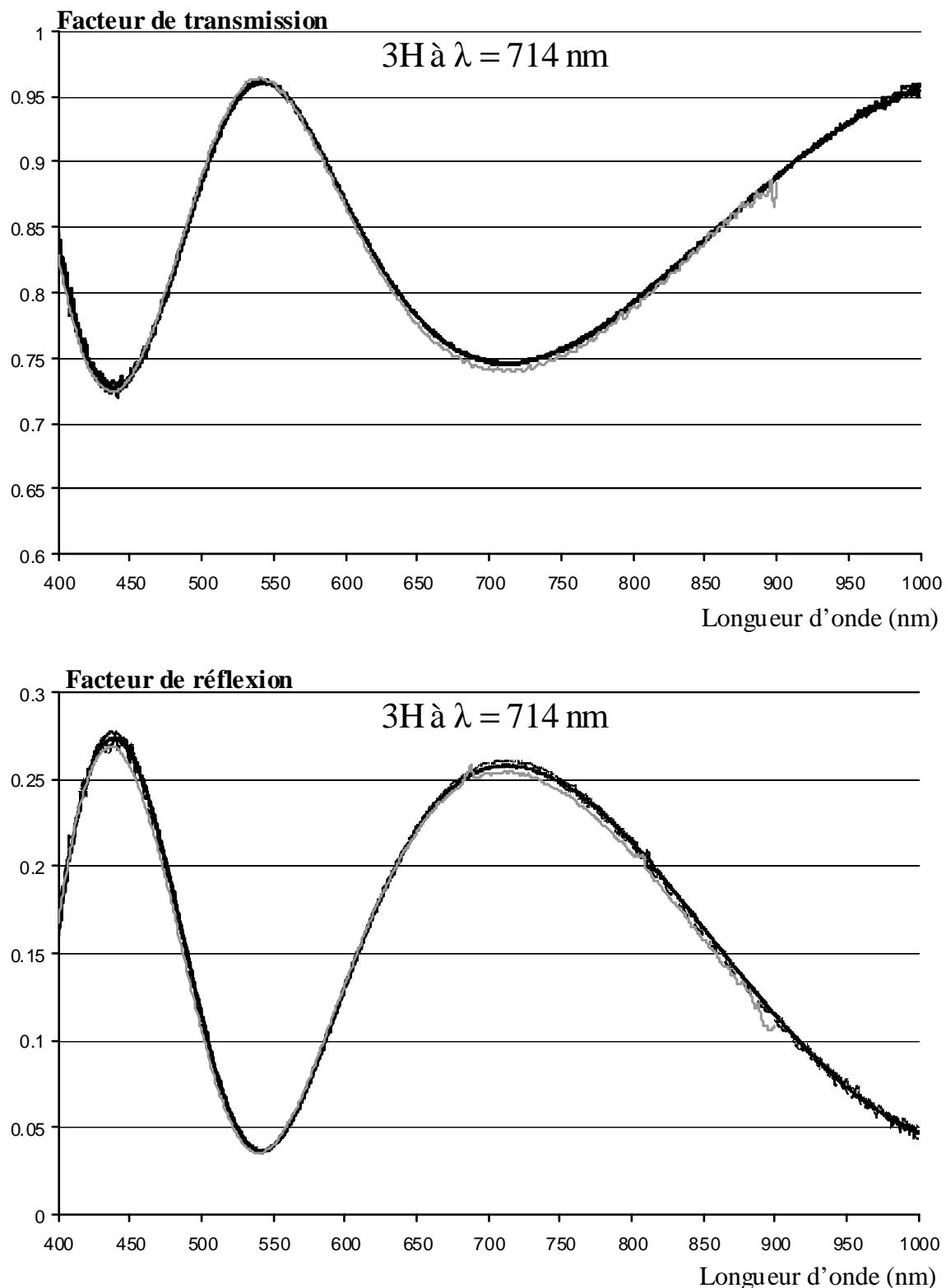
Echantillon 2 : couche 5H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 700 nm.

Deux autres couches ont été réalisées pour compléter l'analyse :

Echantillon 3 : couche 5H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 700 nm.

Echantillon 4 : couche 6H d'oxyde d'hafnium à la longueur d'onde de 700 nm.

Sur les figures suivantes, on peut voir pour les spectres à 3H ($\lambda = 714$ nm), 5H ($\lambda = 700$ nm) et 6H ($\lambda = 700$ nm) des différents échantillons :

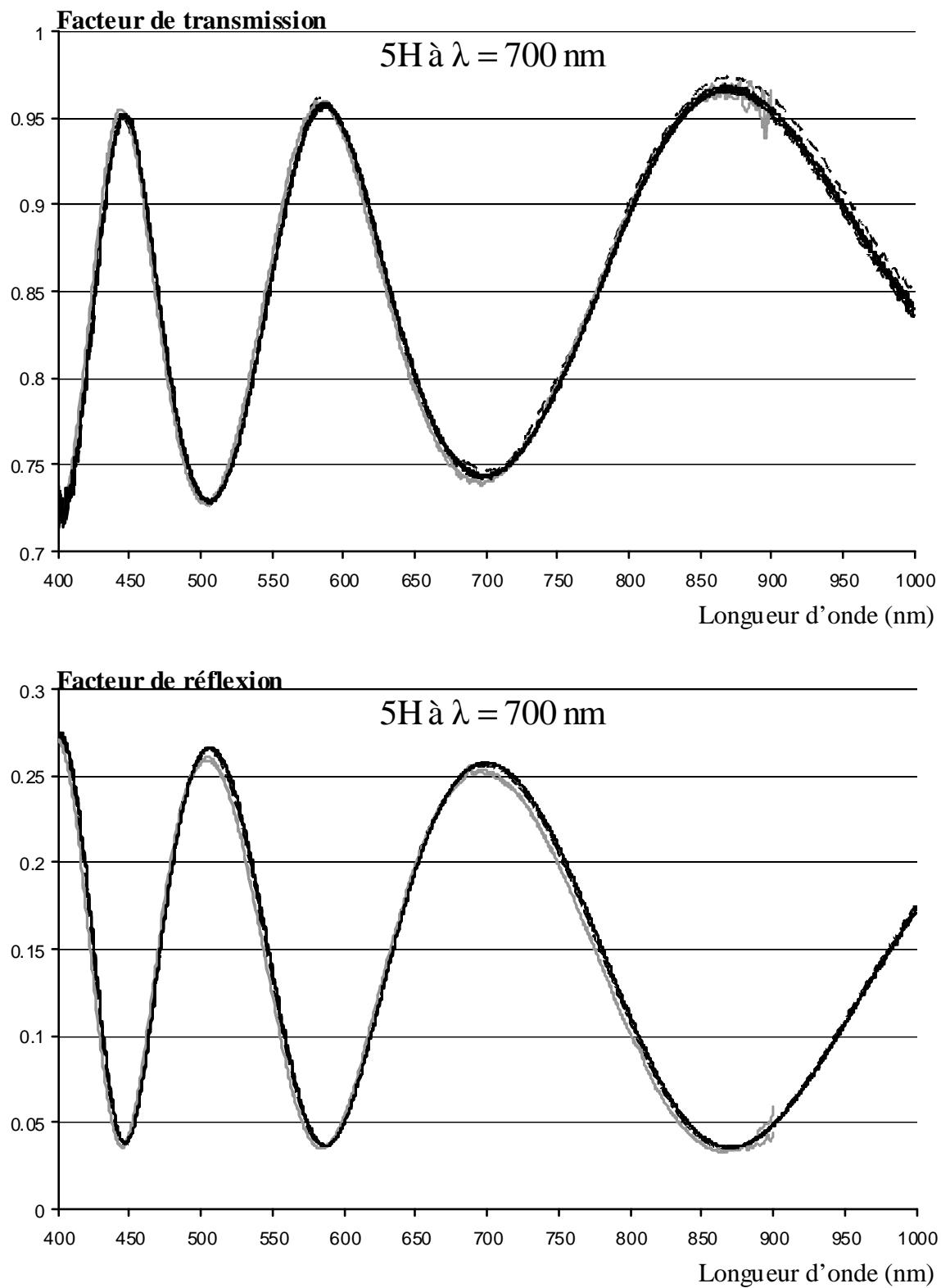


traits noirs continus : courbes représentant les mesures au contrôle large bande des 4 échantillons à température de dépôt ($T = 250^\circ\text{C}$) / sous vide / dépôt de 3H à $\lambda = 714 \text{ nm}$

traits noirs discontinus : courbes représentant les mesures au contrôle large bande de l'échantillon 1 à température ambiante / sous vide / dépôt de 3H à $\lambda = 714 \text{ nm}$

Courbes grises : estimation des mesures de l'échantillon 1 au Perkin Elmer à 0°

Figure 3-1

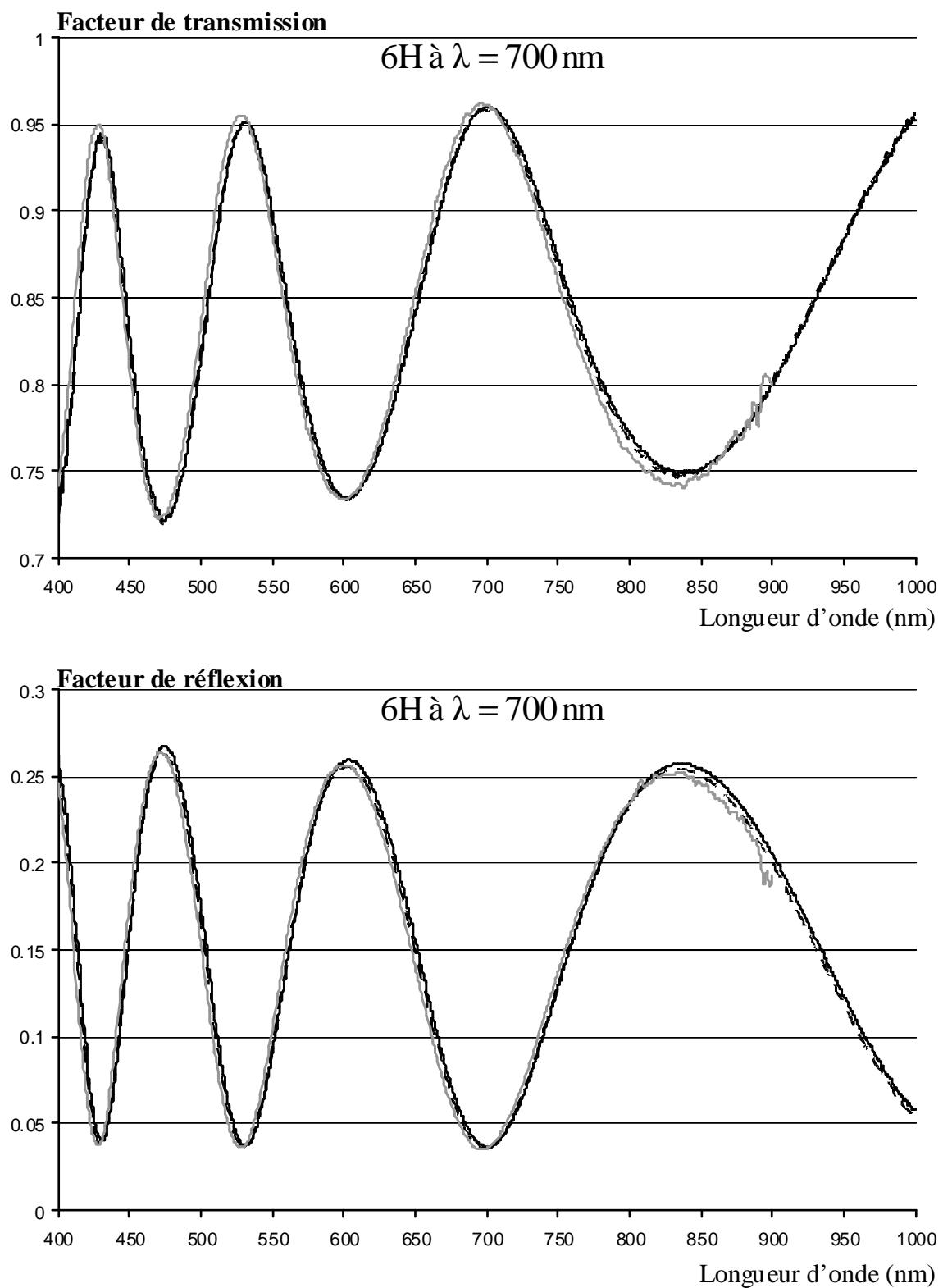


traits noirs continus : courbes représentant les mesures au contrôle large bande des échantillons 2,3 et 4 à température de dépôt ($T = 315^\circ\text{C}$) / sous vide / dépôt de 5H à $\lambda = 700 \text{ nm}$

traits noirs discontinus : courbes représentant les mesures au contrôle large bande des échantillons 2 et 3 à température ambiante / sous vide / dépôt de 5H à $\lambda = 700 \text{ nm}$

Courbes grises : estimation des mesures des l'échantillon 2 et 3 au Perkin Elmer à 0°

Figure 3-2



traits noirs continus : courbes représentant les mesures au contrôle large bande de l'échantillon 4 à température de dépôt ($T = 320^\circ\text{C}$) / sous vide / dépôt de $6H \text{ à } \lambda = 700 \text{ nm}$

traits noirs discontinu : courbes représentant les mesures au contrôle large bande de l'échantillon 4 à température ambiante / sous vide / dépôt de $6H \text{ à } \lambda = 700 \text{ nm}$

Courbes grises : estimation des mesures de l'échantillon 4 au Perkin Elmer à 0°

Figure 3-3

Sur les courbes 3-1 et 3-2, on peut remarquer encore une fois la bonne reproductibilité des mesures au contrôle large bande à la température de dépôt. Par contre, à température ambiante, ces dernières présentent des différences plus ou moins marquées. Les écarts par rapport aux mesures effectuées au Perkin Elmer s'expliquent en partie par les problèmes thermiques, reste à savoir dans quelle mesure une caractérisation in situ des couches d'oxyde d'hafnium en est affectée.

Notons que les courbes à 3H ne permettent pas de déterminer les indices avec une précision suffisante. Seulement deux pics d'interférence sont visibles ce qui n'est pas assez sélectif pour une identification efficace des paramètres. Les caractérisations sont donc réalisées à partir des couches les plus épaisses, 5H et 6H.

Précisons également que seules les mesures effectuées sous vide sont exploitées. En effet, une fois revenu à pression atmosphérique, les réglages optiques sont modifiés. Les modèles d'indice utilisés pour la caractérisation sont décrits par les relations 3-1 pour l'indice de réfraction et 3-2 pour le coefficient d'extinction. L'oxyde d'hafnium présente en effet une légère absorption (cf courbes 3-1 à 3-3). Les caractérisations des différents échantillons ont été réalisées à partir des mesures à température de dépôt et à température ambiante. Au total, 10 ont été effectuées, sept à partir des données fournies par le contrôle large bande et 3 à partir de celles fournies par le Perkin Elmer. Les résultats sont présentés dans les tableaux suivants :

	Mesures au contrôle large bande		Mesures au Perkin Elmer après dépôt P atmosphérique T ambiante
	après dépôt sous vide T # 315°C	après dépôt sous vide T ambiante	
a_0	2,0730	2,0733	2,0750
$a_1 \text{ (nm}^2\text{)}$	$1,8785 \cdot 10^4$	$1,5251 \cdot 10^4$	$1,5754 \cdot 10^4$
$a_2 \text{ (nm}^4\text{)}$	$-4,5105 \cdot 10^8$	$-5,3117 \cdot 10^7$	$-9,0783 \cdot 10^7$
$b_0 \text{ (nm}^{b_1}\text{)}$	$2,2753 \cdot 10^4$	$1,0652 \cdot 10^8$	2,0012
b_1	2,7994	4,1787	1,2349
e (nm)	414,7	415	413
χ	0,394	0,697	0,318

Caractérisation de l'échantillon 2

Couche 5H à $\lambda = 700 \text{ nm}$

Tableau 3-1

	Mesures au contrôle large bande		Mesures au Perkin Elmer après dépôt P atmosphérique T ambiante
	après dépôt sous vide T # 315°C	après dépôt sous vide T ambiante	
a_0	2,0753	2,0728	2,0701
$a_1 \text{ (nm}^2\text{)}$	$1,7824.10^4$	$1,7747.10^4$	$1,5747.10^4$
$a_2 \text{ (nm}^4\text{)}$	$-2,6878.10^8$	$-2,8161.10^8$	$-7,1121.10^7$
$b_0 \text{ (nm}^{b_1}\text{)}$	$3,5908.10^3$	$3,5312.10^2$	$5,2001.10^{-2}$
b_1	2,4550	2,0438	$6,8445.10^{-1}$
e (nm)	414,2	414,1	414
χ	0,320	0,236	0,350

Caractérisation de l'échantillon 3

Couche 5H à $\lambda = 700 \text{ nm}$

Tableau 3-2

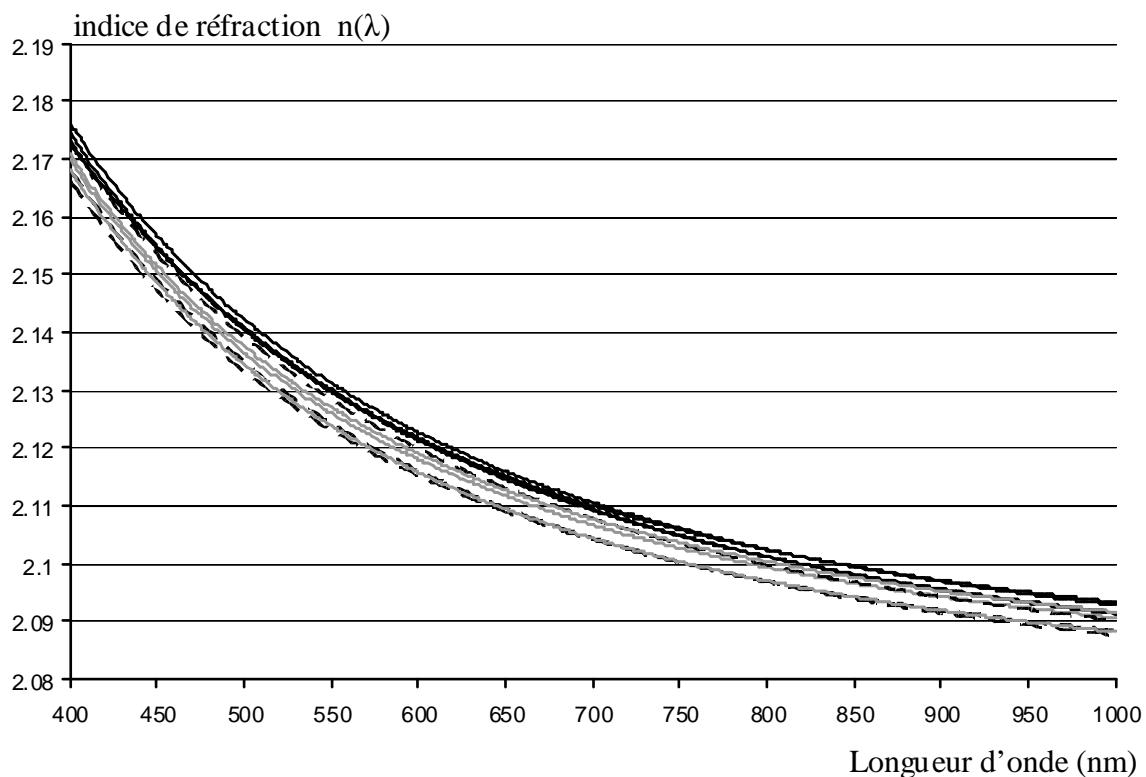
	Mesures au contrôle large bande			Mesures au Perkin Elmer après dépôt P atmosphérique T ambiante $6H (\lambda = 700 \text{ nm})$
	pendant dépôt sous vide T # 315°C 5H ($\lambda = 700 \text{ nm}$)	après dépôt sous vide T # 320°C 6H ($\lambda = 700 \text{ nm}$)	après dépôt Sous vide T ambiante $6H (\lambda = 700 \text{ nm})$	
a_0	2,0739	2,0770	2,0712	2,0760
$a_1 \text{ (nm}^2\text{)}$	$1,8054.10^4$	$1,6471.10^4$	$1,6704.10^4$	$1,5750.10^4$
$a_2 \text{ (nm}^4\text{)}$	$-3,4792.10^8$	$-1,3910.10^8$	$-1,8540.10^8$	$-9,0777.10^7$
$b_0 \text{ (nm}^{b_1}\text{)}$	$1,0328.10^7$	$1,7725.10^4$	$9,5802.10^2$	1,6001
b_1	3,7866	2,7031	2,1805	1,2353
e (nm)	414,5	497,8	498,2	495,5
χ	0,418	0,421	0,314	0,316

Caractérisation de l'échantillon 4

Tableau 3-3

En ce qui concerne les indices, seule la valeur du coefficient a_0 est significative et peut être comparée entre les différents échantillons. Les autres coefficients a_1 , a_2 d'une part et b_0 , b_1 d'autre part pouvant se compenser mutuellement, des résultats très différents ne traduisent pas obligatoirement des écarts importants au niveau de l'indice de réfraction ou du coefficient d'extinction.

Globalement, la caractérisation in situ du matériau est correcte, l'accord entre théorie et mesure n'est pas toujours parfait ce qui se traduit par des valeurs de fonction de mérite plus ou moins bonne. En revanche, les différentes valeurs du coefficient a_0 déterminées à partir des mesures du Perkin Elmer ou du contrôle large bande sont assez proches. Les écarts se limitent à quelques millièmes. La figure suivante présente les différents profils de réfraction calculés à partir des résultats de la caractérisation :



traits noirs continus : profils d'indice déterminés à partir des mesures au contrôle large bande
à la température de dépôt, sous vide (4 courbes)

traits noirs discontinus : profils d'indice déterminés à partir des mesures au contrôle large bande
à température ambiante, sous vide (3 courbes)

Courbes grises : profils d'indice déterminés à partir des mesures au Perkin Elmer (3 courbes)

Figure 3-4

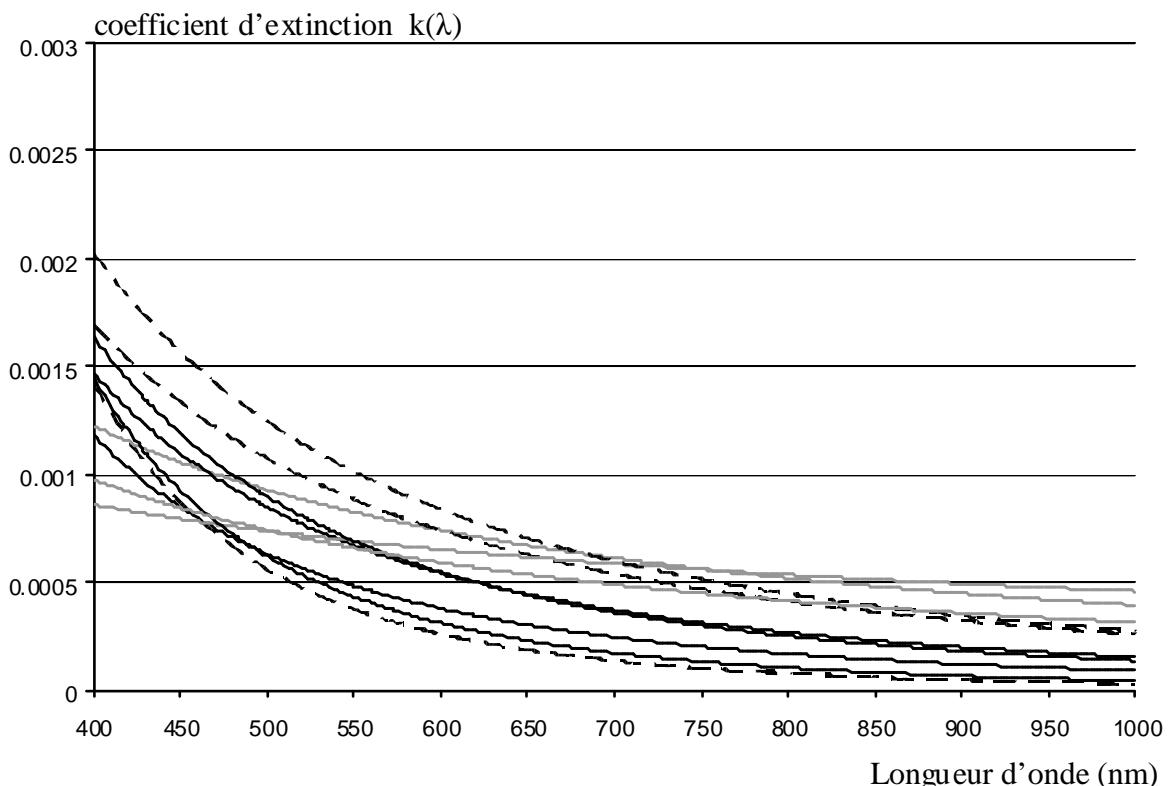
Longueur d'onde λ_0	Indice de réfraction minimal : $n(\lambda_0)_{\min}$	Indice de réfraction maximal $n(\lambda_0)_{\max}$	Indice de réfraction moyen $n(\lambda_0)_{\text{moyen}}$
400 nm	2,1656	2,1762	2,1711
700 nm	2,1018	2,1106	2,1072
1000 nm	2,0857	2,0934	2,0904

Valeurs d'indice de réfraction à quelques longueurs d'onde

Tableau 3-4

Les courbes d'indice $n(\lambda)$ de la figure 3-4 étant très proches les unes des autres, il est clair que le matériau déposé pour les échantillons 2,3 et 4 est le même. On ne peut pas attribuer les légers écarts à des indices différents, ils ne sont liés qu'à des problèmes de mesure et d'optimisation. La caractérisation de l'indice $n(\lambda)$ semble donc tout à fait correcte.

La figure suivante présente les résultats concernant le coefficient d'extinction k :



traits noirs continus : profils des coefficients d'extinction déterminés à partir des mesures au contrôle large bande à la température de dépôt, sous vide (4 courbes)

traits noirs discontinus : profils des coefficients d'extinction déterminés à partir des mesures au contrôle large bande à température ambiante, sous vide (3 courbes)

Courbes grises : profils des coefficients d'extinction déterminés à partir des mesures au Perkin Elmer (3 courbes)

Figure 3-5

Les profils sont assez différents en ce qui concerne la caractérisation de l'absorption. Les courbes de dispersion issues des mesures au Perkin Elmer et au contrôle large bande n'ont pas la même allure. La raison principale vient probablement du fait que l'absorption influe plus sur les mesures en transmission que sur les mesures en réflexion. Ainsi, contrairement à l'indice de réfraction, la détermination du coefficient d'extinction dépend essentiellement des seules mesures du flux transmis. Si ces dernières sont mauvaises, par exemple à cause des problèmes thermiques déjà évoqués, alors les erreurs d'optimisation ne pourront pas être minimisées par d'éventuelles mesures de flux reflétris de meilleures qualités. Dans le cas présent, l'absorption est très faible, $k(\lambda)$ est inférieur à 0,0005 pour certaines longueurs d'onde. On atteint les limites de cette méthode de caractérisation optique et l'incertitude sur ce paramètre est donc assez grande.

La valeur moyenne du paramètre a_0 déterminée à partir des 10 caractérisations est 2,0738. Ce sont les mesures de l'échantillon 4 à 5H qui s'en rapprochent le plus. Nous avons donc choisi les lois d'indice calculées à partir des mesures de cet échantillon pour caractériser l'oxyde d'hafnium :

$$n_{\text{HfO}_2}(\lambda) = 2,0739 + \frac{1,8054 \cdot 10^4}{\lambda^2} - \frac{3,4792 \cdot 10^8}{\lambda^4} \quad (3 - 4)$$

$$k_{\text{HfO}_2}(\lambda) = \frac{1,0328 \cdot 10^7}{\lambda^{3,7866}} \quad (3 - 5)$$

Une démarche similaire a été effectuée pour déterminer les indices de la silice, les résultats sont les suivants :

$$n_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 1,4686 + \frac{5,3790 \cdot 10^3}{\lambda^2} - \frac{2,3097 \cdot 10^8}{\lambda^4} \quad (3 - 6)$$

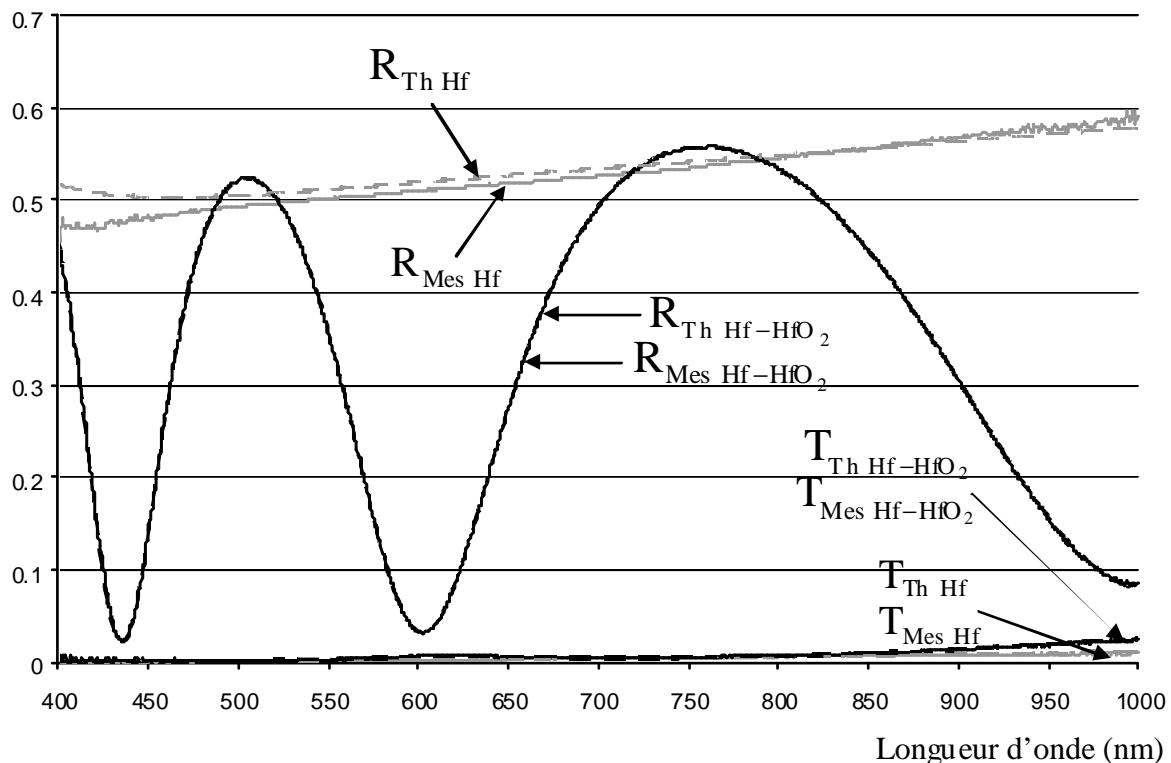
$$k_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 0 \quad (3 - 7)$$

3.3. Caractérisation de couches métalliques fines (semi-transparentes) et épaisses (opaques)

En dehors des filtres tout diélectrique, certains empilements sont constitués d'une alternance métal – diélectrique. Le fort pouvoir absorbant des métaux peut s'avérer très utile notamment pour la réalisation d'absorbeurs ou de filtres passe bande si la transmission maximale exigée n'est pas très élevée. Nous allons donc nous intéresser dans cette partie à la caractérisation de ces matériaux [58,59].

3.3.1. Caractérisation d'une couche métallique opaque d'hafnium

Dans le cadre d'une caractérisation de couche métallique, la méthode diffère de celle utilisée pour un matériau diélectrique. Il n'est pas possible d'optimiser les différents paramètres (indices de réfraction, coefficient d'extinction et épaisseur) à partir d'une simple monocouche car les informations disponibles sont insuffisantes. Les profils spectraux en réflexion comme en transmission ne présentent en effet aucun pic d'interférence, et en ce qui concerne les couches opaques, le flux transmis est même nul. Le principe consiste donc à déposer sur la couche métallique, une couche d'un matériau diélectrique connu [58,59], les mesures présentent alors des pics d'interférence et sont ainsi plus sélectives pour la phase de caractérisation. L'optimisation des paramètres du modèle choisi pour décrire le métal permet ensuite de trouver le meilleur accord possible avec les mesures de l'empilement métal - diélectrique. Les mesures *in situ* effectuées au contrôle large bande durant le dépôt sont présentées figure 3-6. Les modèles choisis concernant l'indice de réfraction $n(\lambda)$ et le coefficient d'extinction $k(\lambda)$ sont tous deux des lois de Cauchy [59].

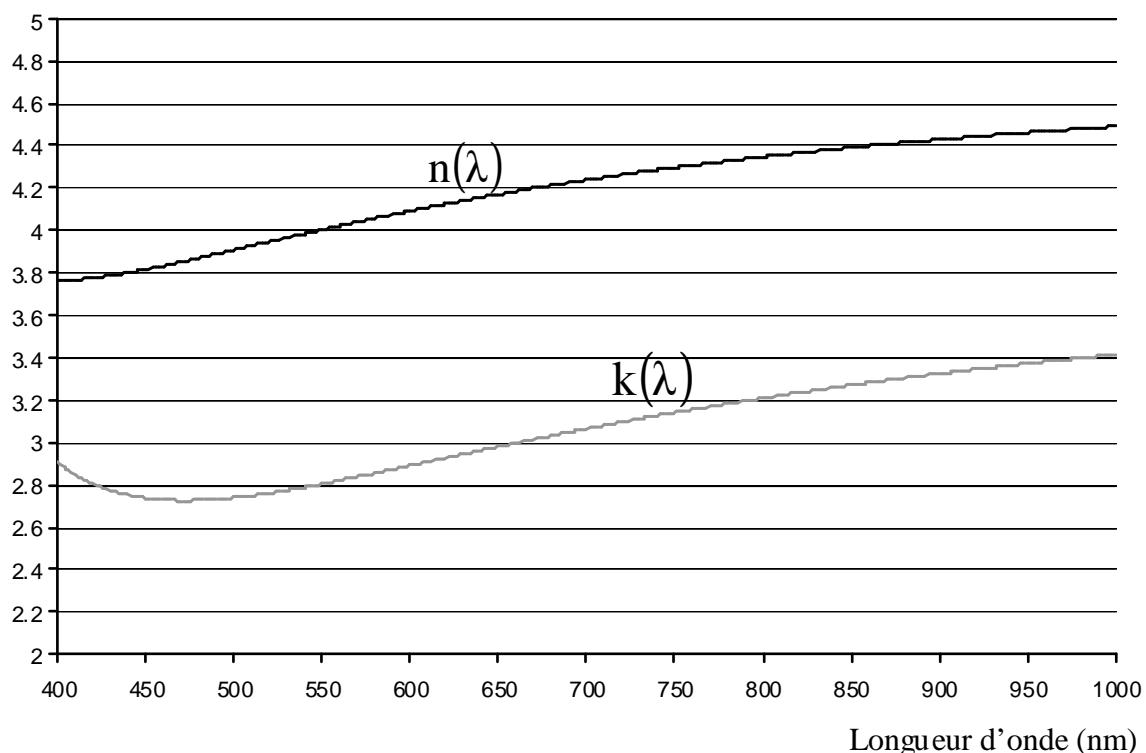


- traits gris continus : mesures après dépôt de la couche métallique opaque d'Hf
- traits gris discontinus : profils théoriques après dépôt d'une couche opaque d'Hf
- traits noirs continus : mesures après dépôt de la couche de diélectrique d' HfO_2
- traits noirs discontinus : profils théoriques après dépôt de la couche d' HfO_2

Figure 3-6

L'étape de caractérisation effectuée à partir des mesures de l'empilement Hf-HfO₂ comprend 8 paramètres à identifier, à savoir les épaisseurs du métal e_{Hf} et du diélectrique e_{HfO_2} ainsi que les 6 paramètres des lois de Cauchy décrivant l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction de l'Hafnium (les indices de l'oxyde d'hafnium sont connus : cf relation 3-4 et 3-5). Notons que cette caractérisation est beaucoup plus délicate que celle d'une monocouche de diélectrique. Dans ce dernier cas, 6 paramètres devaient être identifiés et pour cela, on disposait des mesures en réflexion et en transmission. Dans le cas présent, la mesure en transmission permet uniquement d'évaluer l'épaisseur minimale de la couche d'Hafnium. Elle n'est d'aucune utilité pour déterminer les autres paramètres.

La caractérisation *in situ* à partir des données fournies par le contrôle large bande présente un gros avantage par rapport à une caractérisation *ex-situ*. En effet, les mesures *in situ* permettent de connaître le profil spectral du filtre après le dépôt de la couche opaque d'hafnium. Ainsi, on peut vérifier la qualité de l'optimisation en comparant théorie et mesures après le dépôt de la première couche de métal. Concernant les épaisseurs, l'optimisation donne : $e_{\text{Hf}} = 81,5 \text{ nm}$ et $e_{\text{HfO}_2} = 343,1 \text{ nm}$. Les lois d'indice de l'Hafnium opaque sont tracées sur la figure 3-7 :



Profils de l'indice de réfraction (courbe noire) et du coefficient d'extinction (courbe grise)
d'une couche opaque d'Hafnium

Figure 3-7

Ces courbes correspondent aux lois de Cauchy suivantes (la longueur d'onde λ s'exprime en nanomètres) :

$$n(\lambda) = 4,7845 - \frac{3,1856 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{2,4810 \cdot 10^{10}}{\lambda^4} \quad (3-8)$$

$$k(\lambda) = 3,8656 - \frac{5,0891 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{5,6774 \cdot 10^{10}}{\lambda^4} \quad (3-9)$$

Sur la figure 3-6, on peut constater que l'accord pour la couche d'oxyde d'hafnium est très bon ($\chi = 0,254$). Il est logique qu'il le soit moins pour la couche d'hafnium ($\chi = 1,329$) car l'optimisation a été effectuée à partir des mesures du profil spectral de la seconde couche, c'est à dire après le dépôt du diélectrique.

Par ailleurs, les écarts théorie – mesures au niveau de la couche métallique s'expliquent aussi en partie par les problèmes thermiques déjà évoqués. Durant le dépôt de la couche d'hafnium opaque, la température dépasse en effet les 300°C.

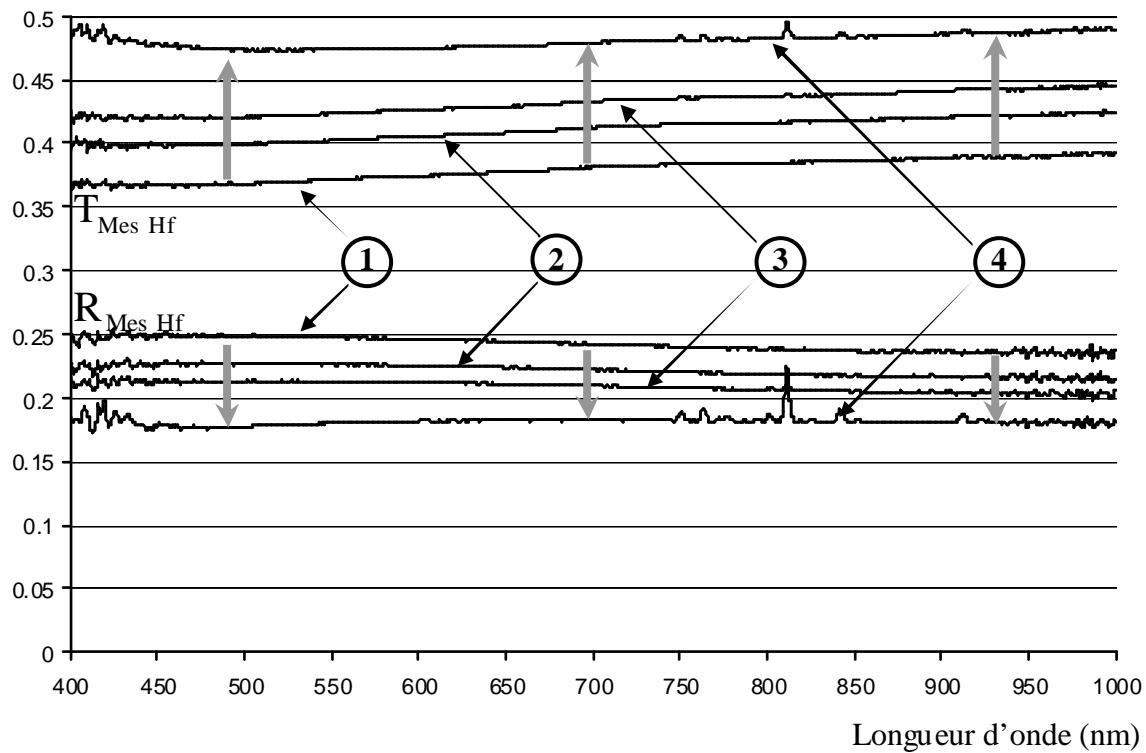
Enfin, les écarts s'expliquent également par le modèle choisi, les lois de Cauchy ne sont pas nécessairement les plus adéquates pour décrire les indices des métaux.

Notons que dans le cadre de mesures ex-situ, cette détermination d'indice est plus complexe. Dans ce cas, le seul moyen d'obtenir les profils spectraux de la couche métallique est de sortir l'échantillon du bâti pour le mesurer après le dépôt de la première couche, puis de le replacer dans la chambre d'évaporation pour le dépôt du diélectrique. Cette solution n'est bien entendu pas idéale car l'échantillon risque d'être pollué lors de cette manipulation (poussière, oxydation ...). Avant la conception du système optique dont cette thèse fait l'objet, les métaux étaient toutefois caractérisés de cette manière [58].

3.3.2. Caractérisation d'une couche métallique semi transparente d'hafnium

La caractérisation d'une couche métallique semi transparente s'effectue selon le même procédé que celle d'une couche opaque [58,59]. Toutefois, l'épaisseur déposée étant dans ce cas très faible (quelques nanomètres), les mesures en transmission ne sont pas nulles et donc exploitables.

Entre le dépôt des deux couches, des phénomènes inattendus ont été mis en évidence, ils ont été résumés sur la figure 3-8 :



Modification des profils spectraux en transmission et en réflexion après dépôt
d'une couche métallique semi transparente d'Hf

Figure 3-8

Les courbes 1 montrent les profils spectraux en transmission et en réflexion mesurés in situ après dépôt de la fine couche métallique d'hafnium. Ce dernier est très rapide, quelques secondes suffisent en effet pour atteindre les niveaux mesurés en raison de la forte absorption de l'Hafnium. La température après dépôt est faible, seulement 80°C. Dans ce cas, les phénomènes qui vont être décrits ne peuvent donc pas être reliés à des problèmes de dilatation des éléments mécaniques situés dans le bâti.

Une fois l'Hafnium déposé, on effectue une entrée d'oxygène dans l'enceinte. Ce gaz permettra d'obtenir l'oxyde d'hafnium nécessaire pour le dépôt de la seconde couche. Les spectres mesurés (transmission et réflexion) se trouvent alors translatés de quelques pourcents (cf courbes 2), de manière très rapide, en 4 ou 5 secondes. La fine couche d'hafnium est oxydée en surface. Ce phénomène n'avait pas été mis en évidence lors du dépôt de la couche opaque car celle-ci était beaucoup plus épaisse (environ 80 nm), l'oxydation avait donc peu d'influence sur les flux transmis et réfléchis par la couche.

Ensuite, les profils spectraux continuent d'évoluer mais de manière plus lente. Les courbes 3 ont été mesurées environ 50 secondes après l'entrée d'oxygène. Durant ce laps de temps, la température baisse d'une dizaine de degrés. L'évolution des mesures est peut être liée dans ce cas à un effet thermique, ou éventuellement à l'oxydation qui se poursuit mais de manière plus lente.

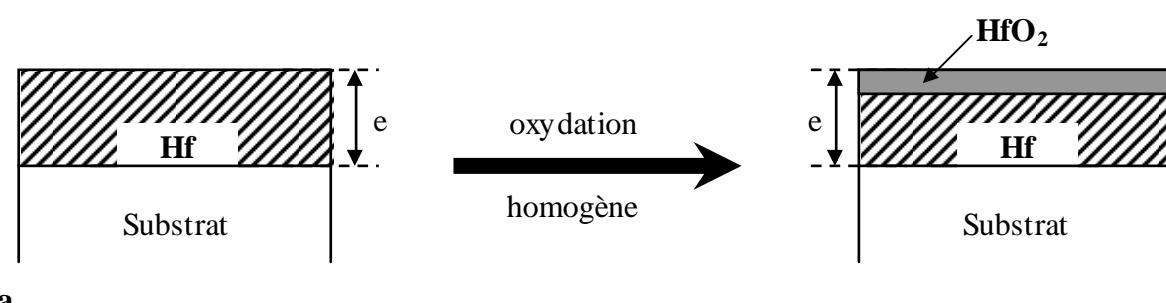
Environ 50 secondes après l'entrée de l'oxygène, le plasma est enclenché pour effectuer le dépôt de la seconde couche. Cette fois encore, une brusque variation des facteurs de transmission et de réflexion est constatée (cf courbes 4). Cette nouvelle translation des mesures ne peut s'expliquer par un dépôt d'oxyde d'hafnium car elle est beaucoup trop rapide (5 ou 6 secondes). Il est possible que le déclenchement du plasma et la brusque augmentation de température qui s'ensuit provoquent une accélération de la phase d'oxydation de la couche semi transparente d'hafnium. Notons que les courbes 4 sont des courbes correspondant à des signaux en présence de plasma, on peut d'ailleurs voir les pics caractéristiques des raies. En début de dépôt, ce dernier est très instable, et il est donc difficile à corriger. De ce fait, aucune correction du plasma n'a été effectuée ce qui introduit une légère erreur de mesure.

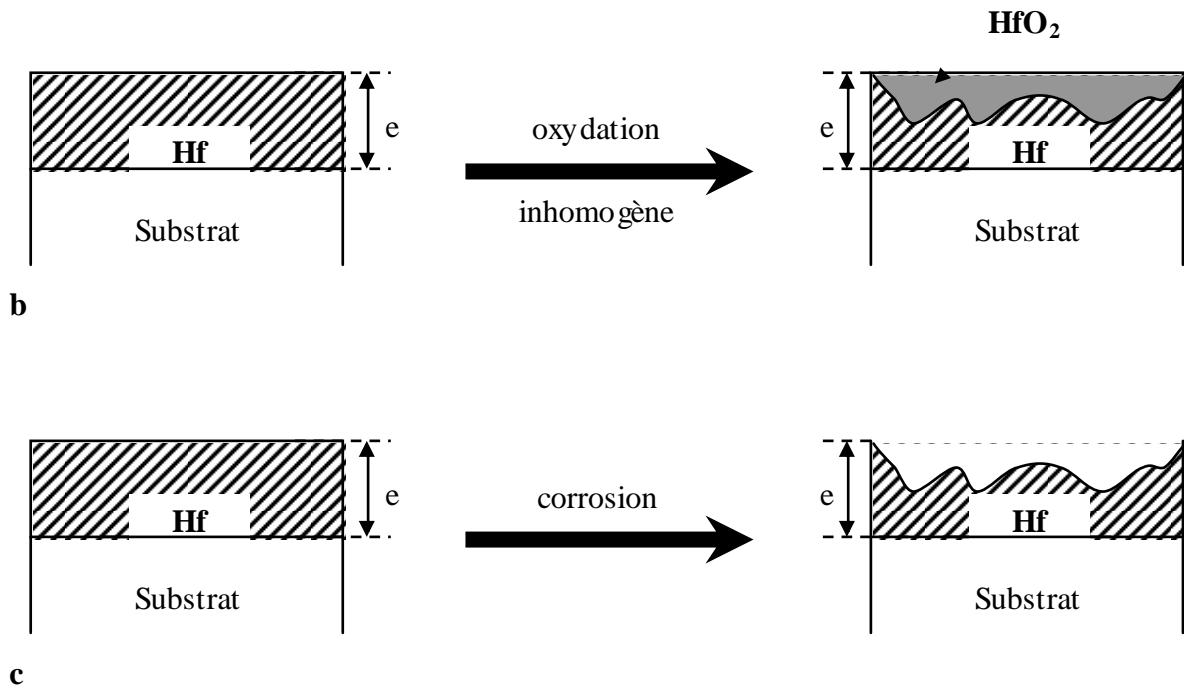
Durant la caractérisation de la couche semi transparente d'hafnium, il se produit donc des phénomènes assez complexes dans lesquels, l'oxygène, le plasma, et peut-être la température jouent un rôle. Dans notre cas, la modélisation du phénomène a été réalisée de la manière la plus simple qui soit, c'est à dire par un modèle de couche unique représentant la couche semi transparente d'hafnium après entrée de l'oxygène dans l'enceinte et après déclenchement du plasma. Cette couche est donc décrite par un indice virtuel prenant en compte l'ensemble des phénomènes évoqués. Comme pour l'étude précédente concernant la couche opaque, huit paramètres sont à optimiser : les épaisseurs des deux couches, e_{Hf} et e_{HfO_2} , ainsi que les 6 paramètres correspondant aux deux lois de Cauchy. Après optimisation, les lois d'indice trouvées sont les suivantes :

$$n(\lambda) = 3,7094 - \frac{2,6692 \cdot 10^5}{\lambda^2} - \frac{1,2311 \cdot 10^9}{\lambda^4} \quad (3 - 10)$$

$$k(\lambda) = 3,3459 - \frac{5,3224 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{6,0455 \cdot 10^{10}}{\lambda^4} \quad (3 - 11)$$

Une modélisation plus précise du problème serait nécessaire mais elle aurait sans doute été longue et difficile. Quelques pistes envisageables expliquant les phénomènes observés sont schématisées par les figures suivantes :





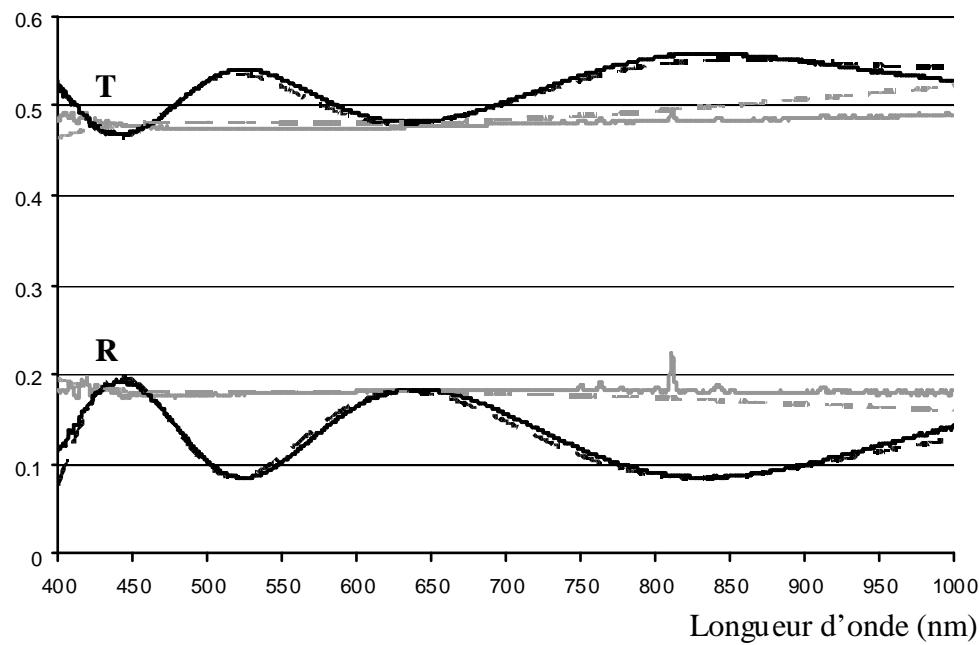
quelques pistes envisageables pour expliquer les phénomènes mesurés avant le dépôt de la seconde couche d' HfO_2 : oxydation homogène et inhomogène (a et b), corrosion (c)

Figure 3-9

Seul des analyses complémentaires, par exemple au microscope à balayage électronique, permettraient de savoir précisément ce qui se produit au niveau de la couche lors de l'entrée de l'oxygène ou du déclenchement du plasma. Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes contentés du modèle simple présenté précédemment.

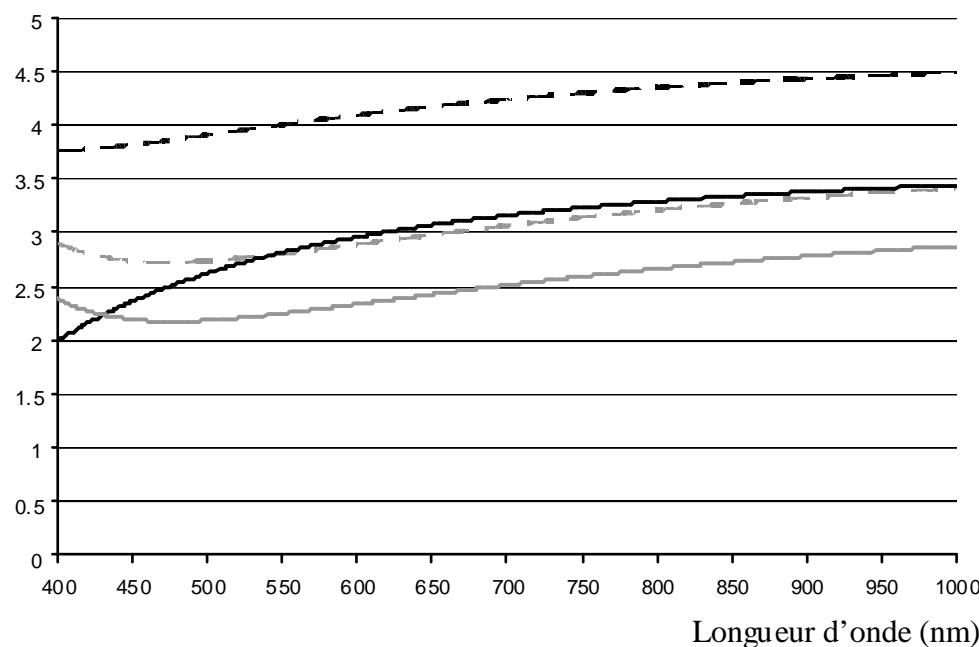
Comme pour la caractérisation de couches opaques, les mesures *in situ* fournies par le système optique du contrôle large bande constituent un avantage indéniable. Une caractérisation *ex situ* serait même dans ce cas encore plus compliquée que pour une couche opaque. En effet, en sortant l'échantillon du bâti pour effectuer une mesure après dépôt de la couche semi transparente d'hafnium, on ne pourrait rendre compte, lors de la caractérisation, des différents phénomènes observés.

Le bilan des mesures ainsi que les courbes théoriques correspondant aux paramètres optimisés sont présentés figure 3-10. Les épaisseurs estimées des deux couches sont les suivantes : $e_{\text{Hf}} = 7,1 \text{ nm}$ et $e_{\text{HfO}_2} = 297,5 \text{ nm}$. Naturellement, compte tenu de la complexité des phénomènes présentés précédemment et des approximations importantes utilisées pour les décrire, les accords théorie / mesures ne sont pas parfaits. En ce qui concerne celui après dépôt de la couche d'hafnium, introduction de l'oxygène, et déclenchement du plasma, on a : $\chi = 1,728$. Quant à l'accord après le dépôt de la seconde couche, il vaut : $\chi = 0,88$.



traits gris continus : mesures après enclenchement du plasma, avant le dépôt de la couche d' HfO_2
 traits gris discontinu : profils théoriques après enclenchement du plasma
 traits noirs continus : mesures après dépôt de la couche de diélectrique d' HfO_2
 traits noirs discontinu : profils théoriques après dépôt de la couche d' HfO_2

Figure 3-10



Traits noirs continu et discontinu : indices de réfraction des couches métalliques semi-transparentes et opaques
 Traits gris continu et discontinu : coefficients d'extinction des couches métalliques semi-transparentes et opaques

Figure 3-11

Les profils de l'indice de réfraction (relation 3-10) et du coefficient d'extinction (relation 3-11) sont tracés figure 3-11. Les valeurs d'indice d'une couche semi transparente sont très différentes de celles d'une couche opaque. Soulignons que l'épaisseur de la couche d'hafnium semi transparente est extrêmement faible, environ 7 nm. Nul doute que pour des couches aussi fines, il y ait également des problèmes d'homogénéité.

3.4. Conclusion

En dehors de l'application première pour laquelle il a été conçu, à savoir le contrôle des couches minces optiques, le système optique du contrôle large bande peut également être utilisé dans le cadre de caractérisations *in situ*.

Concernant les matériaux diélectriques, les profils d'indice de réfraction déterminés *in situ* sont assez proches de ceux calculés à partir des données fournies *ex situ* par le Perkin Elmer. Les écarts concernant le coefficient d'extinction sont eux relativement importants et sans doute liés aux problèmes thermiques. De ce point de vue, soulignons que le matériau étudié (oxyde d'hafnium) est extrêmement contraignant car les températures atteintes sont importantes. Pour d'autres matériaux les problèmes thermiques seraient moindres voire inexistant. Par exemple, la température lors du dépôt d'une couche 5H d'oxyde de tantale (Ta_2O_5) à la longueur d'onde de 700 nm reste inférieure à 250°C alors que la même couche en oxyde d'hafnium dépasse les 310°C. Il est donc probable qu'avec d'autres matériaux moins contraignants, la précision de la caractérisation *in situ* serait nettement améliorée.

Concernant la caractérisation des couches métalliques opaques et semi transparentes, les mesures large bande *in situ* présentent un réel avantage, car elles évitent d'avoir à retirer l'échantillon du bâti après le dépôt de la première couche. Dans le cas des couches métalliques fines, elles permettent même de mettre en évidence des phénomènes d'oxydation complexes et de les prendre en compte lors de la caractérisation. Pour la couche métallique opaque d'hafnium les accords théorie / mesures restent corrects compte tenu de la difficulté de l'exercice. La précision est comme toujours limitée par les problèmes thermiques. Pour la couche semi transparente d'hafnium, les écarts sont importants, mais il faut souligner que les phénomènes mis en évidence sont difficilement modélisables. La réalisation d'un modèle exact nécessiterait beaucoup de temps ainsi que des caractérisations complémentaires notamment au microscope électronique. Il faudrait également réaliser le dépôt de nombreuses couches d'épaisseurs variées afin d'étudier les problèmes de reproductibilité et d'homogénéité. Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes contentés d'une modélisation simple en décrivant la fine couche d'hafnium et son oxydation par une couche unique homogène. Dans la mesure où aucune caractérisation *ex situ* ne peut être judicieusement exploitée (oxydation à l'air), la qualité des résultats concernant les couches semi-transparentes et opaques sera appréciée dans le chapitre 5 avec la réalisation de filtres.

Chapitre 4

Critère d'arrêt optimal d'un contrôle spectrophotométrique Large Bande : Etude théorique

4. Critère d'arrêt optimal d'un contrôle spectrophotométrique Large Bande : Etude théorique

4.1. Algorithme de simulation d'un contrôle optique

4.1.1. Généralités

L'étude menée au chapitre 2 sur la modélisation du signal permet de simuler les performances d'un contrôle optique spectrophotométrique. A partir des équations 2-33 et 2-34 rappelées ci dessous, on peut générer un spectre analogue à celui mesuré lors d'un dépôt.

$$T_{\text{mes}}(\lambda) = \alpha_T \cdot T_{\text{th}}(\lambda) + \beta_T(\lambda)$$

ou

$$R_{\text{mes}}(\lambda) = \alpha_R \cdot R_{\text{th}}(\lambda) + \beta_R(\lambda)$$

$T_{\text{mes}}(\lambda)$ et $R_{\text{mes}}(\lambda)$: Facteurs de transmission et de réflexion mesurés à la longueur d'onde λ .

$T_{\text{th}}(\lambda)$ et $R_{\text{th}}(\lambda)$: Facteurs de transmission et de réflexion théoriques à la longueur d'onde λ .

α_T et α_R : Bruits multiplicatifs en transmission et en réflexion. Il suivent des lois normales de moyenne égale à l'unité et d'écart type σ_{α_T} et σ_{α_R} .

β_T et β_R : Bruits additifs en transmission et en réflexion. Il suivent des lois normales de moyenne nulle et d'écart type σ_{β_T} et σ_{β_R} .

Les paramètres (moyennes et écarts-type) utilisés pour les simulations sont indiqués dans le tableau suivant. Les données ont été déterminées expérimentalement au chapitre 2.

	moyenne (μ)	écart-type (σ)
α_T	$\mu_{\alpha_T} = 1$	$\sigma_{\alpha_T} = 0,0003$ Valeur moyenne du graphe 2-40
α_R	$\mu_{\alpha_R} = 1$	$\sigma_{\alpha_R} = 0,0007$ Valeur moyenne du graphe 2-40
$\beta_T(\lambda)$	$\mu_{\beta_T} = 0$	$\sigma_{\beta_T(\lambda)}$ et $\sigma_{\beta_R(\lambda)}$: cf figure 2-41
$\beta_R(\lambda)$	$\mu_{\beta_R} = 0$	

Tableau 4-1

En cours de dépôt, le signal est mesuré de manière périodique, toutes les 1,8 secondes. Une phase de traitement des données permet ensuite d'évaluer si les conditions du critère d'arrêt

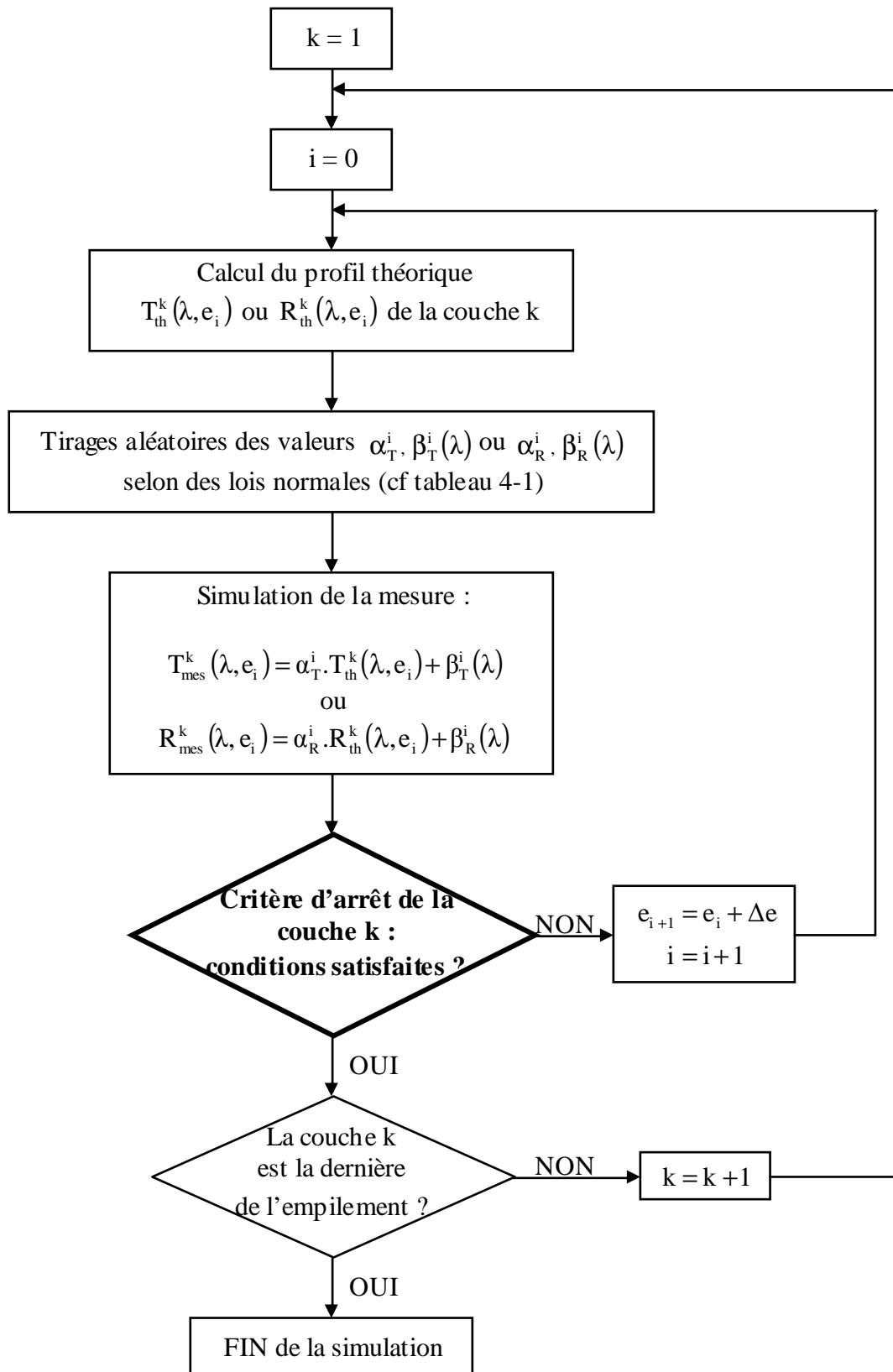
sont ou non satisfaites. La vitesse d'évaporation étant en moyenne de 0,3 nm/s, entre deux mesures on dépose donc une épaisseur $\Delta e = 0,54$ nm. Le principe des simulations d'un contrôle optique spectrophotométrique consiste à reproduire cette démarche. En supposant connus les indices des matériaux des différentes couches, pour une épaisseur e_i donnée, on calcule le profil spectral théorique correspondant, en transmission $T_{th}(\lambda, e_i)$, ou en réflexion $R_{th}(\lambda, e_i)$. Ce dernier est ensuite bruité pour simuler une mesure $T_{mes}(\lambda, e_i)$ ou $R_{mes}(\lambda, e_i)$ (cf relations 2-33 et 3-34). Après chaque mesure, selon le critère d'arrêt adopté, on vérifie si le dépôt de la couche doit être stoppé. Si c'est le cas, alors on simule le dépôt de la couche suivante, sinon on simule une nouvelle mesure à partir d'une nouvelle épaisseur $e_{i+1} = e_i + \Delta e$.

Soulignons qu'initialement, on ne choisit pas $e_0 = 0$ nm. En effet, il peut arriver pour des raisons évidentes, que les conditions d'arrêt du dépôt soient remplies bien avant l'épaisseur prévue. Par exemple pour un arrêt de type DTE ou DRE, il se peut que la dérivée s'annule plusieurs fois à la longueur d'onde de contrôle avant d'atteindre l'épaisseur finale. Pour cette raison, les simulations débutent systématiquement à 80 % de la valeur finale à atteindre ($e_0 = 0,8 \cdot e_{finale}$).

Pour finir, notons qu'un certain nombre de paramètres influant sur la précision des contrôles ne sont pas pris en compte :

- Variation de la vitesse d'évaporation : dans la cadre des simulations, les vitesses d'évaporation des différents matériaux sont supposées identiques et constantes ce qui n'est en réalité pas le cas. Cependant, dans le cadre d'un contrôle large bande, cette hypothèse simplificatrice a peu d'influence.
- Problème d'étalonnage de la chaîne de mesure : la modélisation du bruit de mesure ne prend pas en compte une éventuelle erreur ou dérive systématique sur les niveaux de flux mesurés ou sur les longueurs d'onde.
- Erreur d'arrêt systématique : en pratique, à cause du délai séparant le moment où on commande l'arrêt du dépôt de celui où il est réellement arrêté, il se déroule environ une seconde. Cela peut se traduire par des couches systématiquement trop longues.
- Problèmes thermiques : comme nous l'avons déjà souligné, des problèmes de dilatation thermique surviennent en cours de dépôt. Ils engendrent une déformation du spectre mesuré diminuant ainsi la précision du contrôle.

Sur la figure 4-1 on peut voir un schéma de l'algorithme des simulations d'un contrôle spectrophotométrique.



Algorithme d'une simulation d'un contrôle couches minces spectrophotométrique

Figure 4-1

4.1.2. Algorithmes de simulation d'un Contrôle Large Bande

4.1.2.1. Arrêt sur fonction de mérite

Concernant le contrôle large bande, le premier critère d'arrêt évoqué au chapitre 1 est l'arrêt sur fonction de mérite χ_k^2 :

$$\chi_k^2 = \frac{\Omega_{k,j}}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [R_{\text{mes}}^k(\lambda_j, e_i) - R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k)]^2$$

ou

$$\chi_k^2 = \frac{\Omega_{k,j}}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [T_{\text{mes}}^k(\lambda_j, e_i) - T_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k)]^2$$

N_L : Nombre de longueurs d'onde qui composent le spectre sur lequel est effectué le contrôle.

$R_{\text{mes}}^k(\lambda_j, e_i)$ / $T_{\text{mes}}^k(\lambda_j, e_i)$: Mesures simulées des facteurs de réflexion et de transmission au cours du dépôt de la couche k , à la longueur d'onde λ_j et à l'épaisseur e_i .

$R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k)$ / $T_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k)$: Facteurs de réflexion et de transmission théoriques à la longueur d'onde λ_j que l'on doit atteindre à la fin du dépôt de la couche k à l'épaisseur théorique e_{th}^k .

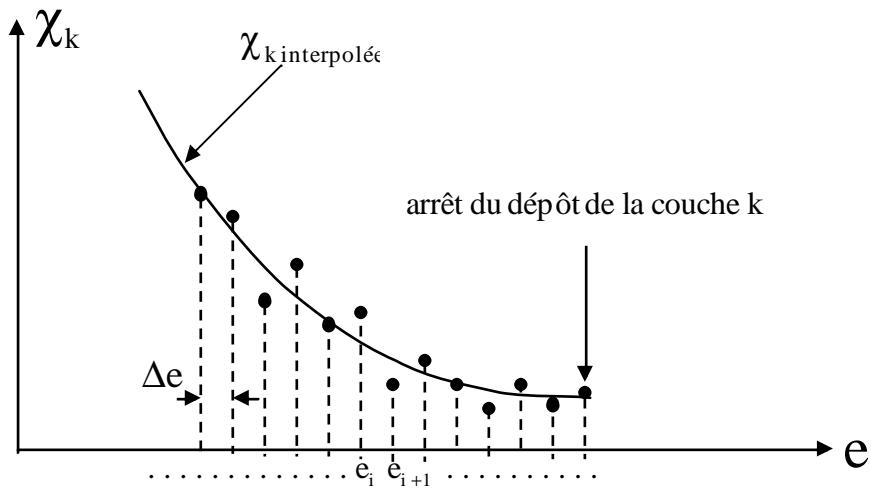
$\Omega_{k,j}$: coefficient de pondération. Dans notre cas, pour simplifier l'étude, nous prendrons

$\Omega_{k,j} = 1$ quel que soit les valeurs de k et j .

Le critère d'arrêt est basé non pas sur le minimum absolu de cette fonction de mérite, mais sur le changement de signe de sa dérivée par rapport à l'épaisseur (son annulation stricte étant impossible à obtenir). Au voisinage de l'épaisseur à atteindre, la dynamique du signal étant faible, cela peut poser des problèmes de sensibilité au bruit. Afin de diminuer son influence, on interpole les dernières mesures simulées de fonction de mérite par un polynôme d'ordre 2 comme l'illustre la figure 4-2. Le critère d'arrêt programmé est donc le suivant :

$$\frac{\partial \chi_{k \text{ interpolée}}}{\partial e} \text{ change de signe} \Leftrightarrow \text{arrêt du dépôt de la couche } k$$

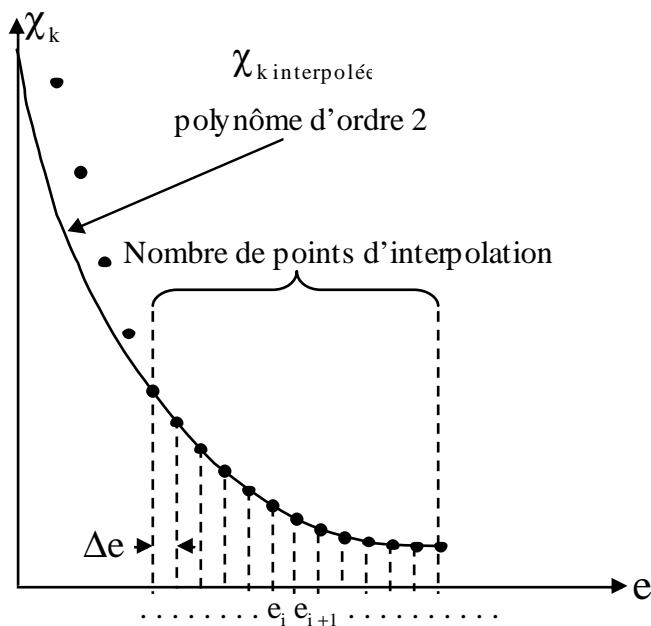
$\chi_{k \text{ interpolée}}$: fonction de mérite résultant de l'interpolation à l'ordre 2 des dernières mesures simulées.



Interpolation de la fonction de mérite

Figure 4-2

L'interpolation est basée sur les n dernières valeurs de fonction de mérite simulées. Ce nombre est évalué au préalable pour chacune des couches. Pour se faire, on détermine le nombre maximal de points dont l'ajustement par un polynôme d'ordre 2 permet d'arrêter le dépôt à la bonne épaisseur. L'évaluation du nombre de points d'interpolation optimal est effectuée à partir de données théoriques non bruitées (cf figure 4-3). En pratique, on interpole au maximum sur une vingtaine de points, ce qui correspond à une épaisseur d'une dizaine de nanomètres.



Evaluation du nombre de points d'interpolation

Figure 4-3

4.1.2.2. Arrêt sur l'épaisseur estimée

On estime l'épaisseur déposée au moyen d'une fonction de mérite analogue à celle du paragraphe précédent :

$$\chi_k^2 = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [R_{mes}^k(\lambda_j, e_i) - R_{th}^k(\lambda_j, e_{test})]^2$$

ou

$$\chi_k^2 = \frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} [T_{mes}^k(\lambda_j, e_i) - T_{th}^k(\lambda_j, e_{test})]^2$$

$R_{th}^k(\lambda_j, e_{test})$ et $T_{th}^k(\lambda_j, e_{test})$: Facteurs de réflexion et de transmission théoriques calculés à partir d'une épaisseur test e_{test} .

Dans notre cas, l'épaisseur e_{test} est le seul paramètre que l'on choisit d'optimiser afin de minimiser la fonction de mérite χ_k^2 (indices de réfraction et coefficients d'extinction sont supposés connus). Le minimum global de cette fonction indique, pour chaque mesure simulée, l'épaisseur estimée $e_{estimée}$ à laquelle elle correspond. Le critère d'arrêt programmé est le suivant :

$(e_{th}^k - e_{estimée}^k)$ devient négatif \Leftrightarrow arrêt du dépôt de la couche k

e_{th}^k : épaisseur théorique de la couche k

$e_{estimée}^k$: épaisseur estimée correspondant au profil spectral mesuré simulé de la couche k.

4.1.3. Algorithme de simulation d'un contrôle monochromatique

Le montage optique conçu permet bien entendu de réaliser des contrôles spectrophotométriques monochromatiques et la modélisation des signaux permet également d'en simuler les performances.

- La programmation d'un arrêt de type DTE ou DRE est réalisée de manière analogue à l'arrêt sur la dérivée d'une fonction de mérite d'un contrôle large bande. On calcule la dérivée du signal à partir des mesures simulées aux longueurs d'onde de contrôle et on les interpole par un polynôme d'ordre 2. Le critère d'arrêt est basé sur le changement de signe :

$\frac{\partial R_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i)}{\partial e}$ change de signe \Leftrightarrow arrêt du dépôt de la couche k

ou

$\frac{\partial T_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i)}{\partial e}$ change de signe \Leftrightarrow arrêt du dépôt de la couche k

$R_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i) / T_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i)$: Mesures simulées des facteurs de réflexion et de transmission à la longueur d'onde de contrôle λ_0^k de la couche k, à l'épaisseur e_i .

- La programmation d'un arrêt sur niveau est réalisée de manière analogue à l'arrêt sur l'épaisseur estimée d'un contrôle large bande. Le critère d'arrêt est basé sur l'écart entre la mesure et la théorie à la longueur d'onde de contrôle. Naturellement, la qualité du dépôt repose pour beaucoup sur un choix judicieux de ces dernières.

$(R_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i) - R_{th}^k(\lambda_0^k, e_{th}^k))$ change de signe \Leftrightarrow arrêt du dépôt de la couche k

ou

$(T_{mes}^k(\lambda_0^k, e_i) - T_{th}^k(\lambda_0^k, e_{th}^k))$ change de signe \Leftrightarrow arrêt du dépôt de la couche k

$R_{th}^k(\lambda_0^k, e_{th}^k) / T_{th}^k(\lambda_0^k, e_{th}^k)$: Mesures simulées des facteurs de réflexion et de transmission à la longueur d'onde de contrôle λ_0^k et à l'épaisseur finale théorique e_{th}^k de la couche k.

4.2. Algorithme de simulation d'un contrôle par microbalance à quartz

Le contrôle par microbalance à quartz a également été programmé. Dans la mesure où il s'agit du contrôle le plus répandu, il peut être intéressant d'évaluer ses performances et de les comparer aux contrôles spectrophotométriques.

Le principe de la simulation est très simple, on estime l'épaisseur déposée $e_{estimée}^k$ de chaque couche k d'épaisseur théorique e_{th}^k par un tirage aléatoire gaussien de moyenne $\mu_k = e_{th}^k$ et d'écart-type σ_{quartz} . Pour tenir compte de la non linéarité du quartz, en choisit un écart-type proportionnel à l'épaisseur. On choisit : $\sigma_{quartz} = 2\% \cdot e_{th}^k$ ce qui correspond à un très bon contrôle par microbalance à quartz. Un schéma de l'algorithme est présenté sur la figure suivante :

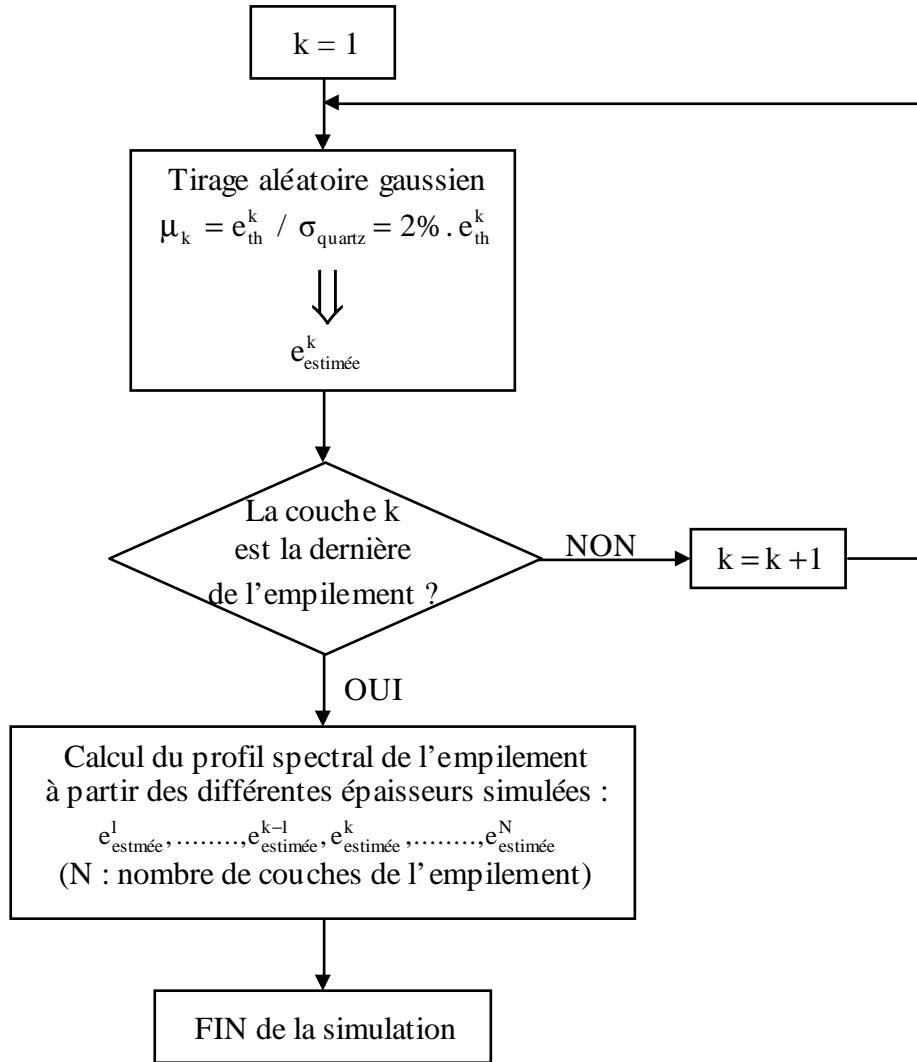


Schéma de l'algorithme d'une simulation d'un contrôle
par microbalance à quartz

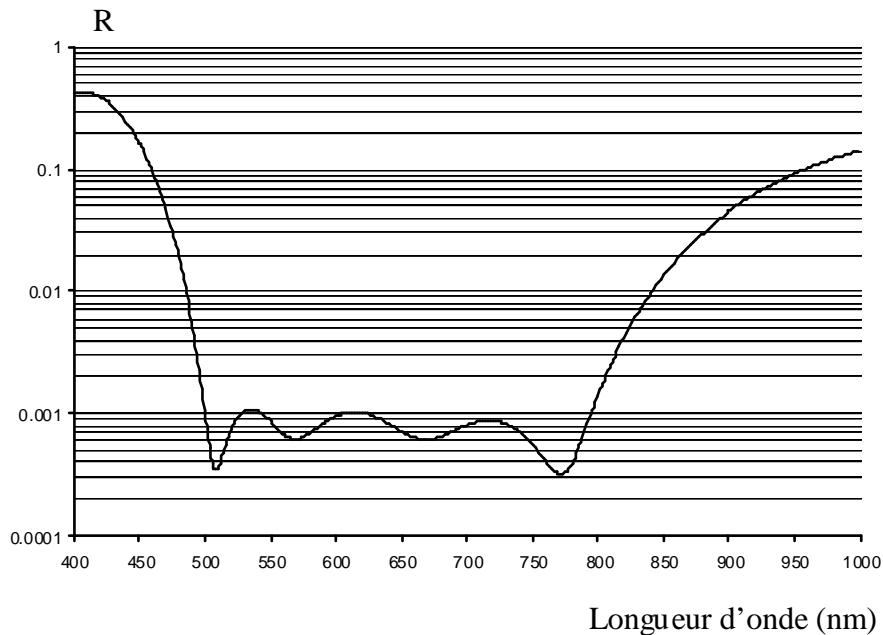
Figure 4-4

4.3. Simulations

Des simulations sur différents filtres ont été réalisées afin de pouvoir comparer dans quelques cas précis les performances du contrôle large bande par rapport aux contrôles monochromatiques et au quartz. Ces simulations permettent également d'établir le meilleur des deux critères d'arrêt programmés : l'arrêt sur la fonction de mérite ou sur l'épaisseur estimée.

4.3.1. Anti-reflet large bande

La première des simulations concerne un anti-reflet large bande sur le domaine de longueur d'onde [500 nm ; 800 nm]. Il s'agit d'un empilement de six couches non quart d'onde dont le profil spectral en réflexion est le suivant :



Profil spectral de l'anti-reflet large bande

Figure 4-5

Les écarts-type utilisés pour les différents contrôles ont été présentés dans les paragraphes précédents. Les autres paramètres (épaisseurs, indices, longueurs d'onde de contrôle λ_0 et nombre de points d'interpolation) sont répertoriés dans le tableau 4-2.

Sur le domaine spectral d'étude [400 nm ; 1000 nm], deux des six couches du filtre ne sont pas contrôlables par la méthode DTE ou DRE. Dans ce cas, on choisit la microbalance à quartz. Concernant les autres couches, plusieurs longueurs d'onde de contrôle sont possibles. Pour chacune d'entre elles, celle dont la dérivée seconde en λ_0 est la plus grande a été sélectionnée.

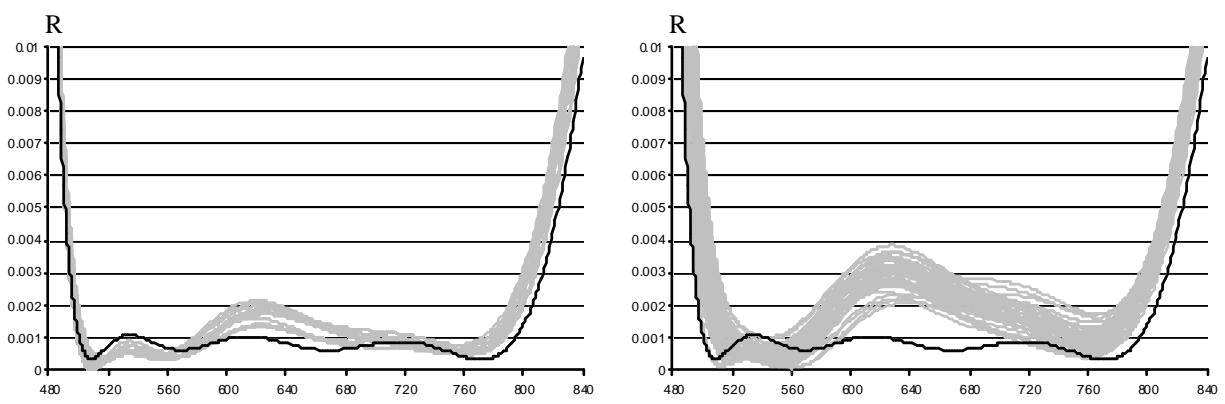
Concernant les arrêts sur niveau, les longueurs d'onde de contrôle choisies sont celles ayant les plus grandes valeurs de dérivées en fin de dépôt.

Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		Contrôle large bande	
			Arrêt DTE / DRE		Arrêt sur niveau	Arrêt sur fonction de mérite
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation
1	16,5	n_H	QUARTZ	24	400	10
2	39,9	n_B	692	24	400	8
3	162,5	n_H	793	24	400	6
4	21,1	n_B	QUARTZ	24	400	6
5	154,8	n_H	622	24	400	4
6	107,6	n_B	636	16	432	6

$$n_H = 2,35 / k_H = 0 / n_B = 1,45 / k_B = 0 / n_{SUBSTRAT} = 1,52 / k_{SUBSTRAT} = 0$$

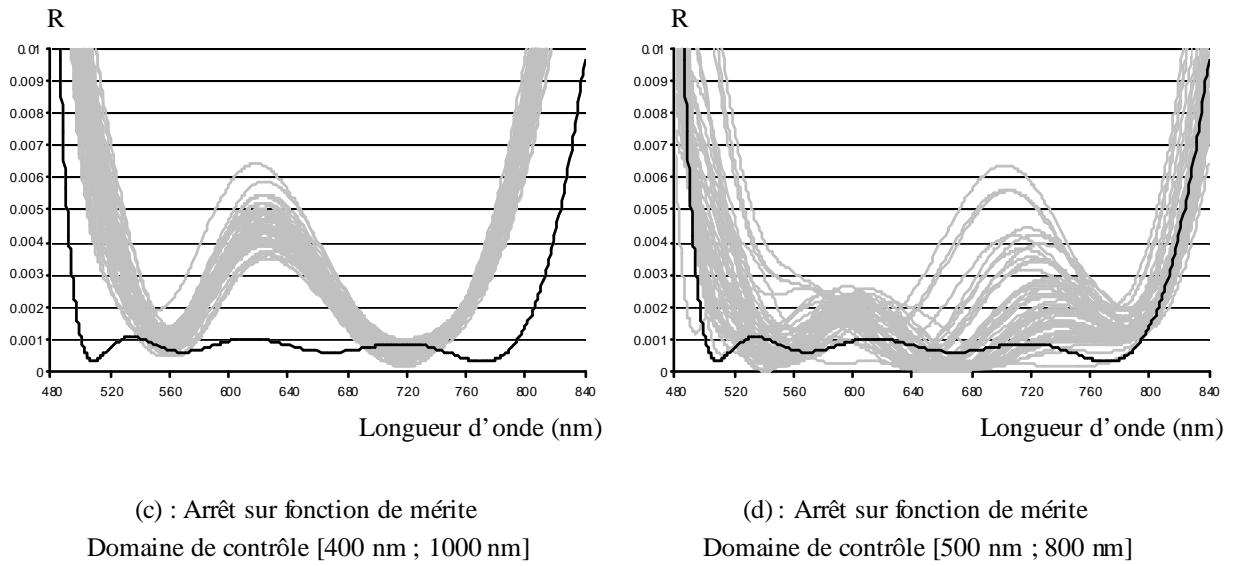
Tableau 4-2

Les résultats des simulations du dépôt de l'anti-reflet obtenus par contrôle large bande en réflexion sont présentés sur les figures suivantes. Pour chacun des deux critères d'arrêt (estimation de l'épaisseur et fonction de mérite), deux plages spectrales de contrôle ont été testées. La plus grande, [400 nm ; 1000 nm] et une plus restreinte [500 nm ; 800 nm] correspondant au domaine anti-reflet.



(a) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm]

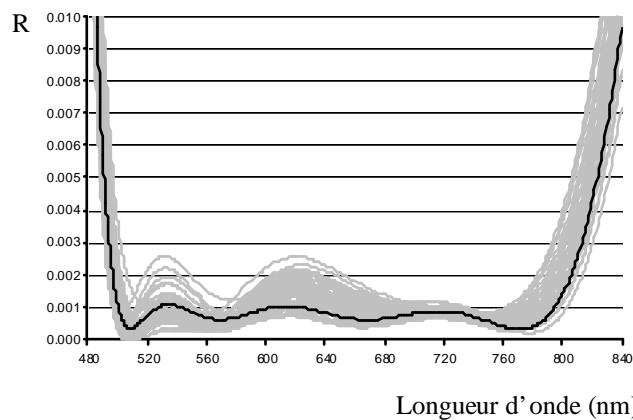
(b) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [500 nm ; 800 nm]



Simulations de dépôts contrôlés large bande sans erreur sur les indices
 Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-2)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-6

Le meilleur résultat est obtenu pour le critère d'arrêt basé sur l'épaisseur estimée avec la plus grande plage spectrale de contrôle possible [400 nm ; 1000 nm] (a). Ces simulations ont été réalisées en supposant les indices parfaitement connus (indices de réfraction et coefficient d'extinction). La figure suivante présente les résultats de simulations concernant le cas (a) en prenant en compte les éventuelles erreurs sur les indices pouvant survenir lors d'un dépôt.

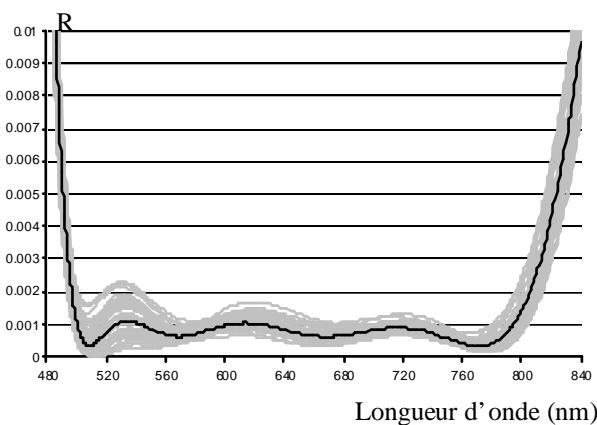


(e) : simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreur sur les indices
 Arrêt sur l'épaisseur estimée / contrôlé sur [400 nm ; 1000 nm]
 Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-2)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-7

Un tirage aléatoire gaussien est réalisé sur les valeurs des indices de réfraction n_H et n_B ($\sigma_{\text{indice}} = 0,005$) avant chaque nouvelle simulation. Par contre, pour chacune d'elles, les erreurs d'indice des différents matériaux sont les mêmes pour toutes les couches de l'empilement. Ces erreurs peuvent être liées à divers problèmes : une mauvaise caractérisation, des paramètres de dépôt (pression des gaz, tension d'anode) légèrement différents de ceux habituellement utilisés. Mais il existe de toute manière une incertitude au niveau de la caractérisation des indices (cf chapitre 3). Malgré les erreurs d'indice simulées, les résultats de la figure précédente (e) restent meilleurs que ceux présentés sur les autres figures (b) (c) (d).

Comme nous l'avons déjà signalé, les différentes acquisitions sont effectuées séquentiellement toutes les 1,8 secondes. La vitesse de dépôt étant estimée à 0,3 nm/s, entre deux mesures on dépose donc environ 0,54 nm. En conséquence, le bruit de mesure n'est pas le seul facteur influant sur la qualité du contrôle, il y a également la vitesse d'évaporation. A priori, plus celle-ci est élevée, moins le contrôle est performant. Sur la figure suivante, le contrôle large bande précédent a été simulé en divisant par 3 la vitesse de dépôt (0,1 nm/s)



simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreur sur les indices

Arrêt sur l'épaisseur estimée / contrôlé sur [400 nm ; 1000 nm]

Vitesse de dépôt : 0,1 nm/s au lieu de 0,3 nm/s

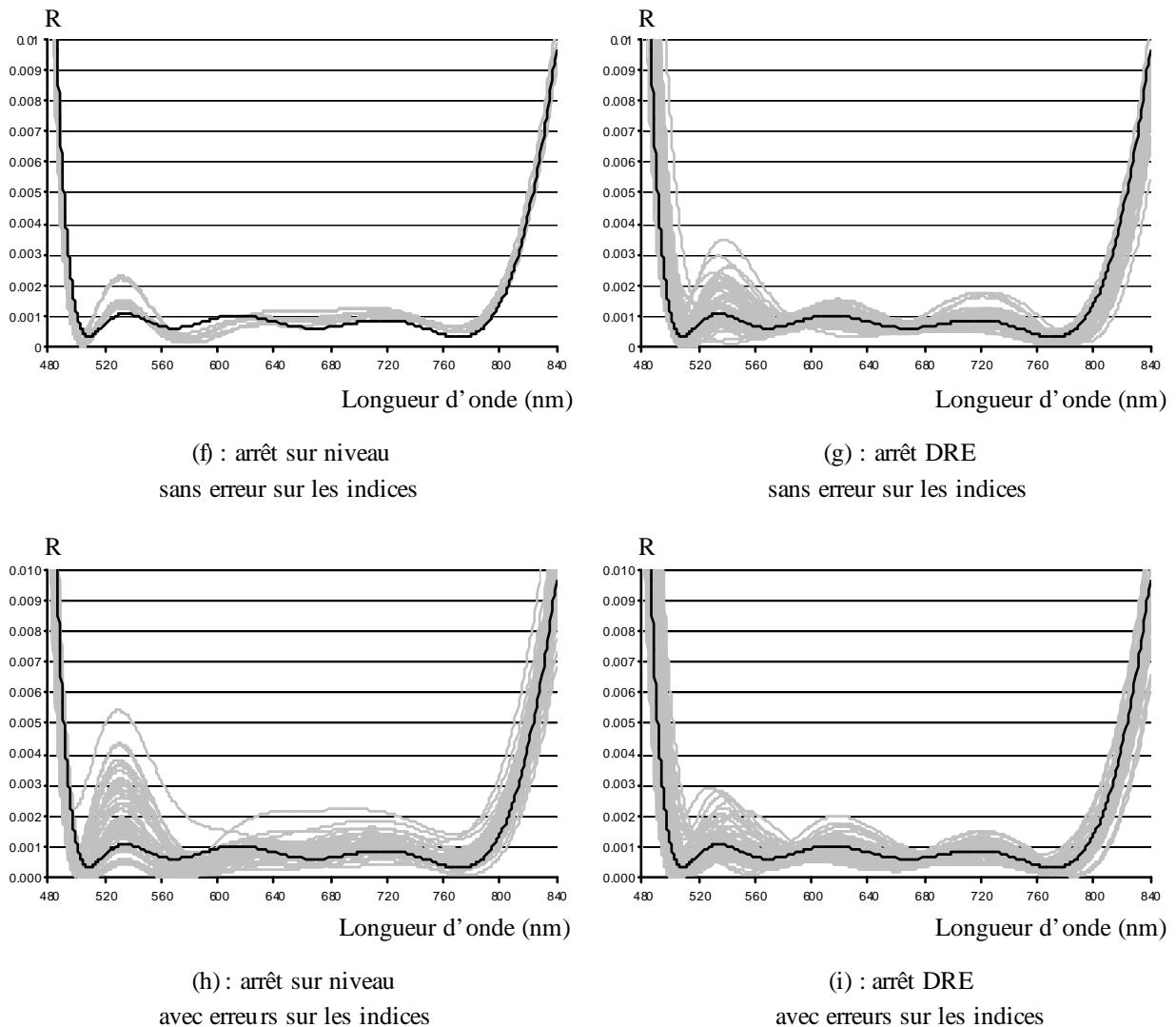
Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-2)

Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-8

L'amélioration des résultats est significative, pour autant, diminuer la vitesse de dépôt afin d'augmenter les performances du contrôle est une solution difficilement réalisable en pratique. L'évaporation des matériaux requiert une certaine puissance des canons à électrons et c'est cette dernière qui fixe la vitesse de dépôt. Dans la suite de ce manuscrit, toutes les simulations présentées seront donc effectuées avec la vitesse classique de 0,3 nm/s.

D'autres simulations portant sur des contrôles monochromatiques en réflexion (DRE / arrêt sur niveau) ont été réalisées (cf figure 4-9) :



Simulations de contrôles monochromatiques avec ou sans erreurs sur les indices

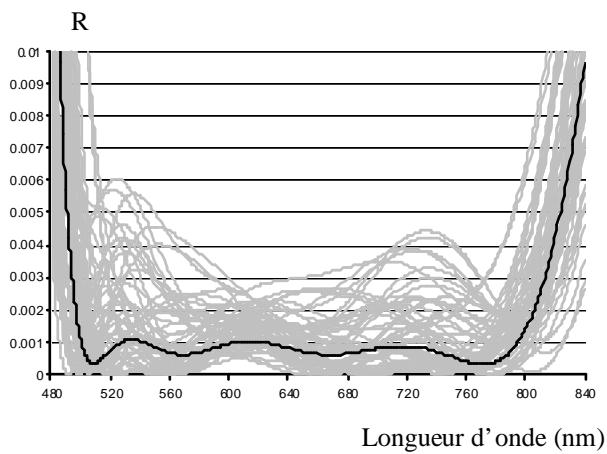
Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-2)

Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-9

L'arrêt sur niveau donne d'excellents résultats à condition d'avoir une connaissance parfaite des indices déposés. Avec des erreurs d'indice simulées, le contrôle monochromatique de type DRE est le plus performant, les résultats sont du même ordre de grandeur, voire même légèrement meilleur que les simulations au contrôle large bande, cas (e).

A titre indicatif la figure 4-10 montre les résultats concernant un contrôle au quartz. Le contrôle simulé correspond à une microbalance à quartz de qualité, mais il est loin de produire des résultats satisfaisants :

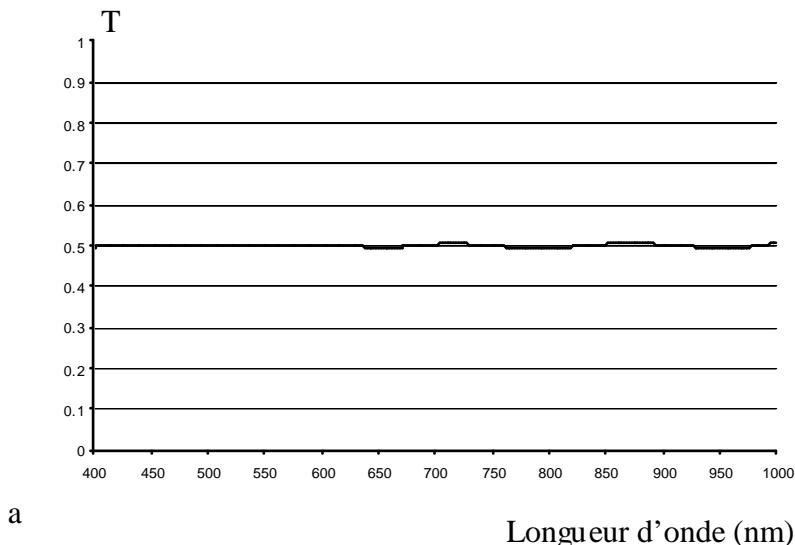


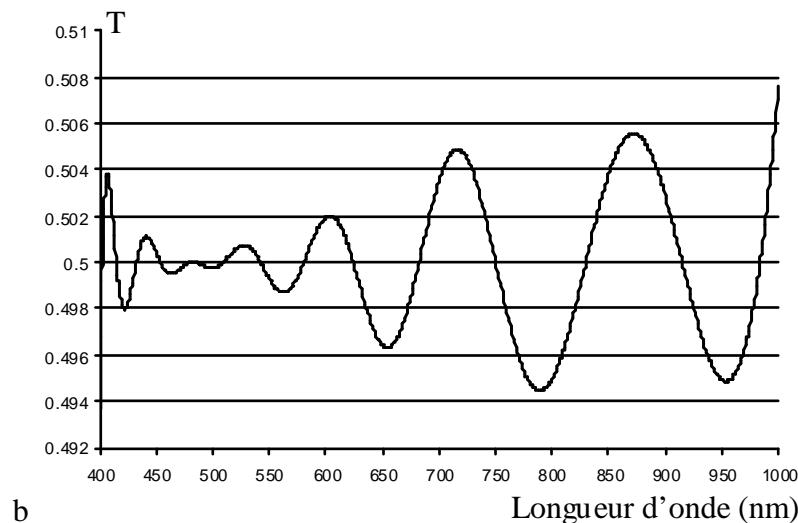
Simulations de contrôles par microbalance à quartz sans erreur sur les indices
 Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-2)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-10

4.3.2. Séparatrice large bande

La séparatrice étudiée dans ce paragraphe présente le profil spectral suivant :





Profil spectral de la séparatrice large bande (a) et (b)

Figure 4-11

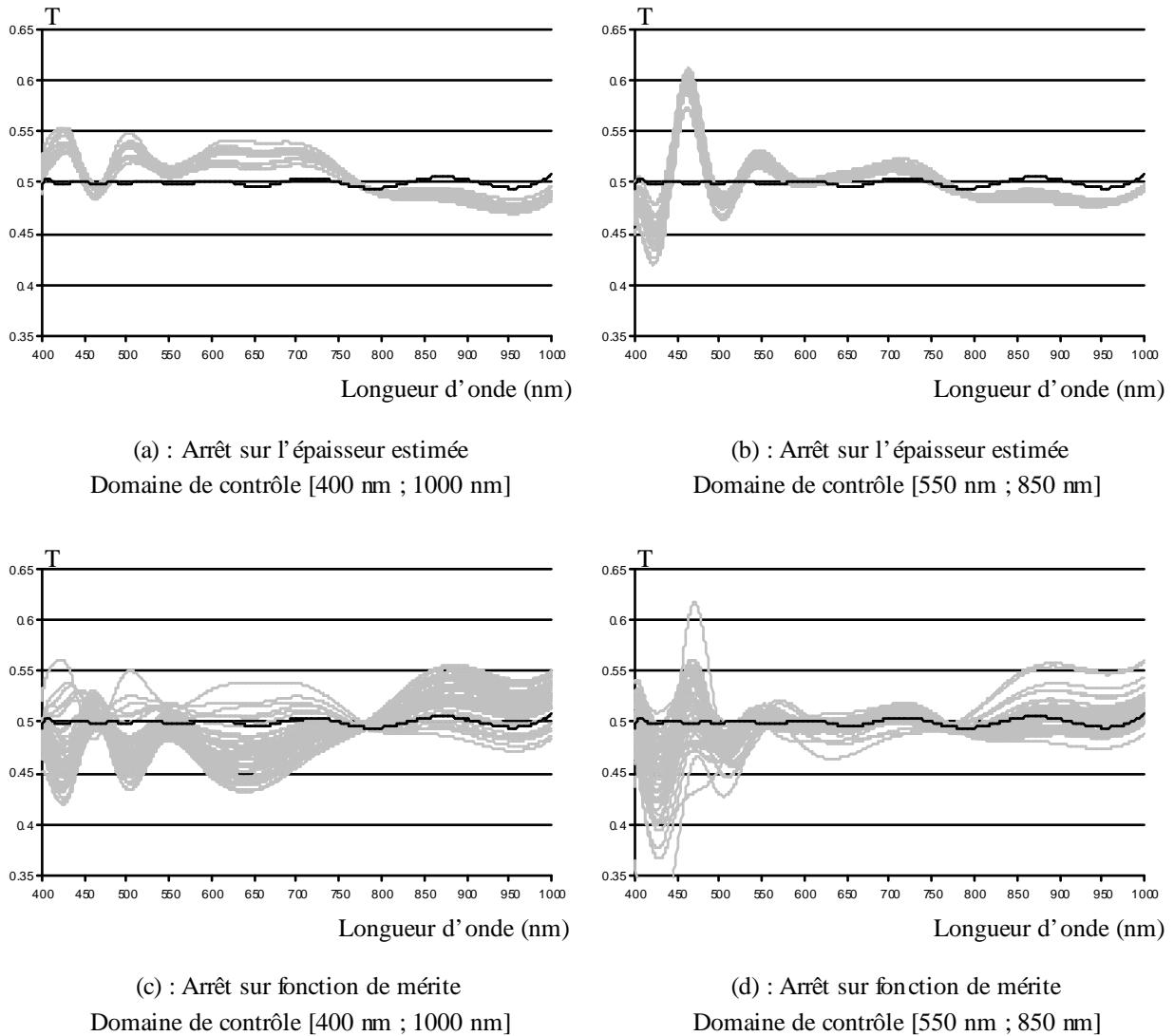
Ce filtre est un empilement non quart d'onde de 14 couches dont les différents paramètres utilisés pour les simulations sont répertoriés dans le tableau suivant :

Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		Contrôle large bande	
			Arrêt DTE / DRE		Arrêt sur niveau	Arrêt sur fonction de mérite
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation
1	13,7	n_H	QUARTZ	23	400	5
2	36,2	n_B	619	24	400	4
3	59,5	n_H	415	24	1000	4
4	20,3	n_B	975	24	400	6
5	39,0	n_H	637	22	400	8
6	48,7	n_B	QUARTZ	24	400	4
7	115,9	n_H	478	18	400	6
8	117,8	n_B	776	24	400	6
9	99,5	n_H	485	22	410	4
10	112,7	n_B	765	24	400	4
11	32,7	n_H	958	24	859	6
12	71,0	n_B	795	24	436	8
13	81,7	n_H	790	12	417	8
14	143,5	n_B	935	24	416	4

$$n_H = 2,35 / k_H = 0 / n_B = 1,45 / k_B = 0 / n_{SUBSTRAT} = 1,52 / k_{SUBSTRAT} = 0$$

Tableau 4-3

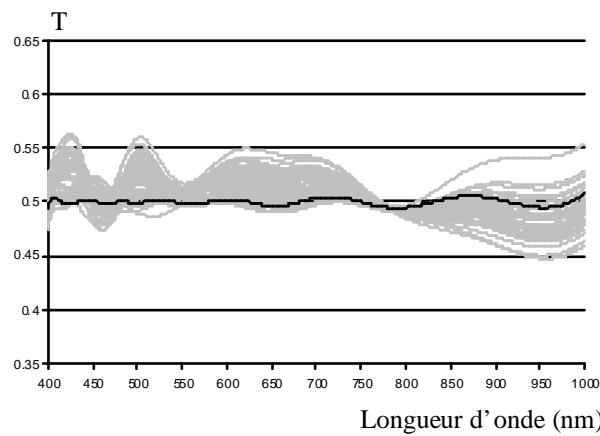
Comme pour le précédent filtre, les deux critères d'arrêt du contrôle large bande ont été testés (arrêt sur l'épaisseur estimée et sur fonction de mérite), ceci pour différentes plages spectrales de contrôle [400 nm ; 1000 nm] et [550 nm ; 850 nm]. Les résultats des contrôles en transmission sont présentés figure 4-12 :



Simulations de dépôts contrôlés large bande sans erreur sur les indices
 Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-3)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-12

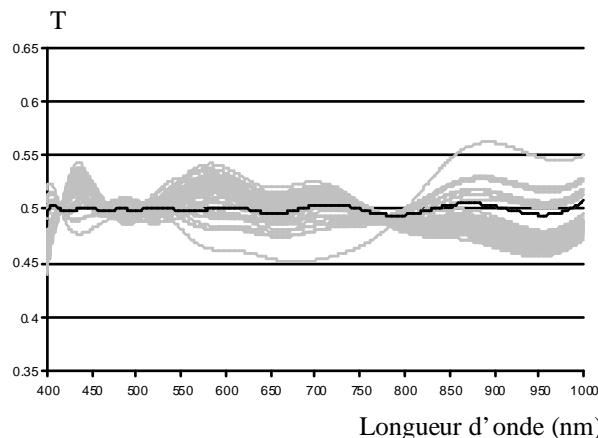
Cette fois encore, les meilleurs résultats sont obtenus pour le critère d'arrêt basé sur l'épaisseur estimée avec le plus large domaine spectral de contrôle possible (a). Même avec la prise en compte d'erreurs sur les indices (cf figure 4-13), les performances sont meilleures que pour les autres cas (b), (c) et (d).



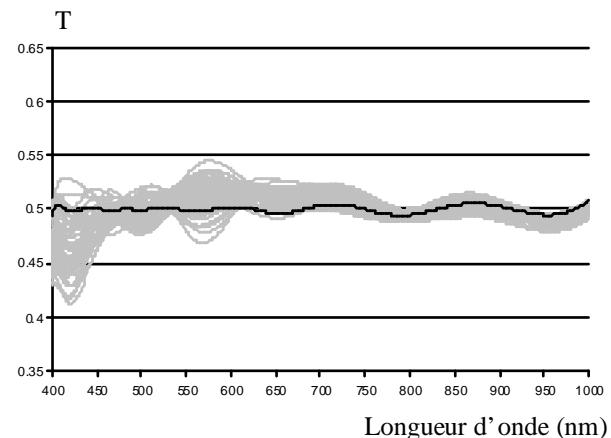
(e) : simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreurs sur les indices
 Arrêt sur l'épaisseur estimée / contrôlé sur [400 nm ; 1000 nm]
 Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-3)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-13

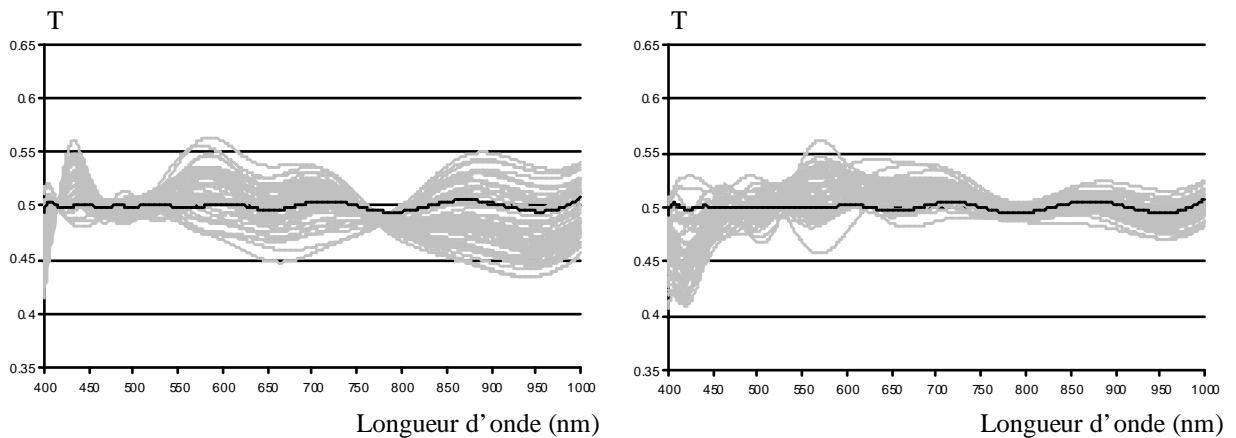
Les simulations concernant les contrôles monochromatiques en transmission sont présentées sur la figure 4-14. L'arrêt DTE, fournit des résultats légèrement meilleurs que l'arrêt sur niveau. Sur la plage spectrale [500 nm ; 1000 nm], il est même le plus performant des trois contrôles étudiés. En revanche, sur le domaine [400 nm ; 1000 nm], c'est le contrôle large bande qui s'impose, pratiquement toutes les courbes ont un facteur de transmission compris entre 0,45 et 0,55 :



(f) : arrêt sur niveau
 sans erreur sur les indices



(g) : arrêt DTE
 sans erreur sur les indices



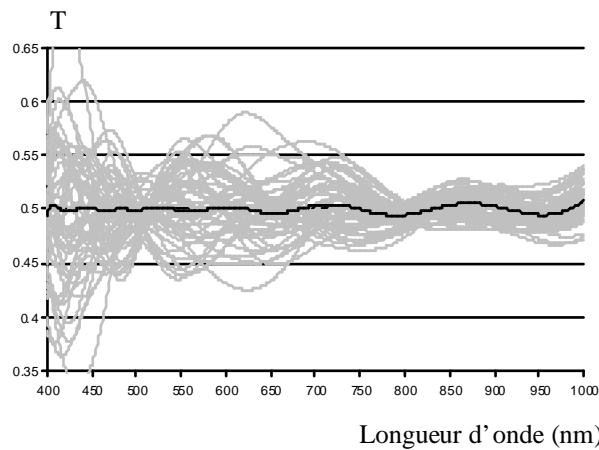
(h) : arrêt sur niveau
avec erreurs sur les indices

(i) : arrêt DTE
avec erreurs sur les indices

Simulations de contrôles monochromatiques avec ou sans erreurs sur les indices
Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-3)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-14

Les moins bons résultats sont encore obtenus avec le contrôle par microbalance à quartz :

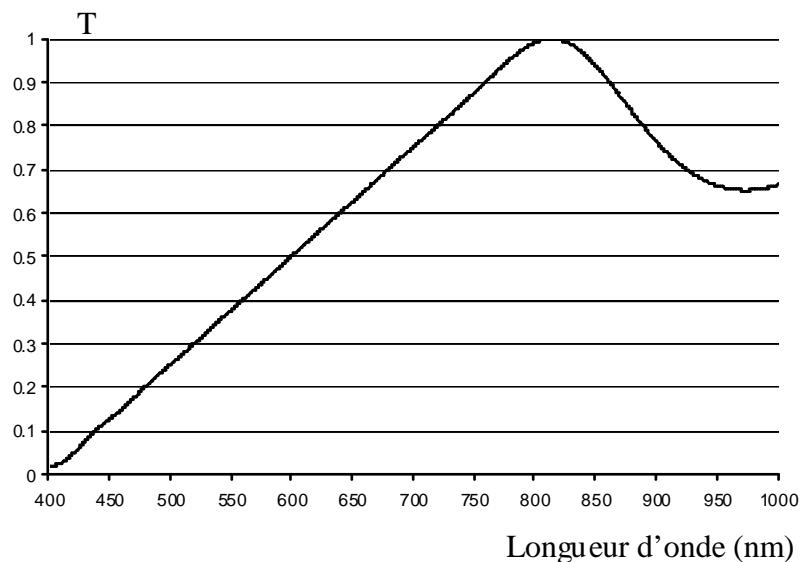


Simulations de contrôles par microbalance à quartz sans erreur sur les indices
Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-3)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-15

4.3.3. Rampe

Le troisième filtre étudié est un empilement de 19 couches non quart d'onde dont le profil spectral en transmission est une rampe entre 400 et 800 nm (cf figure 4-16) :



Profil spectral de la rampe

Figure 4-16

Les paramètres utilisés pour simuler les dépôts de ce filtre se trouvent dans le tableau suivant :

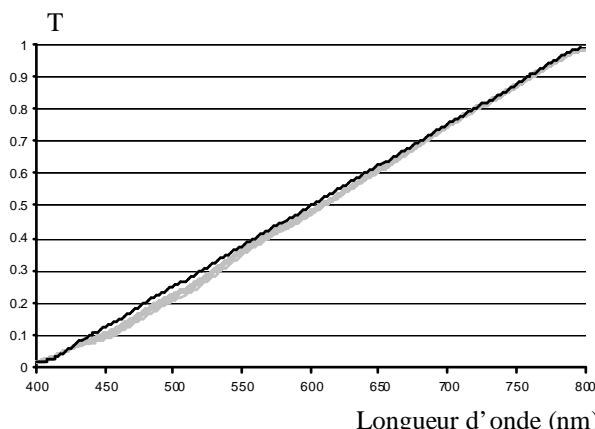
Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		Contrôle large bande	
			Arrêt DTE / DRE		Arrêt sur niveau	Arrêt sur fonction de mérite
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation		
1	13,7	n_H	QUARTZ	23	400	5
2	51,2	n_B	844	24	400	6
3	48,3	n_H	QUARTZ	24	474	4
4	33,4	n_B	QUARTZ	24	400	6
5	45,3	n_H	769	24	443	4

6	79,4	n_B	QUARTZ	24	443	4
7	29,5	n_H	QUARTZ	24	461	8
8	62,0	n_B	780	24	419	6
9	51,1	n_H	400	24	477	8
10	73,5	n_B	409	18	461	6
11	31,5	n_H	879	10	482	6
12	73,9	n_B	754	24	464	6
13	53,6	n_H	430	24	514	6
14	88,1	n_B	457	22	508	4
15	51,4	n_H	466	24	837	6
16	58,9	n_B	423	16	515	4
17	24,8	n_H	847	24	504	4
18	31,2	n_B	630	24	536	6
19	39,2	n_H	533	24	707	8

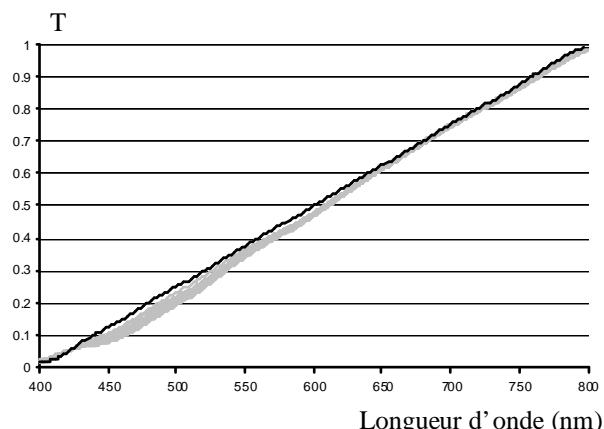
$$n_H = 2,35 / k_H = 0 / n_B = 1,45 / k_B = 0 / n_{\text{SUBSTRAT}} = 1,52 / k_{\text{SUBSTRAT}} = 0$$

Tableau 4-4

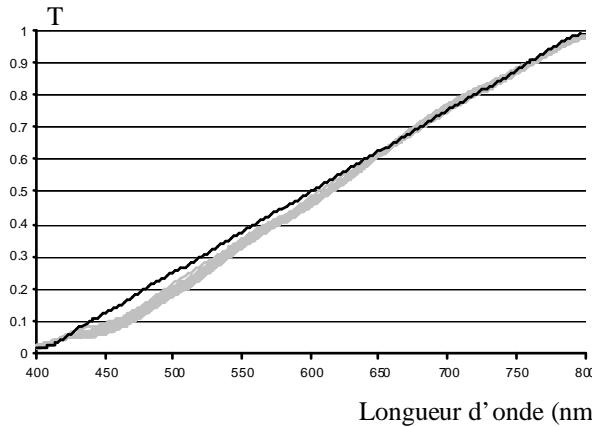
Les simulations du contrôle large bande en transmission sont présentées sur la figure 4-17 :



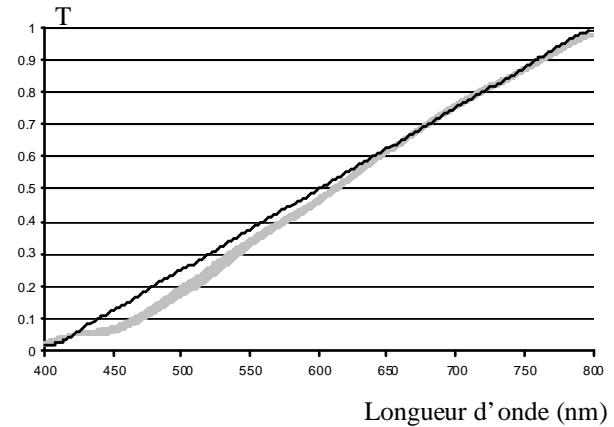
(a) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm]



(b) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [400 nm ; 800 nm]



(c) : Arrêt sur fonction de mérite
Domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm]

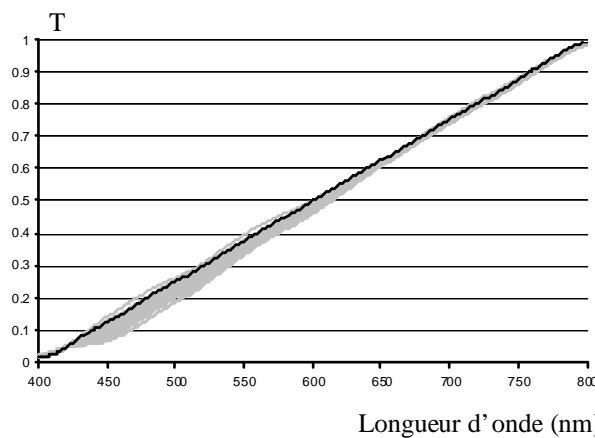


(d) : Arrêt sur fonction de mérite
Domaine de contrôle [400 nm ; 800 nm]

Simulations de dépôts contrôlés large bande sans erreur sur les indices
Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-4)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-17

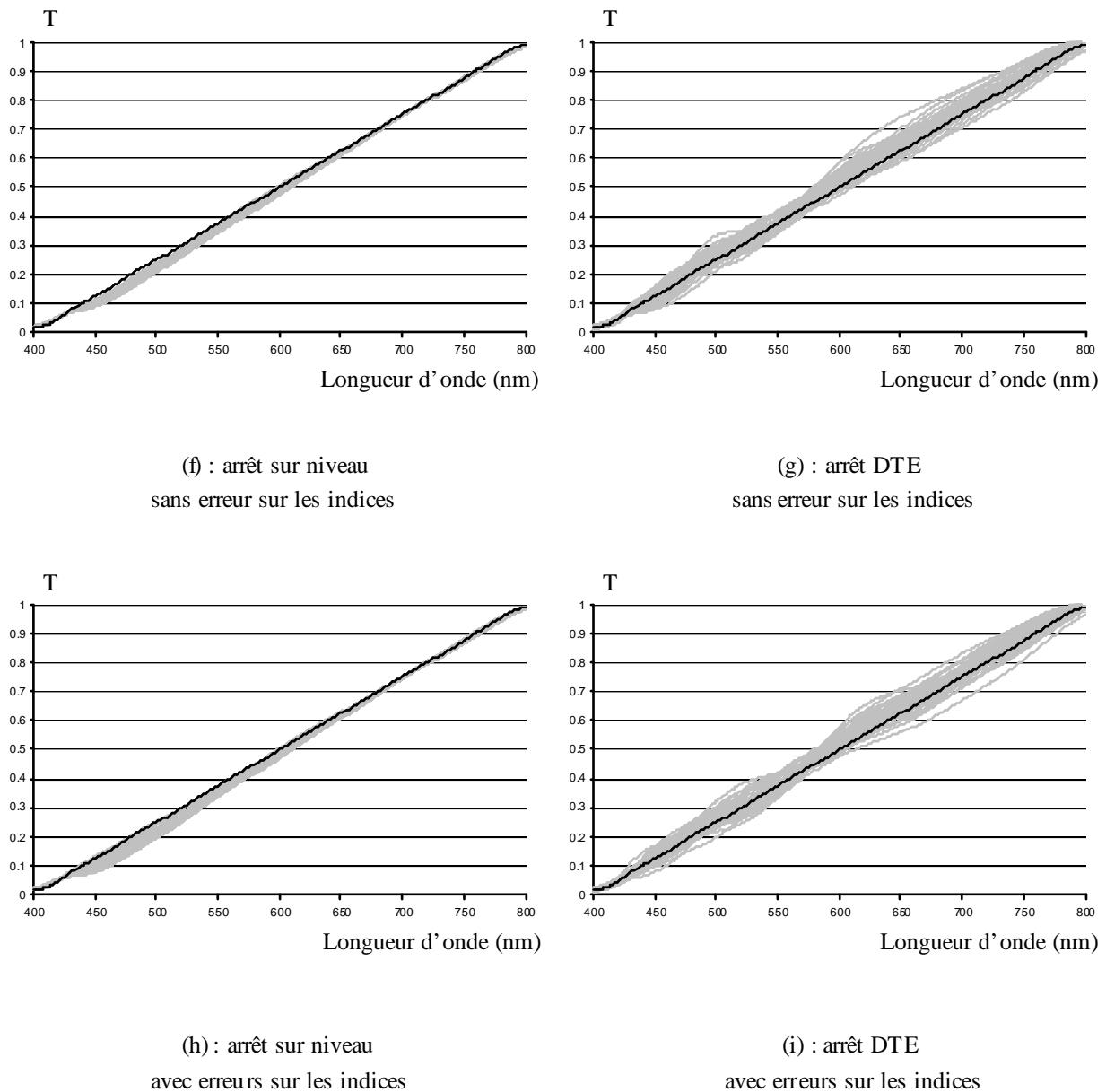
Comme toujours, le contrôle large bande le plus performant s'avère être l'arrêt sur l'épaisseur estimée avec la plus large plage spectrale de contrôle possible [400 nm ; 1000 nm] (a). La prise en compte des erreurs sur les indices produit dans ce cas les résultats indiqués sur la figure 4-18.



(e) : simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreurs sur les indices
Arrêt sur l'épaisseur estimée / contrôlé sur [400 nm ; 1000 nm]
Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-4)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

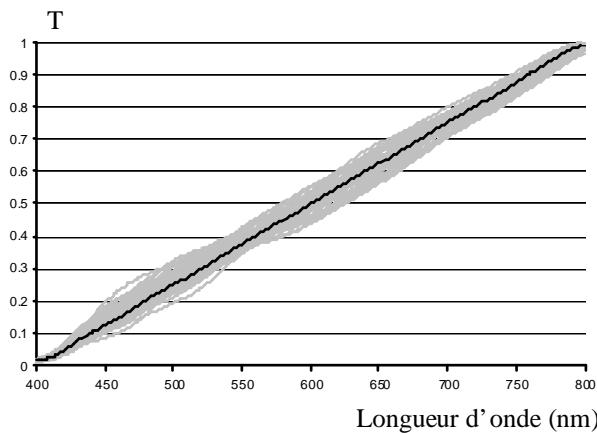
Figure 4-18

A titre indicatif, les résultats concernant les contrôles monochromatiques sont indiqués sur la figure 4-19. L'arrêt sur niveau est bien plus performant que le DTE et légèrement supérieur au contrôle large bande avec arrêt sur l'épaisseur estimée (e). En ce qui concerne le DTE, 5 des 19 couches ne sont pas contrôlables par cette méthode, le dépôt de ces dernières est donc simulé par une microbalance à quartz ce qui pèse lourdement sur le résultat final. Les simulations d'un dépôt contrôlé au quartz montre en effet des résultats assez mauvais, similaires au DTE (cf figure 4-20).



Simulations de contrôles monochromatiques avec ou sans erreurs sur les indices
 Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-4)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-19

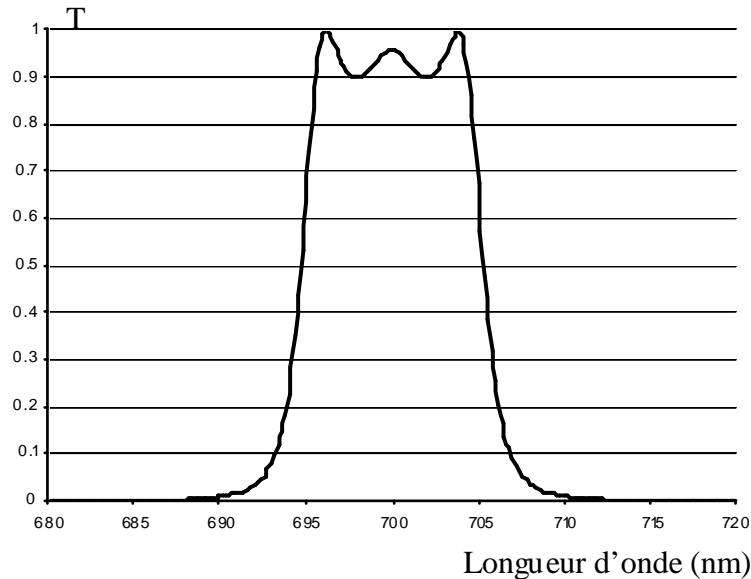


Simulations de contrôles par microbalance à quartz sans erreur sur les indices
 Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-4)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-20

4.3.4. Passe bande

Le dernier filtre étudié est un passe bande (cf figure 4-21), contrairement aux autres empilements présentés, les 35 couches qui le composent sont toutes quart d'onde à la longueur d'onde de 700 nm.



Profil spectral du passe bande

Figure 4-21

Le tableau suivant présente les paramètres des différentes simulations :

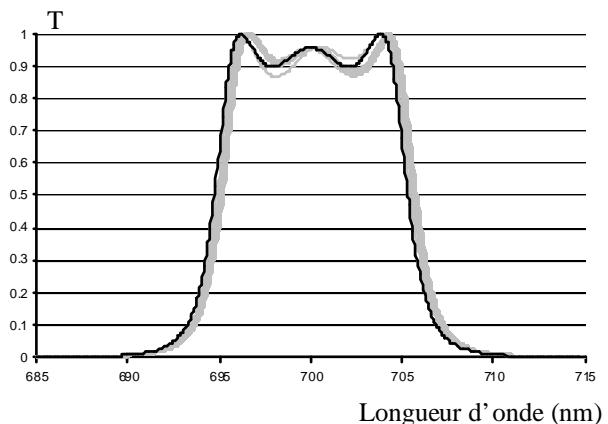
Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques			Contrôle large bande
			Arrêt DTE / DRE		Arrêt sur niveau	Arrêt sur fonction de mérite
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation
1	1H	n_H	700	24	512	6
2	1B	n_B	700	24	537	4
3	1H	n_H	700	24	516	6
4	1B	n_B	700	24	551	4
5	1H	n_H	700	24	549	6
6	4B	n_B	700	24	551	8
7	1H	n_H	700	24	551	6
8	1B	n_B	700	24	515	4
9	1H	n_H	700	24	514	6
10	1B	n_B	700	24	533	4
11	1H	n_H	700	16	530	6
12	1B	n_B	700	24	544	4
13	1H	n_H	700	16	541	6
14	1B	n_B	700	24	551	4
15	1H	n_H	700	14	549	6
16	1B	n_B	700	24	527	4
17	1H	n_H	700	24	525	6
18	4B	n_B	700	24	535	8
19	1H	n_H	700	24	533	6
20	1B	n_B	700	24	543	4
21	1H	n_H	700	24	540	6
22	1B	n_B	700	24	524	4
23	1H	n_H	700	24	522	6
24	1B	n_B	700	24	531	4

25	1H	n_H	700	24	529	6
26	1B	n_B	700	24	537	4
27	1H	n_H	700	24	535	6
28	1B	n_B	700	24	522	4
29	1H	n_H	700	10	541	6
30	4B	n_B	700	24	546	8
31	1H	n_H	700	24	543	6
32	1B	n_B	700	24	533	4
33	1H	n_H	700	24	548	6
34	1B	n_B	700	24	521	4
35	1H	n_H	700	24	520	6

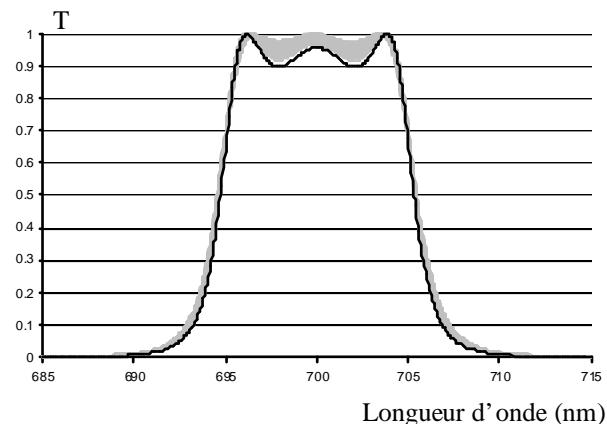
$$n_H = 2,35 / k_H = 0 / n_B = 1,45 / k_B = 0 / n_{\text{SUBSTRAT}} = 1,52 / k_{\text{SUBSTRAT}} = 0$$

Tableau 4-5

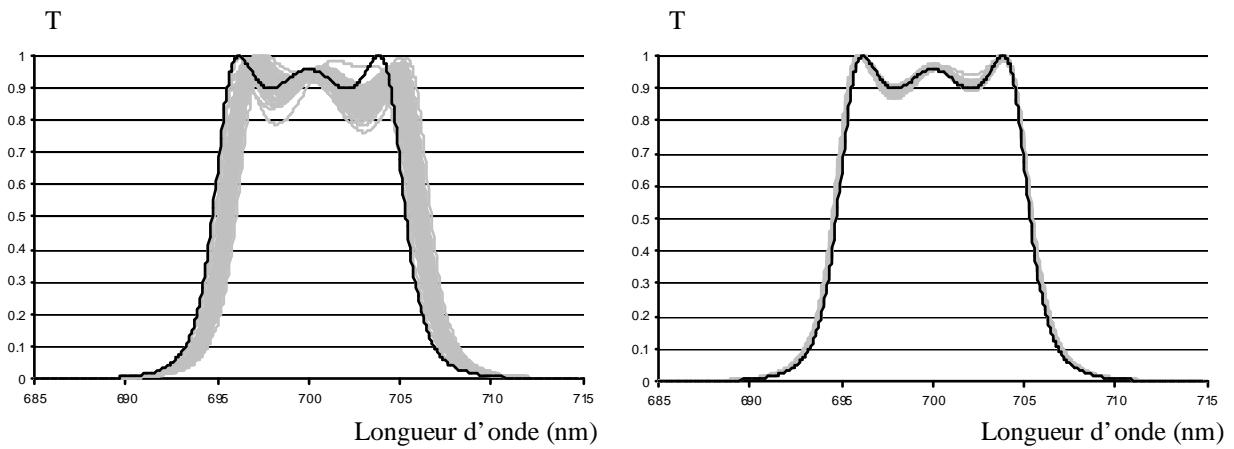
Les résultats des simulations des contrôles large bande sont résumés sur la figure 4-22 :



(a) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm]



(b) : Arrêt sur l'épaisseur estimée
Domaine de contrôle [680 nm ; 720 nm]



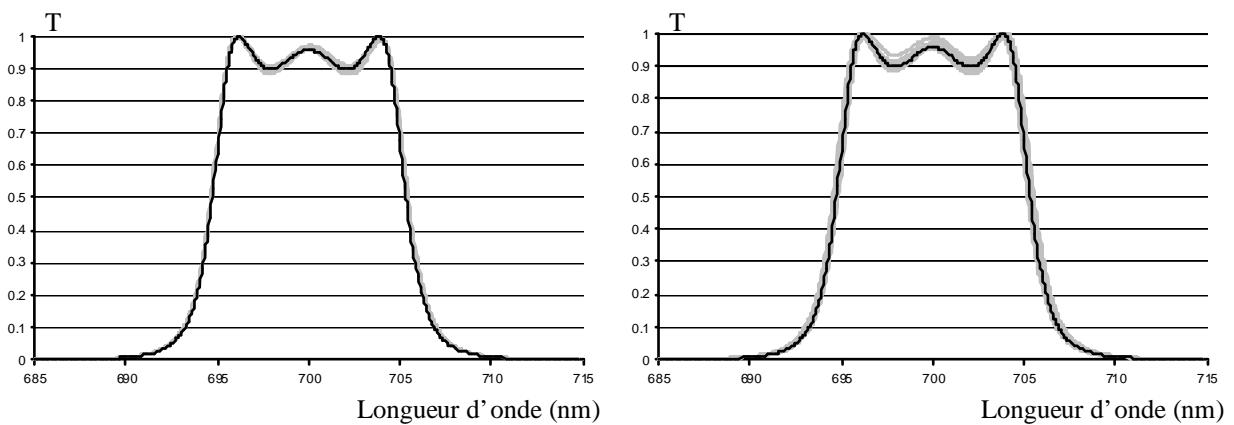
(c) : Arrêt sur fonction de mérite
Domaine de contrôle [400 nm ; 1000 nm]

(d) : Arrêt sur fonction de mérite
Domaine de contrôle [680 nm ; 720 nm]

Simulations de dépôts contrôlés large bande sans erreur sur les indices
Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-5)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

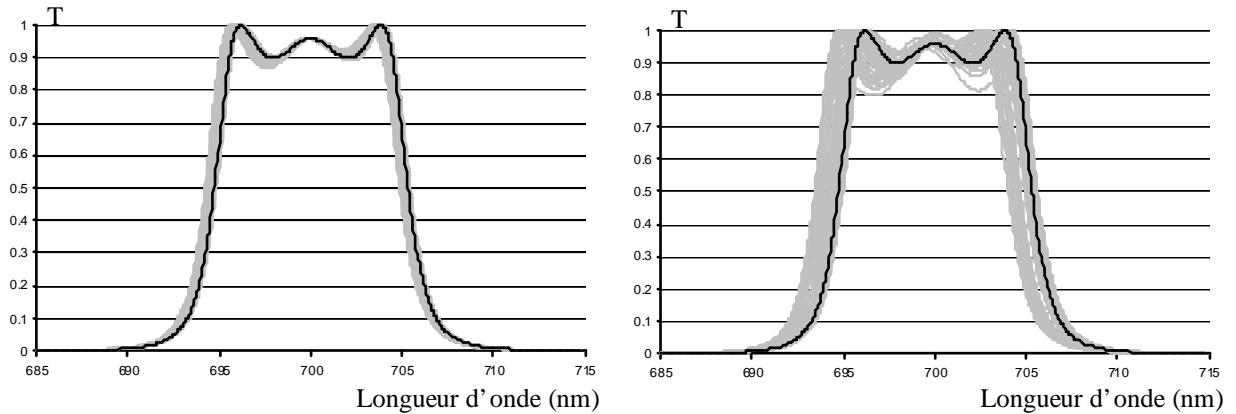
Figure 4-22

A l'inverse des 3 filtres étudiés précédemment, le plus performant n'est cette fois pas l'arrêt sur l'épaisseur estimée, il s'agit de l'arrêt sur la fonction de mérite à condition de réaliser le contrôle sur une petite plage spectrale (d). Si on réduit encore l'intervalle de cette dernière les résultats sont les suivants :



(e) : Arrêt sur fonction de mérite
sans erreur sur les indices
Domaine de contrôle [695 nm ; 705 nm]

(f) : Arrêt sur fonction de mérite
avec erreur sur les indices
Domaine de contrôle [695 nm ; 705 nm]



(g) : Arrêt sur fonction de mérite
sans erreur sur les indices
Contrôle monochromatique $\lambda_0 = 700$ nm

(h) : Arrêt sur fonction de mérite
avec erreur sur les indices
Contrôle monochromatique $\lambda_0 = 700$ nm

Simulations de dépôts contrôlés large bande avec arrêt sur fonction de mérite
Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-5)
Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-23

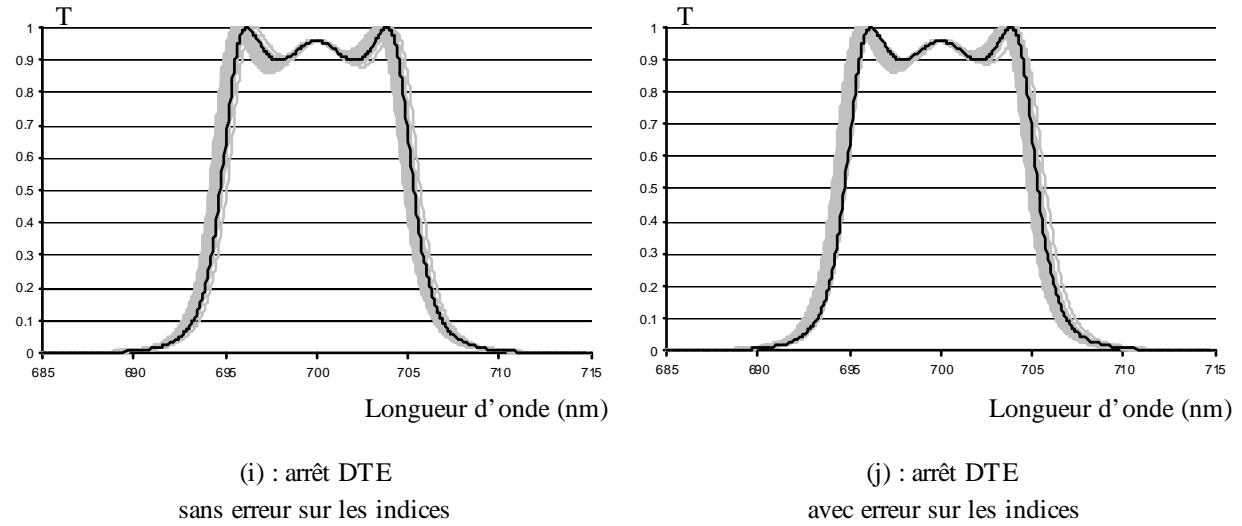
La réduction de la plage spectrale de contrôle améliore les résultats, les meilleurs sont obtenus pour l'intervalle [695 nm ; 705 nm]. Le pas étant de 1 nm, les calculs sont donc effectués à partir de seulement 11 longueurs d'onde. Si on réduit davantage le domaine spectral de contrôle, les performances se dégradent. Il n'est pas surprenant que le meilleur arrêt, concernant le contrôle large bande, soit celui basé sur la dérivée de la fonction de mérite par rapport à l'épaisseur. En effet, pour les empilements entièrement quart d'onde, on sait que le contrôle DTE est très performant, tout particulièrement dans le cas des filtres passe bande, contrôlés dans ce cas à la longueur d'onde de centrage λ_0 , soit ici 700 nm. L'arrêt sur la dérivée de la fonction de mérite χ , lorsqu'il est effectué sur un intervalle de contrôle très restreint, constitue un contrôle analogue à un DTE (Dérivée du facteur de transmission T par rapport à l'épaisseur e). C'est sans doute ce qui explique ses bonnes performances (e) (f). Les critères d'arrêt sont rappelés ci-dessous :

$$\left(\frac{\partial T}{\partial e} \right)_{\lambda_0} = 0 \quad \frac{\partial \chi}{\partial e} = 0$$

Il ne faut toutefois pas trop réduire le domaine spectral de contrôle car les résultats s'en trouvent dégradés (g) / (h).

Le contrôle DTE (cf figure 4-24) produit des résultats légèrement moins bons que ceux présentés sur les courbes (e) et (f). Les deux fronts du passe bande ne sont pas très

reproductibles. En revanche, on peut observer la parfaite compensation d'erreurs, caractéristique du DTE, à la longueur d'onde de contrôle ($\lambda_0 = 700$ nm).



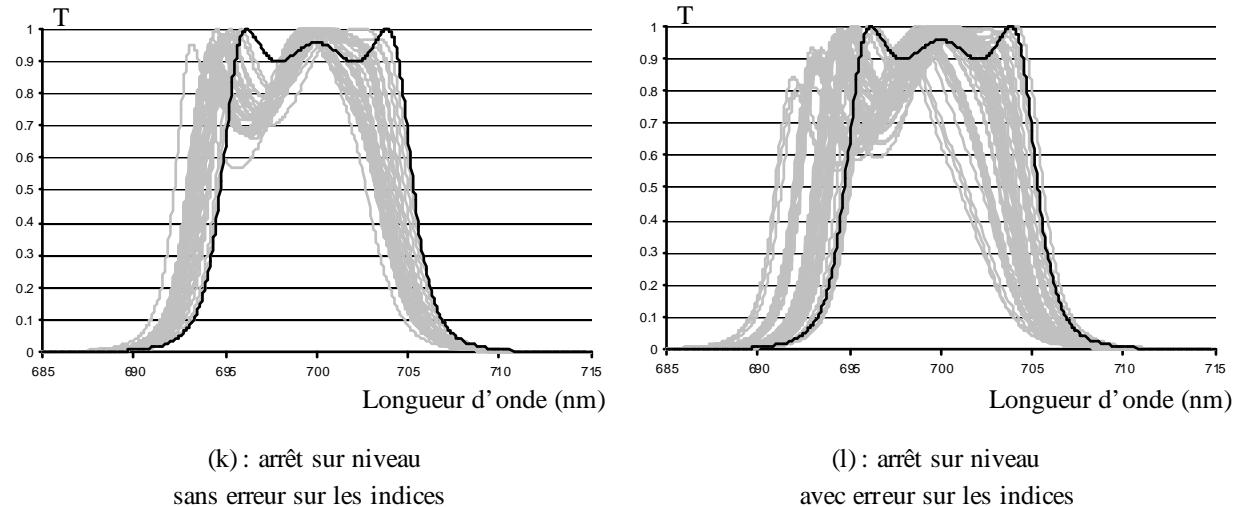
Simulations de contrôles monochromatiques DTE avec ou sans erreurs sur les indices

Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-5)

Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-24

Pour finir, constatons que le contrôle monochromatique avec arrêt sur niveau et plus particulièrement le contrôle au quartz ne sont pas du tout adaptés à cet empilement (cf figures 4-25 et 4-26).

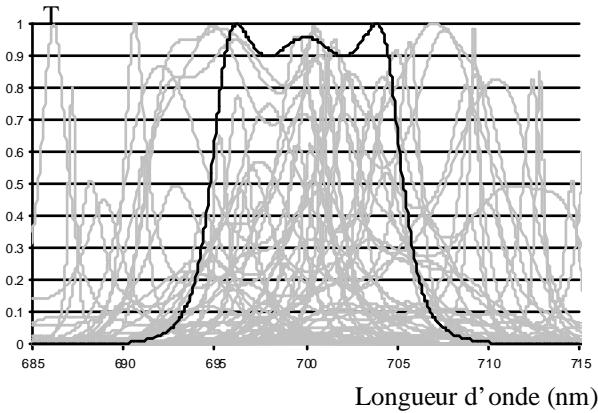


Simulations de contrôles monochromatiques sur niveau avec ou sans erreurs sur les indices

Courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 4-5)

Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 4-25



Simulations de contrôles par microbalance à quartz sans erreur sur les indices
 Courbe noire : profil spectral théorique à déposer (cf données du tableau 4-5)
 Courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

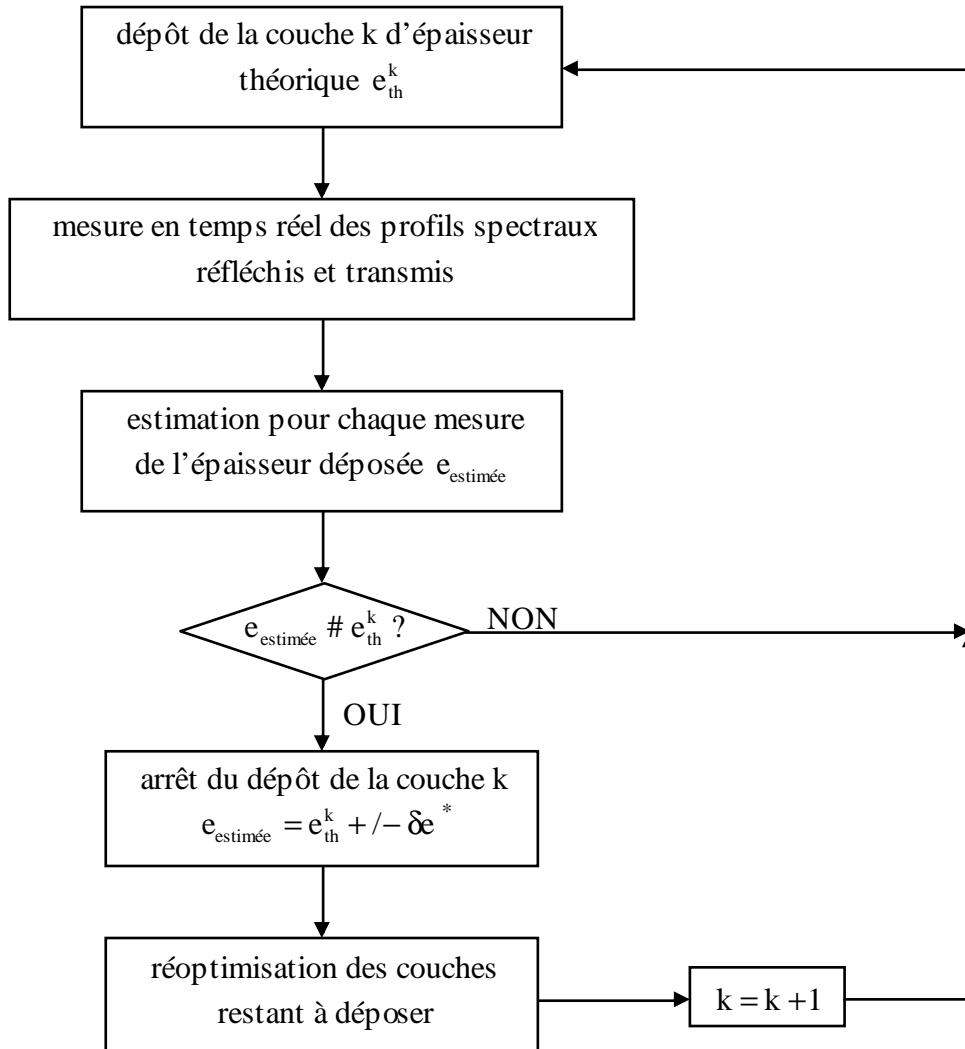
Figure 4-26

4.4. Vers un contrôle optimal avec compensation d'erreurs

Les résultats des simulations concernant le contrôle large bande sont assez performants, pourtant, ces derniers pourraient encore être améliorés. Comme nous l'avons évoqué au chapitre 1, dès lors que l'épaisseur déposée peut être estimée, il est alors possible de compenser les erreurs de dépôt. Pour cela, après le dépôt de chaque couche, il suffit de modifier les épaisseurs des couches restant à déposer. Le principe est schématisé sur la figure 4-27.

Cette étape de réoptimisation de l'empilement n'est pas programmée pour les simulations. Elle devrait en effet être répétée à chaque couche, pour chaque profil simulé. Mais cela nécessiterait beaucoup de trop de temps.

Soulignons que la compensation d'erreurs est partielle, si ces dernières sont commises en fin de dépôt, par exemple à l'avant dernière couche, elles sont extrêmement difficiles à compenser. Une solution peut alors consister à ajouter à l'empilement des couches non prévues initialement afin de tenter d'améliorer les performances. Sinon, lorsqu'on c'est fixé un certain gabarit à atteindre et qu'après analyse des erreurs de réalisation, on se rend compte qu'il ne sera pas possible d'obtenir les profils spectraux désirés, il est alors inutile de poursuivre le dépôt.



* δe : erreur de dépôt (épaisseur déposée en trop ou en moins)

Schéma de principe de la réoptimisation de l'empilement

Figure 4-27

4.5. Conclusion

Le premier chapitre de cette thèse avait pour objet la rédaction d'un état de l'art des principaux types de contrôles de dépôts de couches minces optiques. Le contrôle optimal n'étant pas le même pour tous les filtres, ce premier chapitre insistait en conclusion sur la nécessité de choisir le contrôle adéquat, au cas par cas, parmi toutes les possibilités.

Dans ce quatrième chapitre, quatre filtres ont été étudiés : trois empilements d'épaisseurs non quart d'onde (un anti-reflet, une séparatrice et une rampe), et un empilement entièrement

quart d'onde (un passe bande). Des simulations de dépôts portant sur cinq contrôles ont été réalisées :

- Deux contrôles large bande :
 - Un critère d'arrêt basé sur l'estimation de l'épaisseur déposée
 - Un critère d'arrêt basé sur la dérivée d'une fonction de mérite
- Deux contrôles monochromatiques
 - Un critère d'arrêt basé sur le niveau du facteur de transmission ou de réflexion
 - Un critère d'arrêt basé sur la dérivée du facteur de transmission ou de réflexion (DTE ou DRE)
- Un contrôle par microbalance à quartz

L'objectif premier de ce chapitre était de savoir si parmi les deux critères d'arrêt du contrôle large bande étudiés, l'un des deux paraissait nettement plus performant. Et de comparer ses résultats avec ceux obtenus pour les contrôles monochromatiques ou par microbalance à quartz. Les simulations réalisées présentent toutefois quelques limites, de nombreux paramètres ne sont en effet pas pris en compte :

- variation des vitesses d'évaporation
- problème d'étalonnage de la chaîne de mesure
- erreurs d'arrêt systématique
- déformation des spectres liée aux problèmes thermiques.

Mais les résultats sont riches d'enseignement et très utiles pour les dépôts réels. Le résultat le plus intéressant est relatif au choix du critère d'arrêt concernant le contrôle large bande. Certes, cette étude n'est pas exhaustive, elle ne porte que sur quatre filtres. Néanmoins, hormis le cas très particulier du filtre passe bande, le critère d'arrêt optimal s'avère être à chaque fois celui basé sur l'estimation de l'épaisseur déposée avec la plus large plage de contrôle possible. Et même lorsque le contrôle large bande ne produit pas les meilleurs résultats, ses performances restent tout de même correctes bien qu'elles soient sous-estimées. En effet l'étape de réoptimisation permettant de compenser les erreurs n'est pas prise en compte lors des simulations. Pour les cas où le contrôle large bande ne serait pas le plus adapté, le système optique conçu permet de toute manière de réaliser des contrôles monochromatiques : arrêt DTE / DRE ou sur niveau.

Compte tenu des résultats obtenus, le critère d'arrêt basé sur l'épaisseur estimée semble être le plus performant. C'est d'ailleurs celui qui a été utilisé pour produire les résultats expérimentaux présentés au chapitre 5. Au premier chapitre, outre cet arrêt et celui basé sur la dérivée de la fonction de mérite, un troisième critère d'arrêt avait été évoqué. Il consiste, à partir des différentes épaisseurs déposées estimées, à calculer la durée du dépôt. Ce critère améliore la précision du contrôle car il permet, contrairement aux deux autres, de stopper un dépôt entre deux mesures successives. Cependant, la période de ces dernières est de 1,8 s.

Autrement dit, en supposant une vitesse moyenne de dépôt de 0,3 nm/s, entre deux mesures on dépose seulement 0,54 nm. Le gain en précision est donc assez minime et facilement compensable par l'étape de réoptimisation.

Pour finir, signalons que les différentes simulations de contrôle de dépôt ont été effectuées soit en transmission (séparatrice, rampe, passe bande), soit en réflexion (anti-reflet). En réalité, que les contrôles soient simulés en transmission ou en réflexion, cela ne change pas grand-chose aux résultats.

Chapitre 5

Réalisation de filtres par contrôle spectrophotométrique large bande

5. Réalisation de filtres par contrôle spectrophotométrique large bande

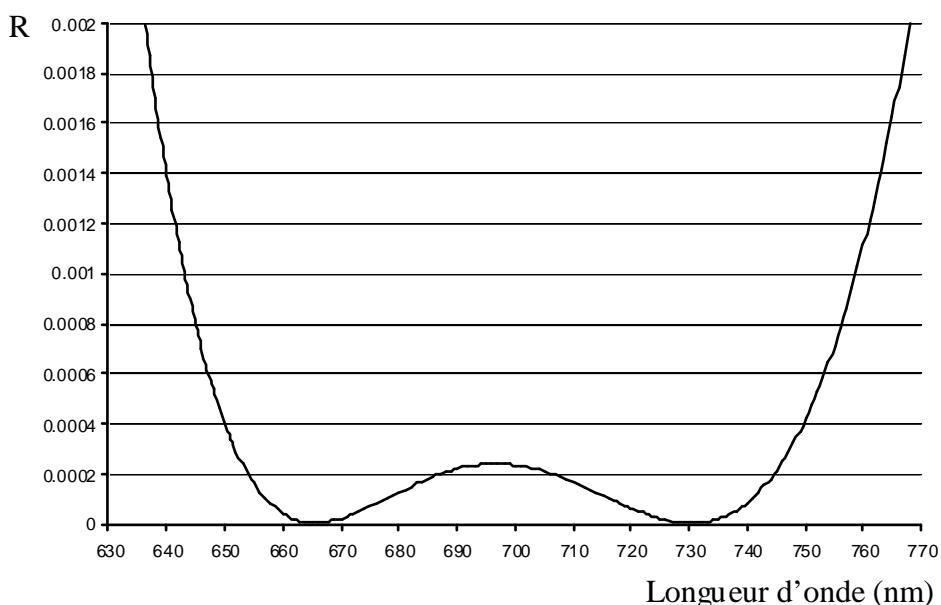
5.1. Anti-reflet 4 couches

La reproductibilité est l'un des paramètres essentiel d'un processus de fabrication, elle dépend notamment du type de contrôle utilisé. Naturellement, le souci d'obtenir une bonne reproductibilité répond surtout à une logique industrielle et a moins d'importance dans le cadre de travaux de laboratoire. Par ailleurs, il n'est pas évident d'avoir une idée précise sur la question, il faudrait pour cela réaliser un nombre considérable de dépôts d'un même filtre pour pouvoir déterminer si tel contrôle permet ou non d'obtenir une bonne reproductibilité pour la réalisation de ce filtre.

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à étudier les résultats de différentes réalisations d'un même filtre contrôlé en large bande. Sans pour autant parler d'étude de reproductibilité, seulement 4 exemplaires ont en effet été fabriqués, cela permet néanmoins d'avoir une petite idée des performances que l'on peut facilement atteindre dans ce cas précis.

5.1.1. Réalisations

Le filtre étudié est un anti-reflet de 4 couches contrôlé large bande sur la plage spectrale [400 nm ; 1000 nm] avec un critère d'arrêt basé sur l'épaisseur estimée. Sur les 4 exemplaires réalisés, 2 sont contrôlés en réflexion et 2 le sont en transmission. La figure 5-1 et le tableau 5-1 présentent respectivement le profil spectral ainsi que les paramètres (matériaux et épaisseurs) de ce filtre. La reflectivité visée est inférieure à 3 dix millièmes entre 655 et 745 nm.



Profil spectral en réflexion de l'anti-reflet 4 couches

Figure 5-1

	épaisseurs (nm)	matériaux
couche 1	14.3	HfO ₂
couche 2	276.0	SiO ₂
couche 3	121.0	HfO ₂
couche 4	99.0	SiO ₂

Le substrat est un verre de silice

structure de l'empilement correspondant

Tableau 5-1

La loi de dispersion d'indice du substrat est fournie par le fabricant, les autres matériaux employés ont été caractérisés par nos soins (cf chapitre 2). Les relations 5-1 à 5-6 décrivent les lois suivies en fonction de la longueur d'onde λ (λ est en nanomètres).

Pour l'oxyde d'hafnium :

$$n_{\text{HfO}_2}(\lambda) = 2,0739 + \frac{1,8054 \cdot 10^4}{\lambda^2} - \frac{3,4792 \cdot 10^8}{\lambda^4} \quad (5 - 1)$$

$$k_{\text{HfO}_2}(\lambda) = \frac{1,0328 \cdot 10^7}{\lambda^{3,7866}} \quad (5 - 2)$$

Pour la silice couche mince :

$$n_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 1,4686 + \frac{5,3790 \cdot 10^3}{\lambda^2} - \frac{2,3097 \cdot 10^8}{\lambda^4} \quad (5 - 3)$$

$$k_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 0 \quad (5 - 4)$$

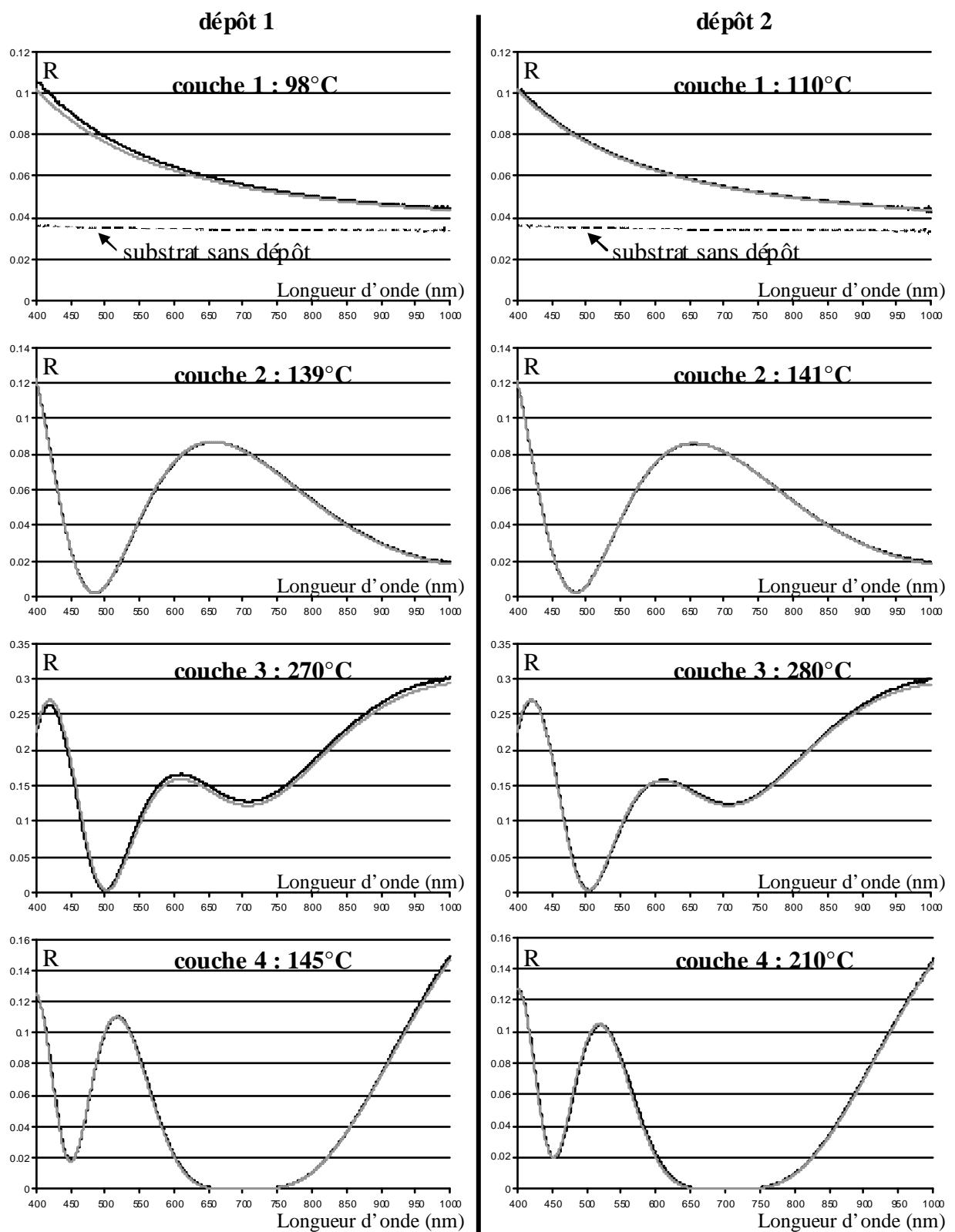
Pour la silice massif (substrat) :

$$n_{\text{SUBSTRAT SiO}_2} = \sqrt{1 + \frac{6,9617 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (6,8404 \cdot 10^1)^2} + \frac{4,0794 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (1,1624 \cdot 10^2)^2} + \frac{8,9748 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (9,8962 \cdot 10^3)^2}} \quad (5 - 5)$$

$$k_{\text{SUBSTRAT SiO}_2} = 0 \quad (5 - 6)$$

Ce filtre est constitué de couches non quart d'onde déposées sur un verre de silice, la zone anti-reflet se situant dans le domaine [650 nm ; 750 nm]. Entre le dépôt de deux couches successives, une étape de réoptimisation est effectuée (cf chapitre 1 et 3). Compte tenu de l'épaisseur déposée estimée, on compense les éventuelles erreurs en modifiant les épaisseurs des couches restant à réaliser. L'algorithme utilisé pour déterminer ces nouvelles épaisseurs est le programme d'optimisation global présenté au chapitre 3. Le profil théorique visé lors de l'optimisation est un anti reflet idéal ($R = 0$) sur la plage spectrale [650 nm ; 750 nm].

Les mesures couche après couche des deux premiers dépôts contrôlés en réflexion sont présentées figure 5-2. Pour chaque graphe figure également le profil théorique à atteindre. Ce dernier a été réoptimisé après le dépôt de la couche précédente.



dépôts 1 et 2 contrôlés sur [400 nm ; 1000 nm] en réflexion / arrêt sur l'épaisseur estimée
courbes noires : profils mesurés

courbes grises : profils théoriques réoptimisés à atteindre en fin de dépôt (cf tableau 5-2)

Figure 5-2

Le tableau suivant présente les différentes valeurs d'épaisseurs réoptimisées (e_{reop}) aux cours du dépôt. Les lignes e_{INITIALE} et e_{finale} représentent respectivement les épaisseurs de l'empilement initial à réaliser et l'épaisseur déposée estimée de la dernière couche.

	Numéro de couche (k)							
	dépôt 1				dépôt 2			
	1	2	3	4	1	2	3	4
e_{INITIALE}	14,3	276,0	121	99,0	14,3	276,0	121	99,0
e_{reop1}	14,7	275,7	120,4	99,4	14,5	275,9	120,8	99,2
e_{reop2}	-	276,1	120,5	99,4	-	276,1	120,8	99,2
e_{reop3}	-	-	118,9	99,8	-	-	120,8	99,2
e_{finale}	-	-	-	99,8	-	-	-	99,6
χ_{cible}^k	0,198	0,0573	0,711	0,137	0,0589	0,0365	0,339	0,165
$\chi_{\text{estimée}}^k$	0,0530	0,0368	0,333	0,137	0,0300	0,0355	0,339	0,153
χ_{gabarit}^k	0,0168	0,0168	0,0193	-	0,0167	0,0167	0,0167	-

épaisseurs noirs : épaisseurs à déposer
épaisseurs grises : épaisseurs déposées estimées

Tableau 5-2

Les fonctions de mérite χ_{cible}^k , $\chi_{\text{estimée}}^k$, χ_{gabarit}^k permettent chacune d'évaluer différents critères de performance :

- χ_{cible}^k évalue la qualité de l'arrêt du dépôt de la couche k contrôlée large bande (écart entre le profil mesuré en fin de dépôt et le profil théorique à atteindre).
- $\chi_{\text{estimée}}^k$ évalue la qualité de l'estimation de l'épaisseur déposée pour la couche k (écart entre le profil mesuré en fin de dépôt et le profil théorique calculé à partir de l'épaisseur déposée estimée).
- χ_{gabarit}^k évalue la qualité de la compensation d'erreurs effectuée après le dépôt de la couche k (écart entre le profil théorique réoptimisé de la dernière couche et le gabarit visé)

$$\chi_{\text{cible}}^k = 100 \cdot \sqrt{\frac{1}{N_L} \sum_{j=1}^{N_L} \left[R_{\text{mes}}^k(\lambda_j) - R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k) \right]^2} \quad (5-7)$$

$$\chi_{\text{estimée}}^k = 100 \cdot \sqrt{\frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left[[R_{\text{mes}}^k(\lambda_j) - R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{estimée}}^k)]^2 \right]} \quad (5-8)$$

$$\chi_{\text{gabarit}}^k = 100 \cdot \sqrt{\frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left[[R_{\text{th}}^{\text{final}}(\lambda_j, e_{\text{th}}^{\text{finale}}) - R_{\text{gabarit}}(\lambda_j)]^2 \right]} \quad (5-9)$$

N_L : Nombre de longueurs d'onde

$R_{\text{mes}}^k(\lambda_j)$: Facteur de réflexion mesuré à la fin du dépôt de la couche k, à la longueur d'onde λ_j .

$R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{estimée}}^k)$: Facteur de réflexion théorique de la couche k à la longueur d'onde λ_j calculé à partir des épaisseurs déposées estimées $e_{\text{estimée}}^1, \dots, e_{\text{estimée}}^{k-1}, e_{\text{estimée}}^k$.

$R_{\text{th}}^k(\lambda_j, e_{\text{th}}^k)$: Facteur de réflexion théorique à la longueur d'onde λ_j que l'on doit atteindre à la fin du dépôt de la couche k d'épaisseur théorique réoptimisée e_{th}^k . Il est calculé à partir des épaisseurs $e_{\text{estimée}}^1, \dots, e_{\text{estimée}}^{k-1}, e_{\text{th}}^k$.

$R_{\text{th}}^{\text{final}}(\lambda_j, e_{\text{th}}^{\text{finale}})$: Facteur de réflexion théorique final, après dépôt de la dernière couche d'épaisseur $e_{\text{th}}^{\text{finale}}$ à la longueur d'onde λ_j . Il est calculé à partir des épaisseurs $e_{\text{estimée}}^1, \dots, e_{\text{estimée}}^{k-1}, e_{\text{estimée}}^k, e_{\text{th}}^{k+1}, \dots, e_{\text{th}}^{\text{finale}}$.

$R_{\text{gabarit}}(\lambda_j)$: Facteur de réflexion du gabarit visé. Dans le cas présent, pour ce filtre le gabarit est le suivant : $R_{\text{gabarit}}(\lambda_j) = 0$, $\lambda_j \in [650 \text{ nm} ; 750 \text{ nm}]$.

La valeur de la fonction de mérite χ_{gabarit}^k est à comparer avec celle de l'empilement initial χ_{gabarit}^0 :

$$\chi_{\text{gabarit}}^0 = 100 \cdot \sqrt{\frac{1}{N_L} \cdot \sum_{j=1}^{N_L} \left[[R_{\text{th}}^{\text{final}}(\lambda_j, e_{\text{th}0}^{\text{finale}}) - R_{\text{gabarit}}(\lambda_j)]^2 \right]} \quad (5-10)$$

$R_{\text{th}}^{\text{final}}(\lambda_j, e_{\text{th}0}^{\text{finale}})$: Facteur de réflexion théorique de la dernière couche de l'empilement initial.

Son épaisseur est notée $e_{\text{th}0}^{\text{finale}}$, il s'agit de la 4^{ème} couche pour ce filtre

Lorsqu'on effectue la synthèse d'un filtre, on fixe généralement certaines contraintes comme le nombre de couches et les matériaux. Si la synthèse du filtre a été correctement effectuée, compte tenu des contraintes, le meilleur empilement possible pour se rapprocher du gabarit visé (dans le cas présent : $R_{\text{gabarit}}(\lambda_j) = 0$, $\lambda_j \in [650 \text{ nm} ; 750 \text{ nm}]$) est l'empilement initial.

Toute erreur commise durant le dépôt altère plus ou moins les performances finales du filtre.

La compensation d'erreurs permet donc au mieux d'obtenir des performances égales à celles prévues initialement, autrement elle n'est que partielle :

$$\chi_{\text{gabarit}}^0 \leq \chi_{\text{gabarit}}^{k-1} \leq \chi_{\text{gabarit}}^k.$$

Pour le filtre anti-reflet de quatre couches à réaliser, on a : $\chi_{\text{gabarit}}^0 = 0,0165$. Si la compensation est correcte, on reste proche de cette valeur. Soulignons également que l'on a toujours :

$$\chi_{\text{cible}}^k \geq \chi_{\text{estimée}}^k$$

Globalement, les épaisseurs déposées estimées étant très proches des valeurs théoriques à atteindre, les arrêts sont très corrects. Seules les fonctions de mérite χ_{cible}^k et $\chi_{\text{estimée}}^k$ sont parfois un peu élevées. En théorie, compte tenu de la réoptimisation effectuée après le dépôt de chaque couche, les valeurs de χ_{cible}^k et tout particulièrement celles de $\chi_{\text{estimée}}^k$ devraient être excellentes car les éventuelles erreurs sont compensées. En réalité, ce n'est pas toujours le cas et ceci pour deux raisons principales.

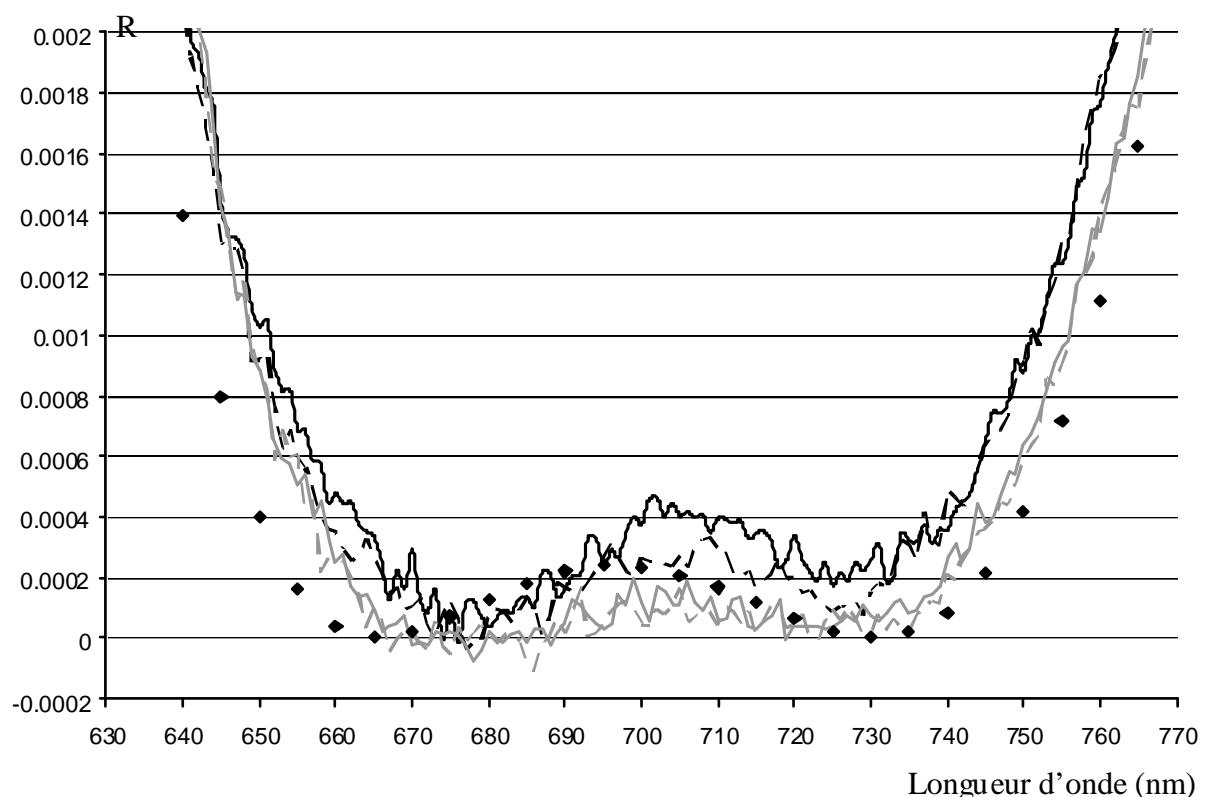
La première est liée à des éventuelles erreurs d'indice. Un calcul précis du profil théorique à atteindre en fin de dépôt suppose que les différentes estimations des épaisseurs déposées soient rigoureusement exactes. Or si les indices des matériaux ne sont pas tout à fait les mêmes que ceux supposés, alors les accords entre les profils spectraux mesurés et théoriques sont moins bons, les différentes épaisseurs estimées peuvent être erronées et les fonctions de mérite χ_{cible}^k et $\chi_{\text{estimée}}^k$ sont dégradées. Le problème peut notamment se présenter lors du dépôt de couches fines pour lesquelles le risque d'inhomogénéité n'est pas négligeable. Même si cela ne semble pas être le cas ici vu la faible valeur de $\chi_{\text{estimée}}^1$, la première couche de l'anti-reflet aurait pu causer ce type de problème. Pour améliorer les accords, une solution consisterait à estimer l'épaisseur déposée en ajustant également les coefficients des différentes lois d'indice $n(\lambda)$ et $k(\lambda)$. Mais cela accroîtrait le nombre de paramètres à optimiser et rendrait le problème extrêmement délicat, d'autant plus qu'il y a également les problèmes thermiques à considérer.

Les problèmes de dilatation engendrés par les fortes températures sont la seconde cause expliquant les valeurs parfois importantes des fonctions de mérite calculées. Ils entraînent des déformations de spectre pouvant être interprétées à tort par le contrôle comme un dépôt. De ce point de vue, la troisième couche du filtre semble critique. La température atteint environ 280°C et on peut d'ailleurs constater que c'est à partir du dépôt de cette couche que les fonctions de mérite χ_{cible}^k et $\chi_{\text{estimée}}^k$ se dégradent fortement.

En ce qui concerne le dépôt 1, la différence significative entre l'épaisseur estimée après dépôt de la couche 3 (118,9 nm) et la valeur théorique à atteindre (120,5 nm) est liée à un disfonctionnement de la microbalance à quartz en toute fin de dépôt. La puissance des canons à électrons étant asservie au quartz, un problème sur ce dernier entraîne l'arrêt immédiat du

bâti. La microbalance ne s'est remise à fonctionner qu'après un délai d'environ une demi heure. Il n'était alors plus question de poursuivre le dépôt de la troisième couche vu la faible épaisseur restant à déposer. L'erreur n'a pu être que partiellement compensée en réoptimisant l'épaisseur de la quatrième et dernière couche, la fonction de mérite χ_{gabarit}^k est d'ailleurs clairement la plus mauvaise des 6 présentées. Notons que le problème indiqué explique également la faible température relevée pour le dépôt de la couche 4.

La figure suivante permet de visualiser de manière plus précise la qualité de l'anti-reflet. Les mesures à température de dépôt et à température ambiante y sont présentées.

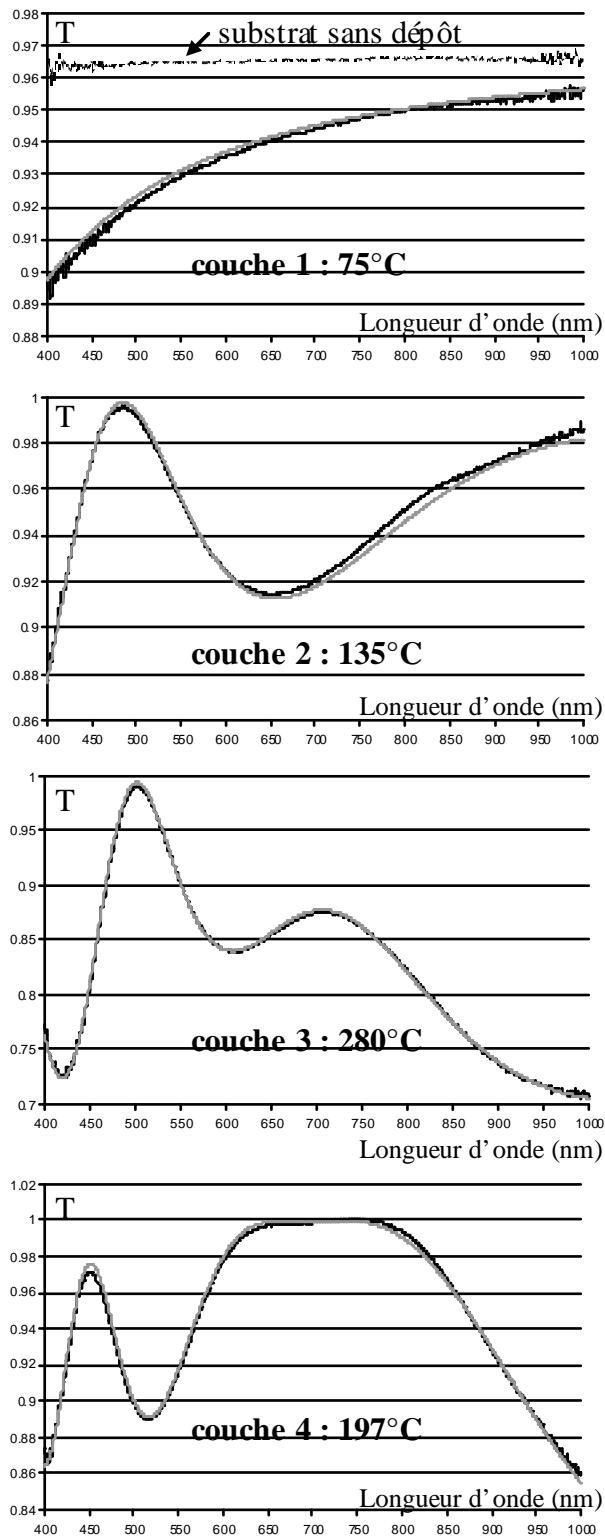


traits noir et gris continus : mesures des dépôts 1 et 2 à température de dépôt
 traits noir et gris discontinus : mesures des dépôts 1 et 2 à température ambiante, sous vide
 Losanges noirs : profil théorique initial à déposer

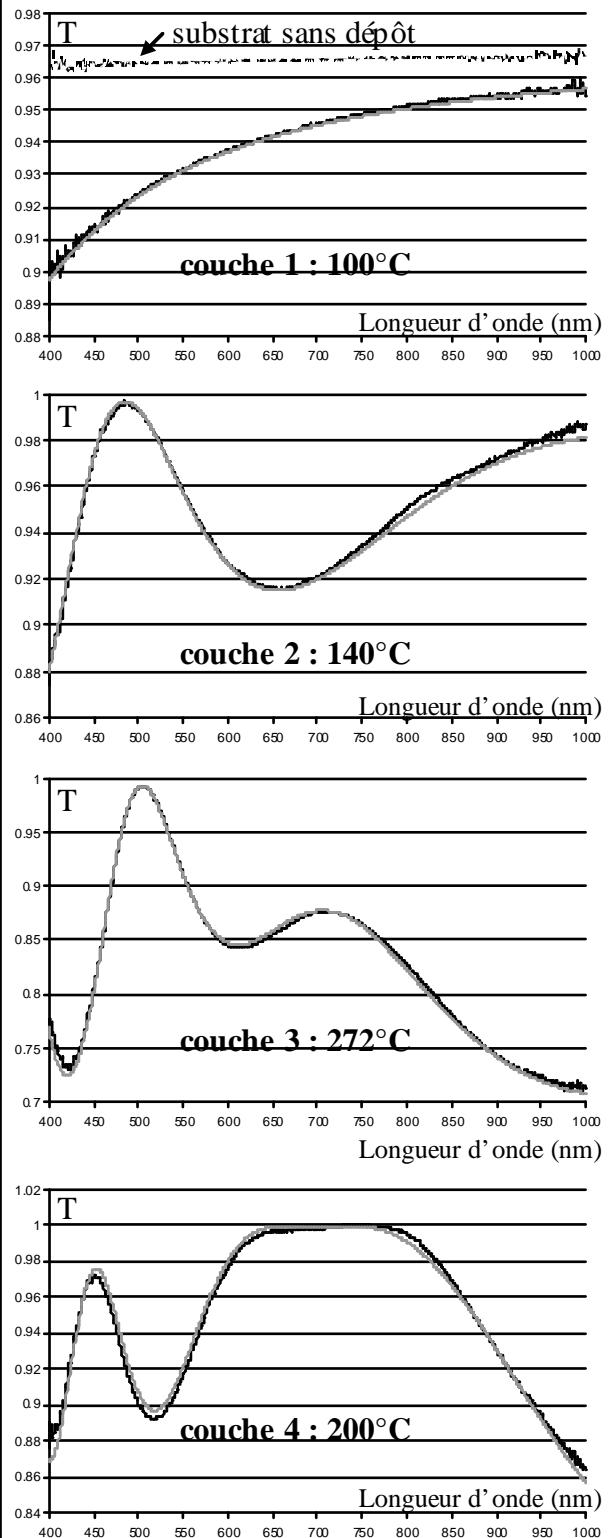
Figure 5-3

Des mesures comparatives de ce filtre au Perkin Elmer auraient été intéressantes, mais, le facteur de réflexion atteint étant très faible, cet anti-reflet s'est avéré non mesurable avec cet appareil du commerce ($R < 5$ millièmes) malgré ses qualités métrologiques reconnues. Les mesures couche après couche des dépôts 3 et 4 contrôlés cette fois en transmission sont présentées figure 5-4. Les résultats des différentes réoptimisations figurent dans le tableau 5-3.

dépôt 3



dépôt 4



dépôts 3 et 4 contrôlés sur [400 nm ; 1000 nm] en transmission / arrêt sur l'épaisseur estimée

courbes noires : profils spectraux mesurés

courbes grises : profils théoriques réoptimisés à atteindre en fin de dépôt (cf tableau 5-3)

Figure 5-4

	Numéro de couche (k)							
	dépôt 3				dépôt 4			
	1	2	3	4	1	2	3	4
$e_{INITIALE}$	14,3	276,0	121	99,0	14,3	276,0	121	99,0
e_{reop1}	14,7	275,7	120,4	99,4	14,1	276,4	121,4	98,8
e_{reop2}	-	275,3	120,3	99,4	-	276,2	121,4	98,8
e_{reop3}	-	-	120,3	99,4	-	-	121,4	98,8
e_{finale}	-	-	-	99,4	-	-	-	99
χ^k_{cible}	0,163	0,277	0,22	0,242	0,107	0,234	0,350	0,412
$\chi^k_{estimée}$	0,0715	0,259	0,22	0,242	0,0942	0,233	0,350	0,407
$\chi^k_{gabarit}$	0,0590	0,0591	0,0591	-	0,0591	0,0591	0,0591	-

épaisseurs noires : épaisseurs à déposer
épaisseurs grises : épaisseurs déposées estimées

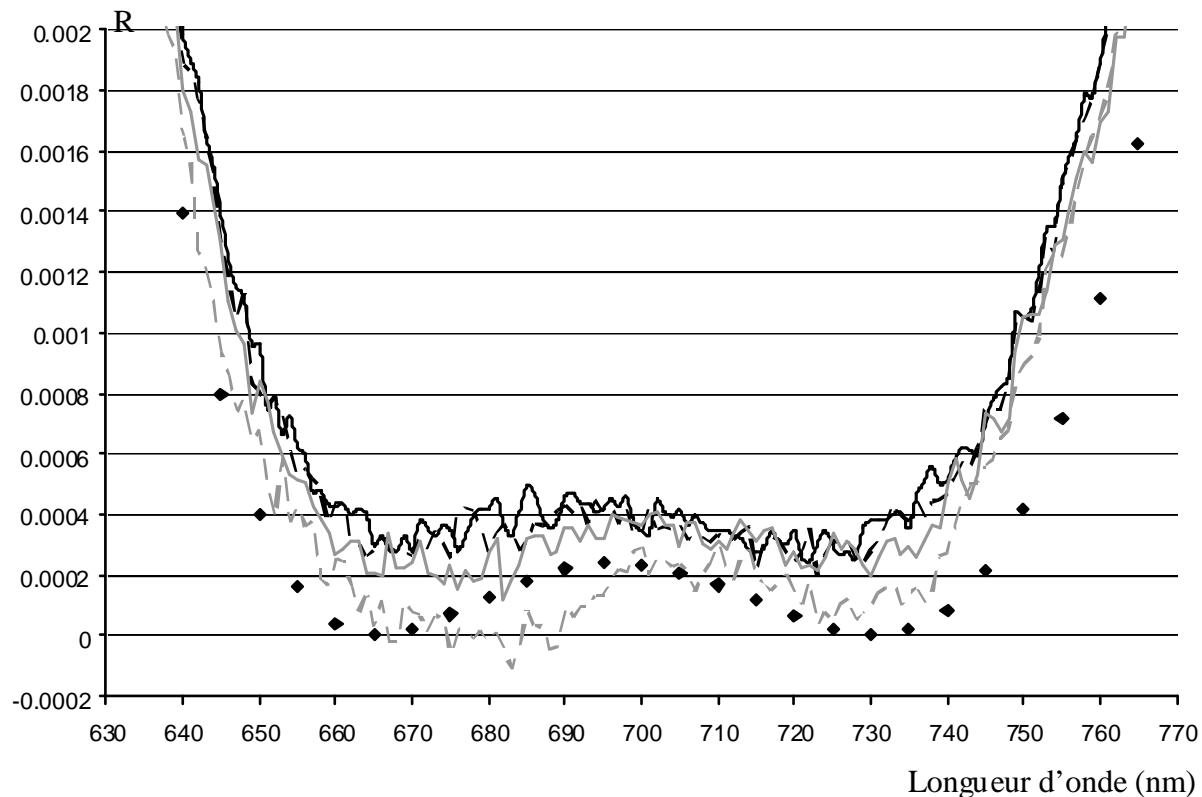
Tableau 5-3

Les différentes fonctions de mérite sont calculées à partir de relations analogues à celles présentées précédemment (5-7 à 5-10) en utilisant cette fois les profils spectraux en transmission. Dans le cas présent, on a donc $\chi^0_{gabarit} = 0.0588$ avec $T_{gabarit}(\lambda_j) = 1$, $\lambda_j \in [650 \text{ nm} ; 750 \text{ nm}]$.

En ce qui concerne les dépôts 3 et 4, la brusque dégradation des fonctions χ^k_{cible} et $\chi^k_{estimée}$ ne survient pas à la 3^{ème} couche comme auparavant, mais à la 2^{ème}. En fait, pour ces deux dépôts, plusieurs essais ont été nécessaires avant de parvenir à réaliser la seconde couche. En effet, le plasma ne parvenant pas à s'enclencher, il a fallu stopper puis recommencer les dépôts à 3 ou 4 reprises. Cela pose évidemment des problèmes d'inhomogénéité au niveau de la couche, on peut observer que les accords théorie - mesures sont assez bons pour des longueurs d'onde situées entre 400 et 600 nm mais ce n'est plus le cas au delà de ce domaine. Les indices déposés ne sont probablement pas ceux supposés et sont difficiles à évaluer.

Comme pour les dépôts 1 et 2, les fonctions $\chi^k_{gabarit}$ restent assez bonnes. Il faut cependant juger ces résultats avec précaution, car des problèmes thermiques ou d'indice peuvent engendrer des erreurs au niveau de l'estimation des épaisseurs déposées. Le calcul des différents profils spectraux théoriques peut alors aboutir à de bonnes fonctions de mérite $\chi_{gabarit}$ sans pour autant qu'il soit possible de les atteindre.

La figure suivante montre les résultats des réalisations 3 et 4 de l'anti-reflet à température ambiante et de dépôt :



traits noir et gris continus: mesures des dépôts 3 et 4 à température de dépôt
 traits noir et gris discontinus : mesures des dépôts 3 et 4 à température ambiante
 Losanges noirs : profil théorique initial à déposer

Figure 5-5

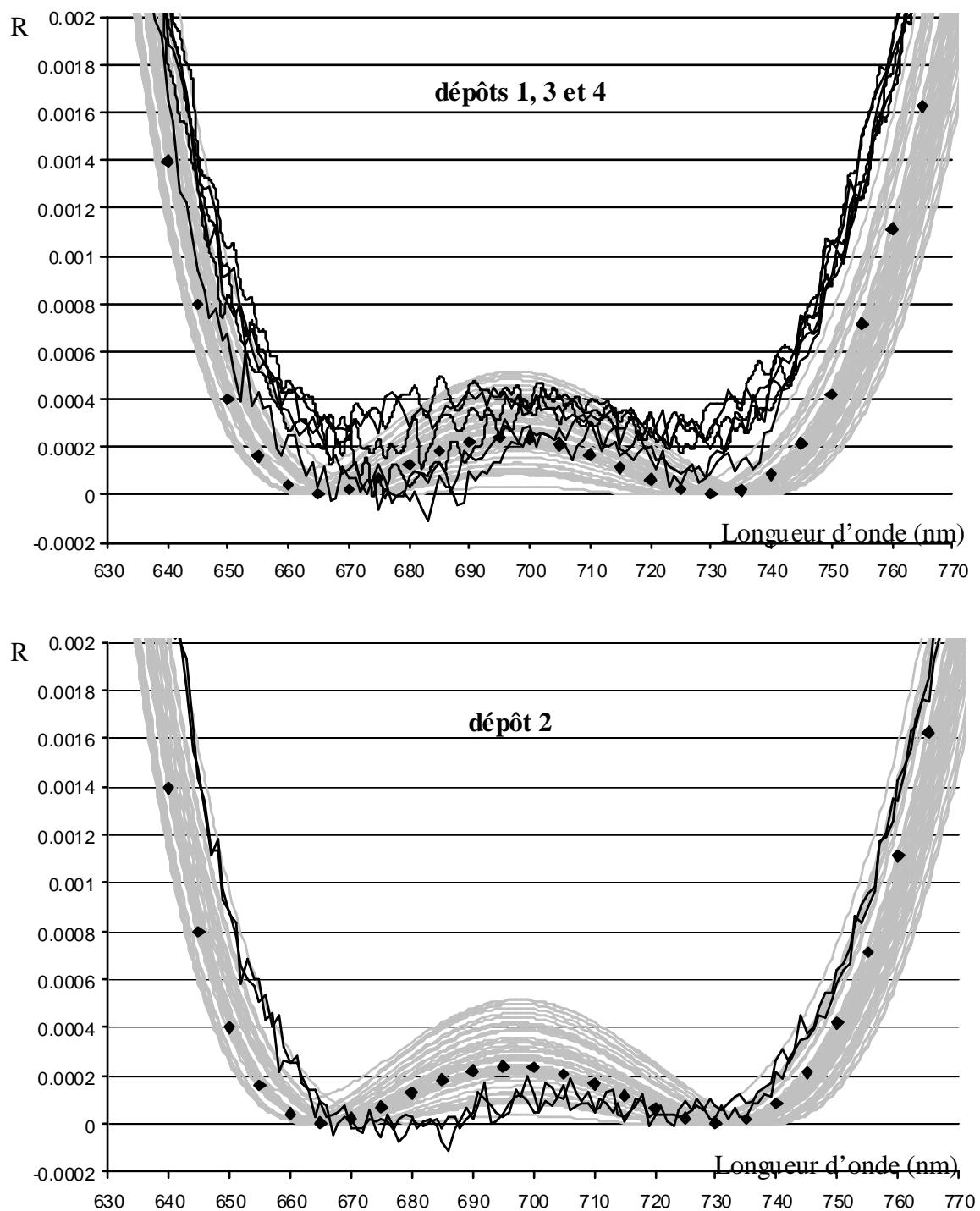
Les performances obtenues sont analogues à celles des dépôts 1 et 2. Les différences parfois notables entre les mesures aux températures de dépôt et à température ambiante sous vide sont liées à des problèmes thermiques.

5.1.2. Simulations de dépôts

A défaut de pouvoir comparer les résultats des différentes réalisations de cet anti-reflet avec des mesures au Perkin Elmer, des simulations ont été menées afin d'avoir une opinion sur la difficulté de fabrication de ce filtre. Rappelons que ces simulations ne prennent pas en compte certains paramètres qui posent problème lors des réalisations, en particulier les problèmes thermiques. D'un autre côté, elles ne prennent pas non plus en compte l'étape de réoptimisation qui permet de compenser au moins partiellement les erreurs de dépôt.

Les 50 simulations présentées figure 5-6 concernent des contrôles large bande en réflexion (en transmission, les résultats sont analogues), avec des critères d'arrêt basés sur l'épaisseur estimée et la plage spectrale de contrôle [400 nm ; 1000 nm]. Des erreurs d'indice sont

également simulées, quant aux écarts-type, ce sont les même que ceux utilisés au chapitre précédent.



courbes grises : simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreurs sur les indices

plage spectrale de contrôle : [400 nm ; 1000 nm] (50 simulations par graphe)

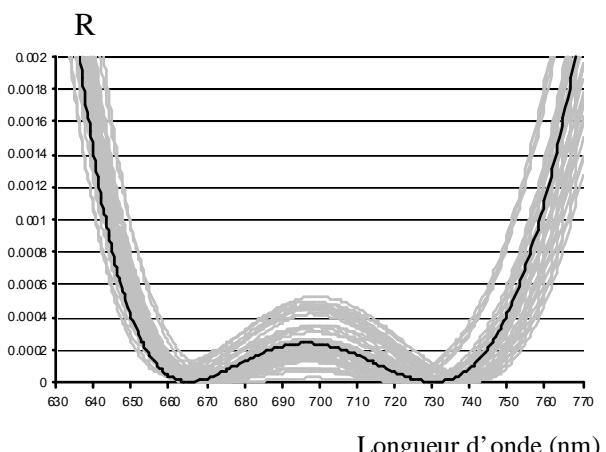
courbes noires : mesures des anti-reflets aux températures de dépôts et à température ambiante

losanges noirs : profil théorique initial à déposer

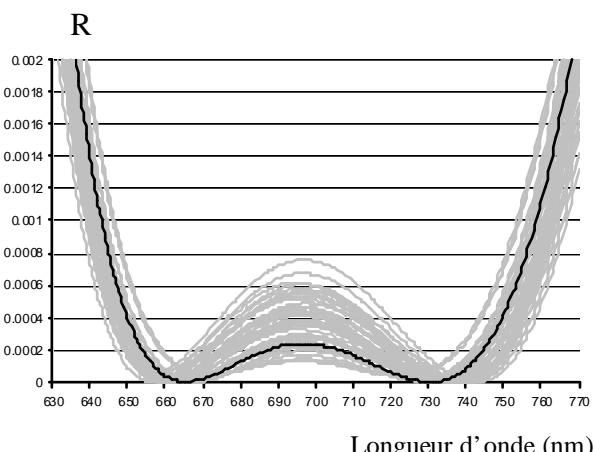
Figure 5-6

Les performances des différentes réalisations sont du même ordre de grandeur que ce qu'indiquent les simulations. Notons tout de même que les fronts sont plus resserrés, la partie anti-reflet étant moins étendue qu'en théorie. Sur les quatre dépôts réalisés, trois ont subi des problèmes de matériel indépendants du contrôle. Pour le premier, un dysfonctionnement du quartz a conduit au dépôt d'une couche d'épaisseur nettement trop faible difficilement compensable. Pour les dépôts 3 et 4, des problèmes récurrents d'enclenchement du plasma ont provoqué de fortes inhomogénéités. Malgré ces difficultés, on atteint des niveaux de réflexion proches de ceux indiqués par les simulations. Le seul dépôt s'étant déroulé normalement (dépôt 2) a conduit à d'excellentes performances. Soulignons par ailleurs que les 4 exemplaires de l'anti-reflet figurant dans ce manuscrit sont les seuls qui ont été réalisés, aucun essai préliminaire n'avait été effectué.

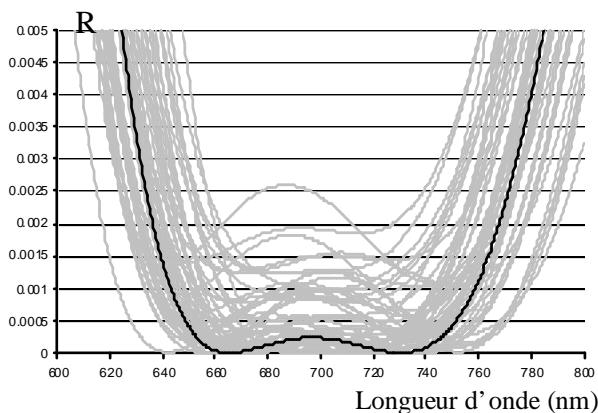
A titre indicatif, d'autres contrôles de dépôts ont été simulés mais non réalisés. Ils montrent en ce qui concerne le contrôle large bande que le critère d'arrêt choisi est bien le meilleur. L'arrêt sur la dérivée de la fonction de mérite est dans ce cas légèrement moins performant. Pour ce qui est des contrôles spectrophotométriques monochromatiques en réflexion de type DRE ou sur niveau ainsi que du contrôle par microbalance à quartz, les résultats sont présentés sur la figure 5-7 a, b et c. Les paramètres utilisés pour simuler les contrôles spectrophotométriques monochromatiques figurent dans le tableau 5-4. La première couche du filtre étant trop courte, aucune longueur d'onde située dans la plage [400 nm ; 1000 nm] ne permet un contrôle de type DRE, on utilise donc dans ce cas un contrôle par microbalance à quartz.



(a) : contrôle monochromatique de type DRE



(b) : contrôle monochromatique sur niveau



(c) : contrôle par microbalance à quartz

simulations de dépôts de l'anti-reflet 4 couches avec erreurs d'indice
par contrôles monochromatiques ou microbalance à quartz
courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 5-4)
courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 par graphe)

Figure 5-7

Le DRE montre des performances assez similaires au contrôle large bande, encore que la première couche contrôlée au quartz ait été simulée avec un écart type de 2 % sur l'épaisseur. Cela correspond à une très bonne microbalance à quartz, bien meilleure que celle dont nous disposons au laboratoire (écart type de l'ordre de 5%).

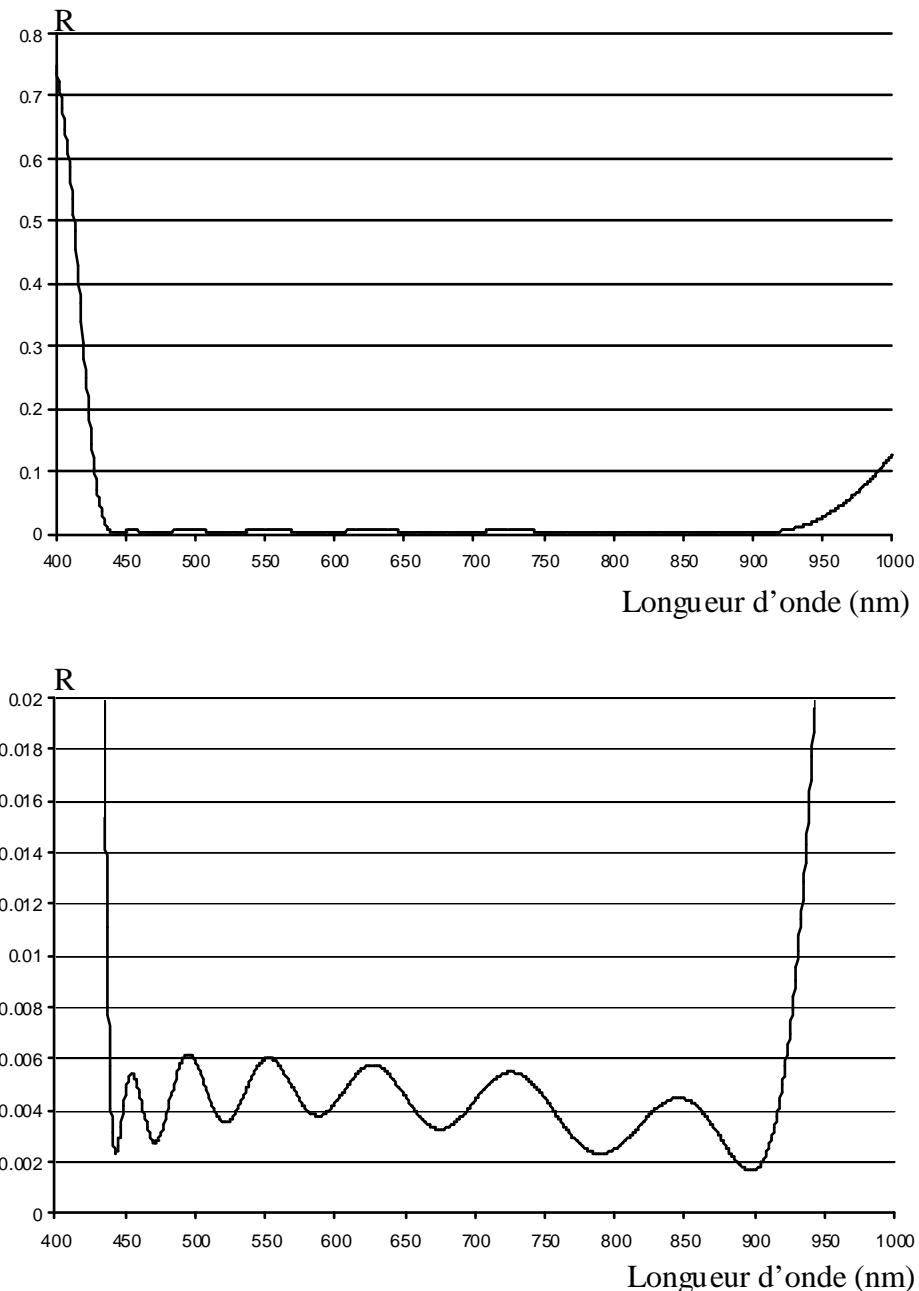
Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		
			Arrêt DRE		Arrêt sur niveau
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	λ_0 (nm)
1	14,3	n_{HfO_2}	QUARTZ	24	400
2	276	n_{SiO_2}	673	24	426
3	121	n_{HfO_2}	504	22	458
4	99	n_{SiO_2}	668	24	410

Tableau 5-4

5.2. Anti-reflet 16 couches

5.2.1. Réalisation

Un second anti-reflet a été réalisé mais cette fois ci en un seul exemplaire. Il s'agit d'un empilement de 16 couches non quart d'onde (cf figure 5-8 et tableau 5-5) contrôlé large bande en réflexion avec arrêt sur l'épaisseur estimée. Les matériaux utilisés sont les mêmes qu'auparavant (cf relations 5-1 à 5-6).



Profil spectral en réflexion de l'anti-reflet 16 couches

Figure 5-8

	épaisseurs (nm)	matériaux
couche 1	15,8	HfO ₂
couche 2	44	SiO ₂
couche 3	154	HfO ₂
couche 4	57,8	SiO ₂
couche 5	11,2	HfO ₂
couche 6	120	SiO ₂
couche 7	38,6	HfO ₂
couche 8	18,2	SiO ₂
couche 9	84,7	HfO ₂
couche 10	55,7	SiO ₂
couche 11	12,4	HfO ₂
couche 12	120,4	SiO ₂
couche 13	38,8	HfO ₂
couche 14	16,3	SiO ₂
couche 15	80,9	HfO ₂
couche 16	102,3	SiO ₂

Le substrat est un verre de silice

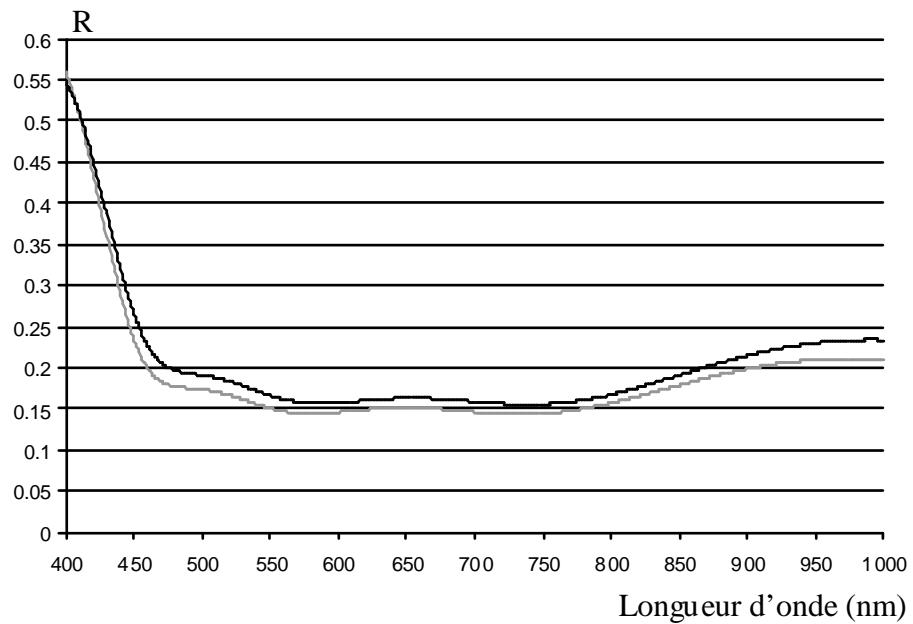
structure de l'empilement

Tableau 5-5

La zone anti-reflet n'atteint pas des niveaux de réflexion aussi faibles que ceux du précédent filtre, mais elle est plus étendue, de 440 nm à 920 nm. L'étape de réoptimisation a d'ailleurs été effectuée en visant un facteur de réflexion nul sur ce domaine de longueurs d'onde.

Avec un nombre de couches plus élevé que le précédent anti-reflet, ce filtre est évidemment plus difficile à réaliser. En théorie, cela ne pose pas de problème car l'étape de réoptimisation permet de compenser les erreurs. Mais à cause des problèmes thermiques et des éventuels problèmes d'indice, les erreurs s'accumulent et sont de plus en plus difficilement compensables. Cet empilement possède d'ailleurs de nombreuses couches de faibles épaisseurs, d'une quinzaine de nanomètres voire moins.

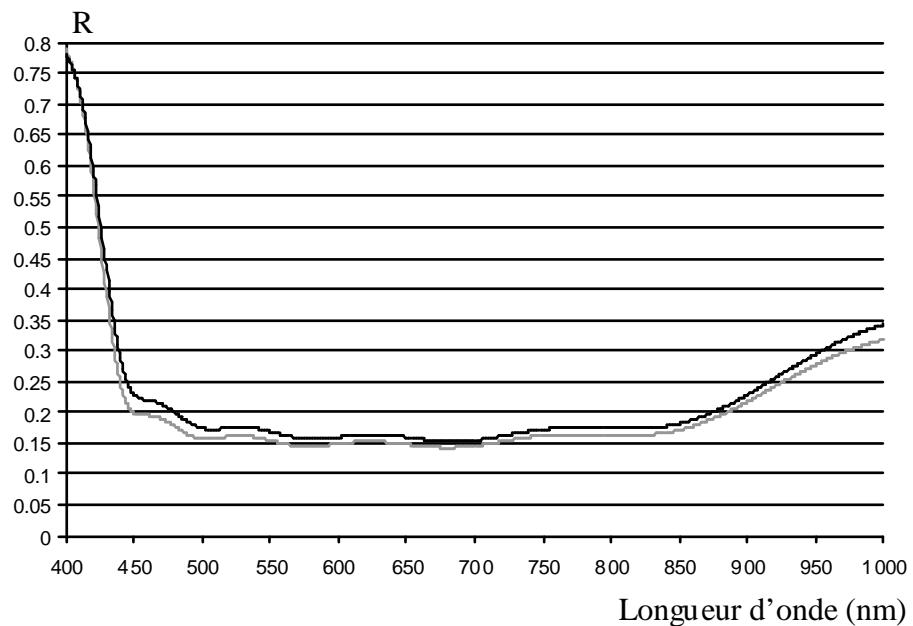
Hormis les difficultés habituelles, les couches 8 et 14 de cet anti-reflet sont extrêmement délicates à déposer. En effet, lors du dépôt de ces deux couches relativement fines, les profils spectraux varient très peu sur l'ensemble de la plage de contrôle [400 nm ; 1000 nm]. Leur contrôle est donc très sensible vis à vis du moindre problème de mesure (cf figures 5-9 et 5-10).



courbe grise : profil théorique après dépôt de la couche 7

courbe noire : profil théorique après dépôt de la couche 8

Figure 5-9

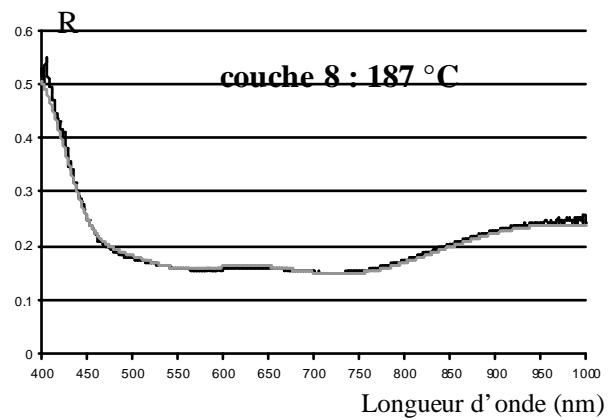
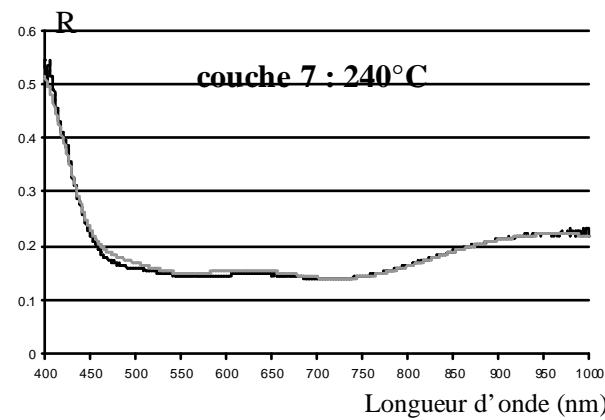
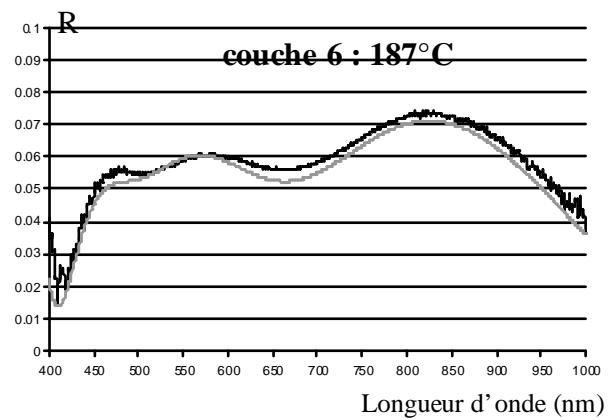
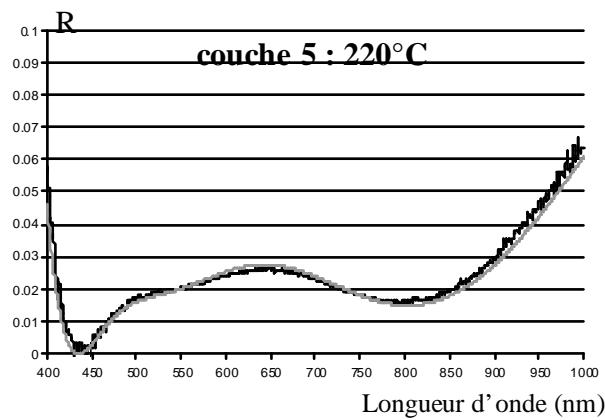
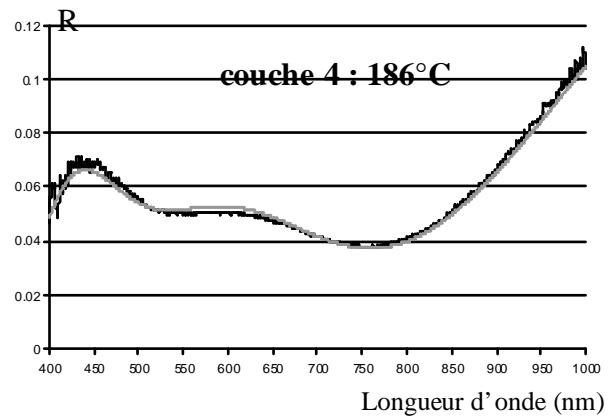
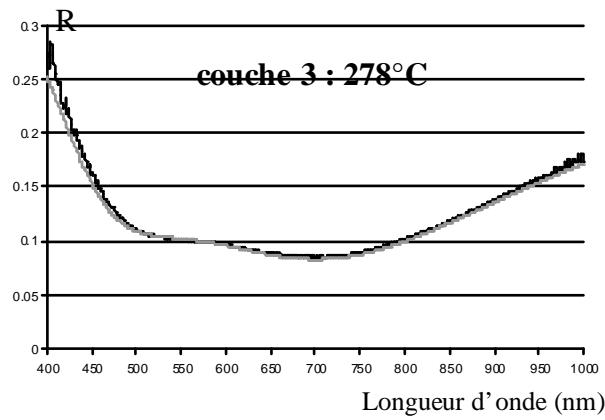
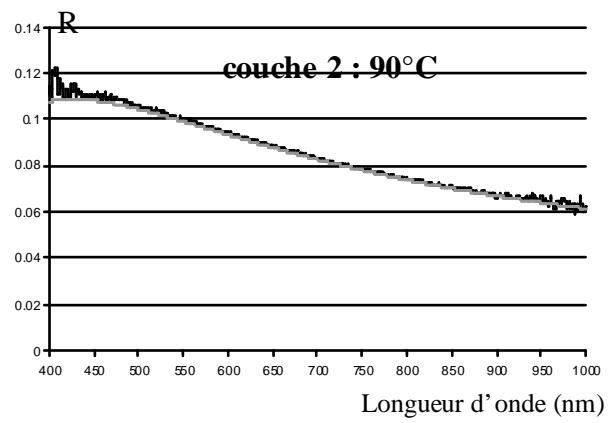
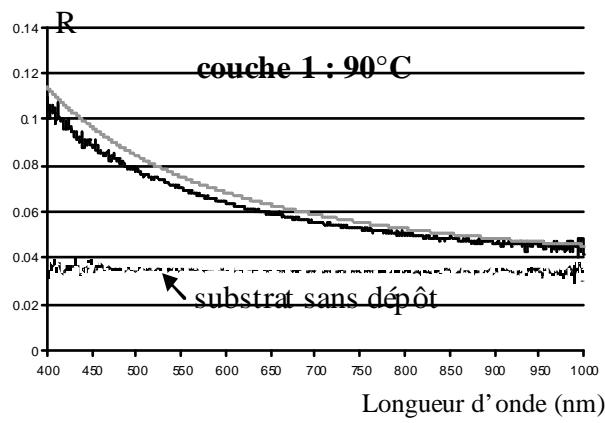


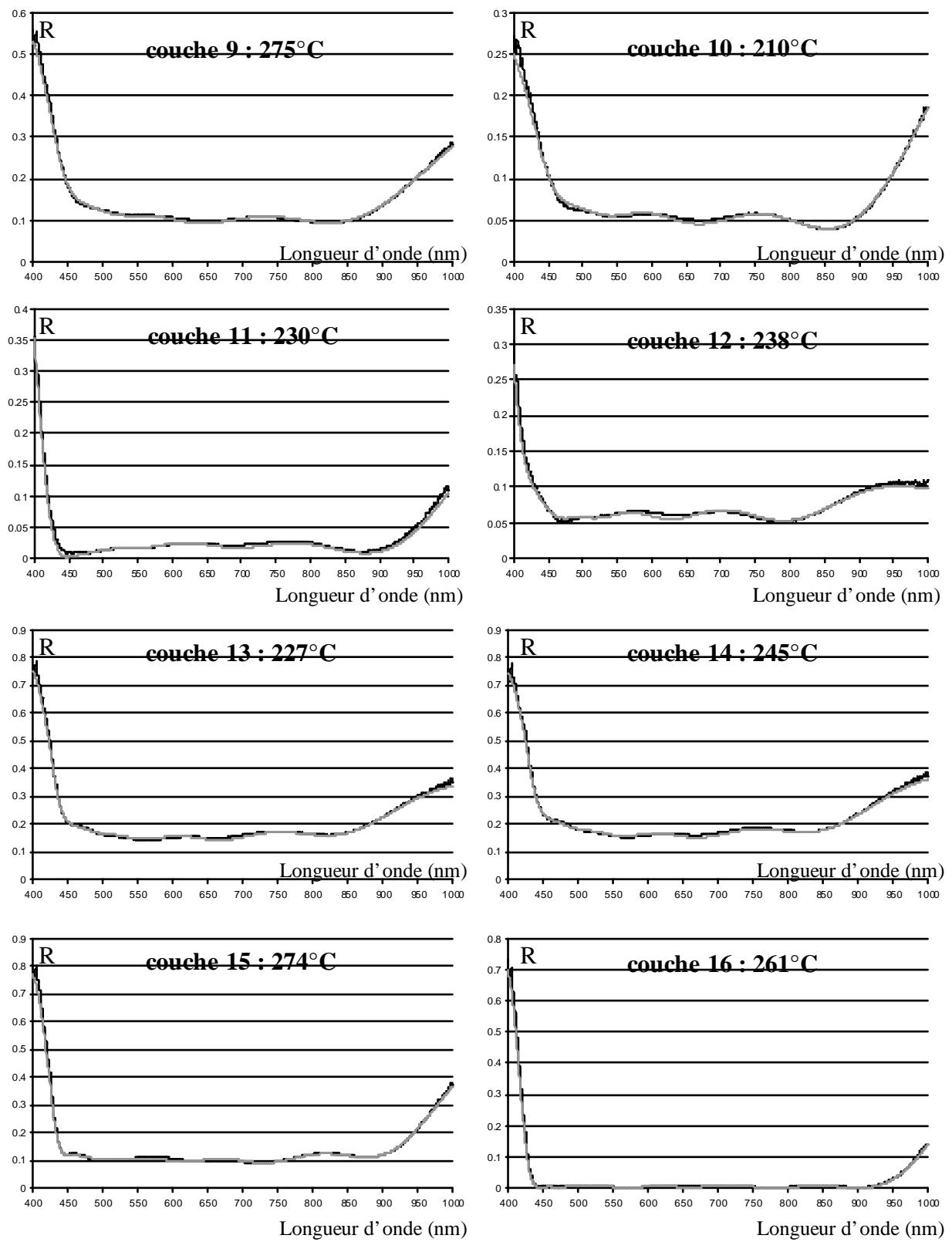
courbe grise : profil théorique après dépôt de la couche 13

courbe noire : profil théorique après dépôt de la couche 14

Figure 5-10

Les mesures couche après couche en réflexion sont présentées sur la figure 5-11.





dépôt contrôlé sur [400 nm ; 1000 nm] en réflexion / arrêt sur l'épaisseur estimée

courbes noires : profils spectraux mesurés

courbes grises : profils théoriques réoptimisés à atteindre en fin de dépôt (cf tableau 5-6)

Figure 5-11

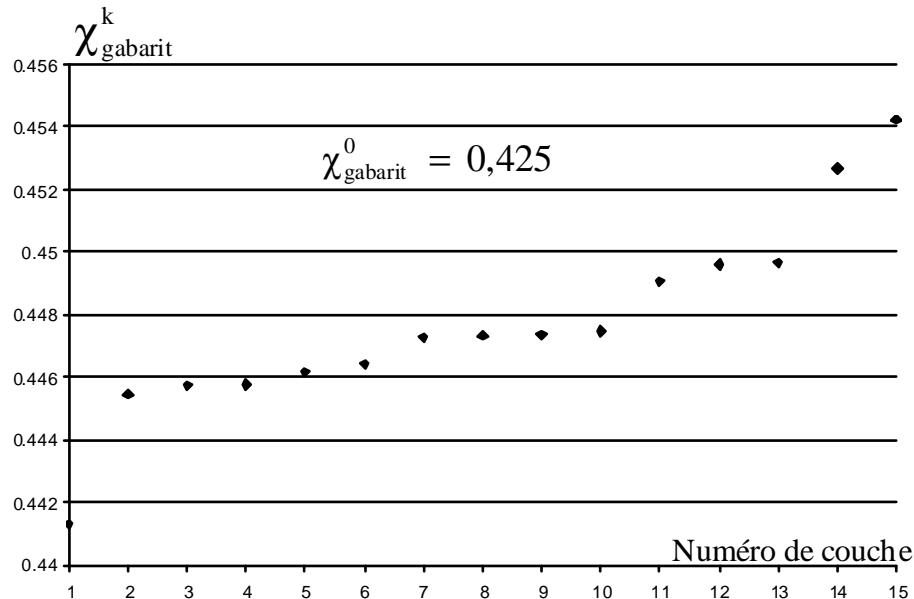
	Numéro de couche (k)							
	1	2	3	4	5	6	7	8
e _{INITIALE}	15,8	44	154	57,8	11,22	120	38,6	18,2
e _{reopl1}	14,6	44,4	152,0	57,3	10,5	122,4	38,5	17,4
e _{reopl2}	-	42,5	150,1	54,8	9,8	127,3	37,3	16,9
e _{reopl3}	-	-	150,7	56,1	10,4	122,8	37,7	17,2
e _{reopl4}	-	-	-	56	10,4	123,3	37,6	17,2
e _{reopl5}	-	-	-	-	10,1	124,5	37,9	17,3
e _{reopl6}	-	-	-	-	-	125,1	38,3	18
e _{reopl7}	-	-	-	-	-	-	37,3	17,2
e _{reopl8}	-	-	-	-	-	-	-	17,6
e _{reopl9}	-	-	-	-	-	-	-	-
	Numéro de couche (k)							
	9	10	11	12	13	14	15	16
e _{INITIALE}	84,7	55,7	12,4	120,4	38,8	16,3	80,9	102,3
e _{reopl1}	85,1	56,1	12,2	119,6	39,1	16,3	80,4	101,6
e _{reopl2}	86,4	54,8	12,0	120,7	38,5	16,3	80,3	101,4
e _{reopl3}	86,0	54,9	12,1	120,7	38,5	16,4	80,4	101,4
e _{reopl4}	86	54,9	12,1	120,7	38,5	16,4	80,4	101,4
e _{reopl5}	85,2	55,3	12,2	120,2	38,7	16,4	80,4	101,5
e _{reopl6}	83,3	55,7	12,2	120,0	38,7	16,4	80,4	101,5
e _{reopl7}	86,8	55,2	12,4	118,8	38,8	16,5	80,4	101,6
e _{reopl8}	85,9	54,9	12,3	120	38,6	16,5	80,4	101,5
e _{reopl9}	86	55,1	12,5	119,2	38,6	16,5	80,4	101,5
e _{reopl10}	-	55,2	12,5	118,8	38,7	16,5	80,5	101,5
e _{reopl11}	-	-	11,6	122,3	38,9	16,5	79,6	101,7
e _{reopl12}	-	-	-	122,7	39	16,8	78,8	101,9
e _{reopl13}	-	-	-	-	38,8	16,7	79,3	101,8
e _{reopl14}	-	-	-	-	-	17,6	77,7	102,1
e _{reopl15}	-	-	-	-	-	-	78,2	102,0
e _{finale}	-	-	-	-	-	-	-	101,5

épaisseurs noires : épaisseurs à déposer
épaisseurs grises : épaisseurs déposées estimées

Tableau 5-6

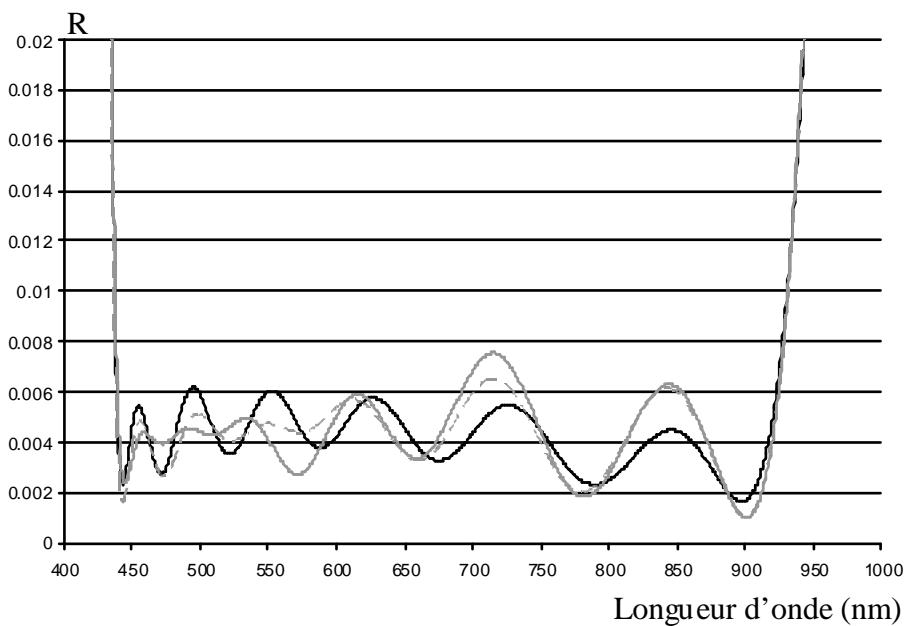
En général, on considère qu'un arrêt est très bon lorsque la différence entre l'épaisseur déposée estimée et l'épaisseur théorique à déposer n'excède pas 0,5 nm. Au dessus d'un nanomètre ce dernier est jugé plutôt mauvais. Dans le cas présent, sur les 16 estimations d'épaisseur, trois d'entre elles présentent des écarts supérieurs ou égal à l'unité par rapport

aux valeurs théoriques. Dans l'ensemble, les arrêts sont donc corrects. Le dépôt ne pose pas de réelles difficultés car les éventuelles erreurs sont compensées de manière efficace lors de la phase de réoptimisation (cf figures 5-12 et 5-13). Les différentes valeurs de la fonction χ_{gabarit}^k , tout en augmentant au cours du dépôt, restent bonnes.



Valeurs de la fonction de mérite χ_{gabarit}^k au cours du dépôt.

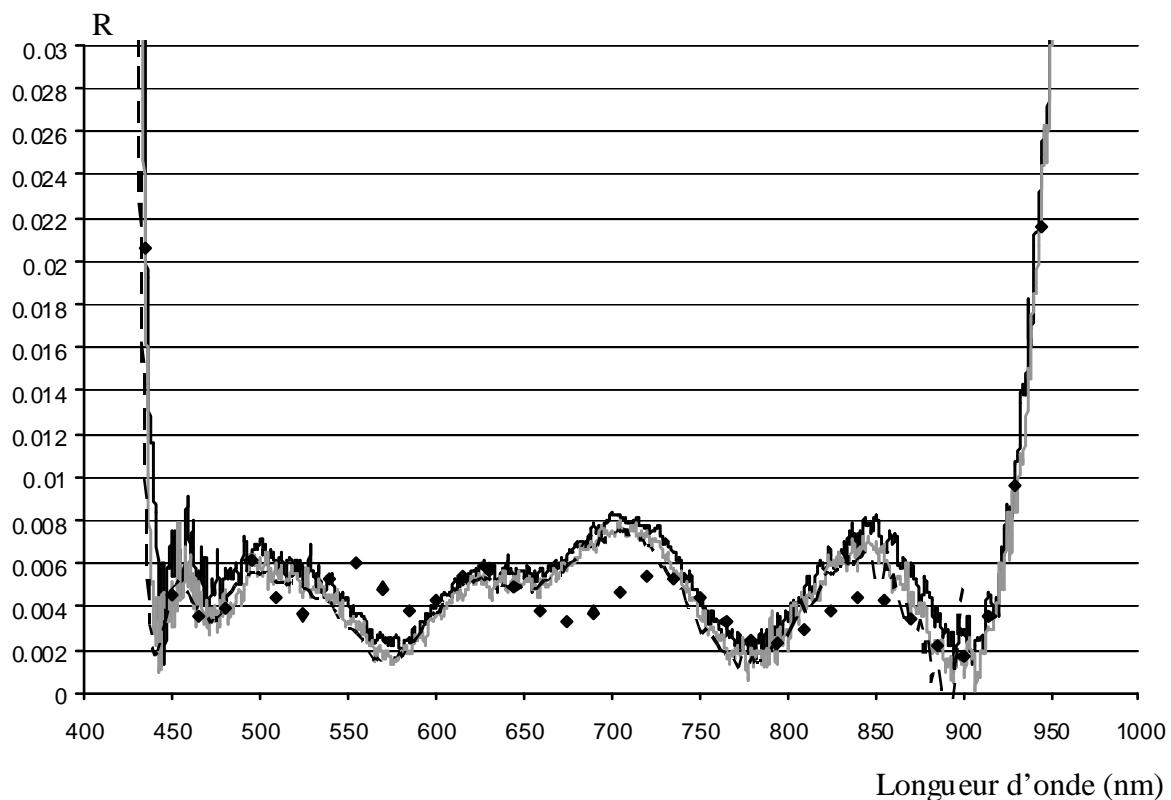
Figure 5-12



courbe noire : profil théorique initial à déposer
 trait gris discontinu : résultat de l'optimisation après le dépôt de la première couche
 trait gris continu : résultat de l'optimisation avant le dépôt de la dernière couche

Figure 5-13

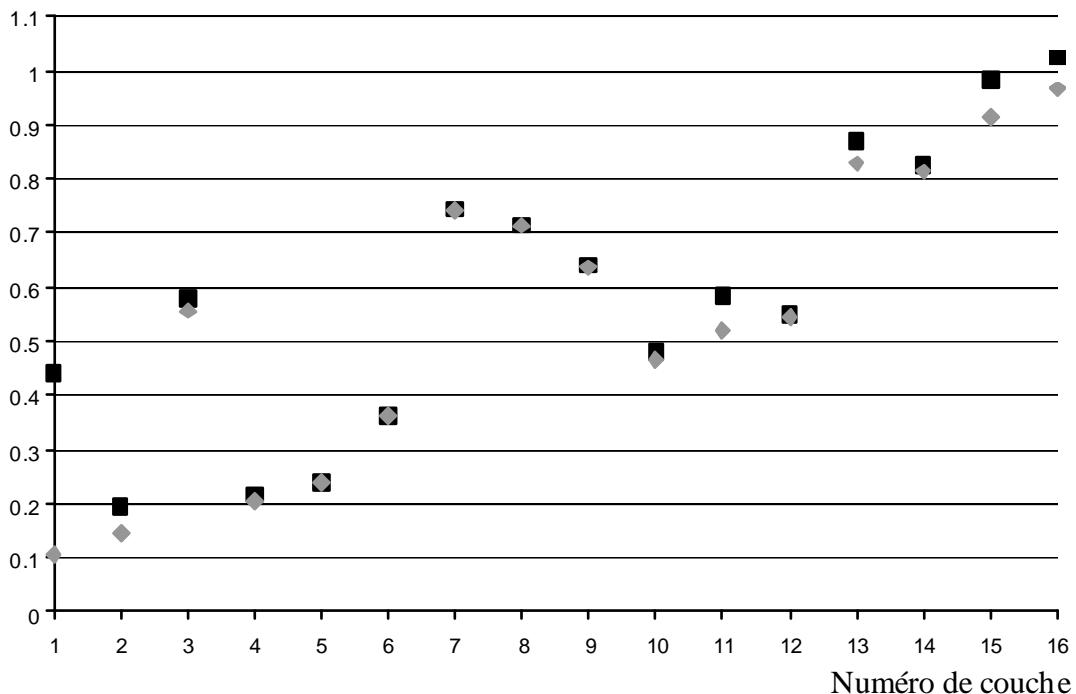
Sur le graphe 5-14 on peut visualiser de manière plus précise les performances de l'anti-reflet réalisé. Les mesures de ce filtre effectuées au Perkin Elmer y figurent également.



traits noir et gris continus : mesures au contrôle large bande à température de dépôt et à température ambiante
 trait noir discontinu : mesure au Perkin Elmer
 Losanges noirs : profil théorique initial à déposer

Figure 5-14

Compte tenu des erreurs de dépôt, et de leur compensation partielle, on obtient un profil spectral final assez proche des performances initialement prévues. En théorie, il devrait même presque se superposer au profil réoptimisé juste avant le dépôt de la dernière couche, ce qui n'est pas le cas. Cela supposerait toutefois que les différentes épaisseurs estimées soient réellement celles qui ont été déposées. C'est la fonction de mérite $\chi^k_{\text{estimée}}$ qui permet de juger de la qualité des estimations. Les valeurs de cette dernière sont assez importantes comme l'indique la figure 5-15 où est également représentée la fonction χ^k_{cible} .



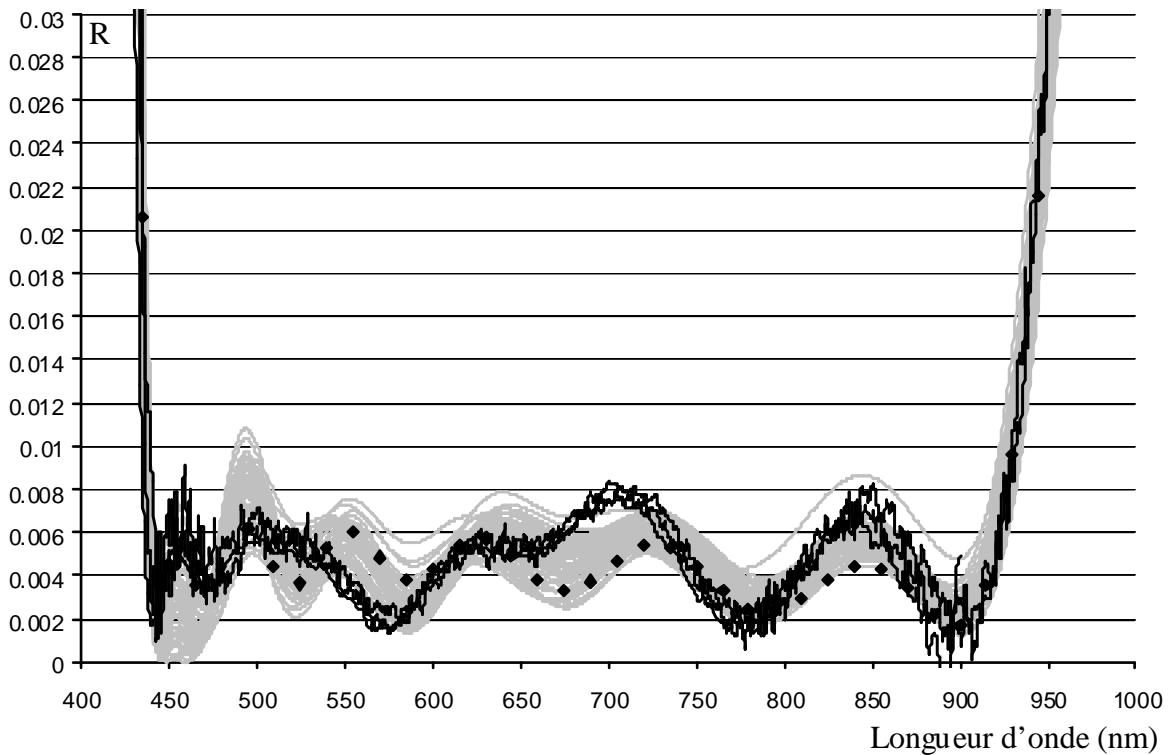
carrés noirs : χ^k_{cible} / losanges gris : $\chi^k_{\text{estimée}}$

Figure 5-15

Une valeur dégradée de la fonction de mérite $\chi^k_{\text{estimée}}$ implique du même coup des valeurs relativement importantes pour la fonction χ^k_{cible} . Les causes ont déjà été identifiées, elles sont liées aux problèmes d'indice en particulier pour les couches fines qui peuvent présenter de l'inhomogénéité et aux problèmes thermiques. Rappelons cependant que des valeurs de fonction de mérite $\chi^k_{\text{estimée}}$ dégradées ne signifient pas pour autant que les épaisseurs estimées à partir des mesures soient fausses. En revanche l'incertitude sur ces valeurs est plus grande.

5.2.2. Simulations de dépôts

Des simulations de dépôt prenant en compte les erreurs d'indice ont été réalisées pour ce filtre anti-reflet. Concernant le contrôle large bande, le meilleur arrêt est celui basé sur l'épaisseur estimée avec une plage spectrale de contrôle entre 400 et 1000 nm. Les résultats sont présentés sur la figure 5-16. Il y a une assez bonne concordance entre les mesures et les simulations. Ces dernières seraient cependant meilleures en prenant en compte la réoptimisation couche après couche qui permet de compenser les erreurs de dépôt.



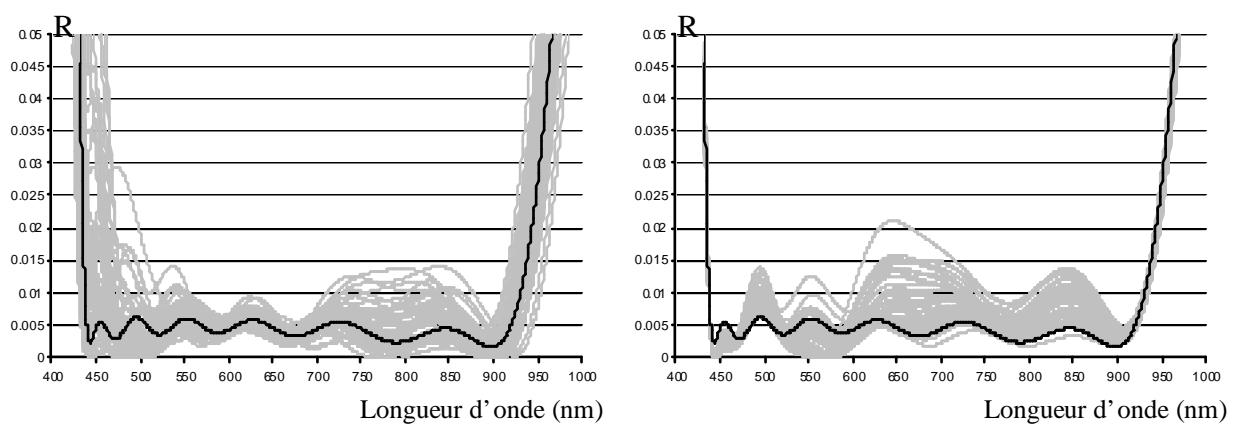
Courbes grises : simulations de dépôts contrôlés large bande avec erreur sur les indices
plage spectrale de contrôle : [400 nm ; 1000 nm] (50 simulations)

Courbes noires : mesures de l'anti-reflet aux températures de dépôts et à température ambiante
au contrôle large bande ainsi qu'au Perkin Elmer

Losanges noirs : profil théorique initial à déposer

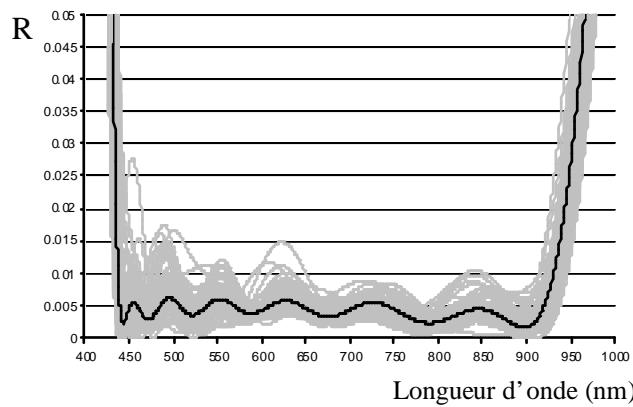
Figure 5-16

A titre indicatif, des simulations portant sur les contrôles monochromatiques (arrêt DRE et sur niveau) et sur des contrôles par microbalance à quartz sont présentées figure 5-17. Les paramètres utilisés figurent dans le tableau 5-7. Aucun d'entre eux n'est aussi performant qu'un contrôle large bande.



(a) : contrôle monochromatique de type DRE

(b) : contrôle monochromatique sur niveau



(c) : contrôle par microbalance à quartz

simulations de dépôts de l'anti-reflet 16 couches avec erreurs d'indice
courbes noires : profils spectraux théoriques à déposer (cf données du tableau 5-4)
courbes grises : chaque courbe correspond à une simulation de dépôt (50 en tout par graphe)

Figure 5-17

Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		
			Arrêt DRE		Arrêt sur niveau
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	λ_0 (nm)
1	15,8	n_{HfO_2}	QUARTZ	24	400
2	44	n_{SiO_2}	638	24	400
3	154	n_{HfO_2}	665	24	450
4	57,8	n_{SiO_2}	QUARTZ	24	425
5	11,2	n_{HfO_2}	552	18	400
6	120	n_{SiO_2}	625	24	432
7	38,6	n_{HfO_2}	QUARTZ	24	438
8	18,2	n_{SiO_2}	502	24	400
9	84,7	n_{HfO_2}	650	14	439
10	55,7	n_{SiO_2}	QUARTZ	24	420
11	12,4	n_{HfO_2}	428	20	400
12	120,4	n_{SiO_2}	619	24	425
13	38,8	n_{HfO_2}	QUARTZ	24	433
14	16,3	n_{SiO_2}	419	24	400
15	80,9	n_{HfO_2}	618	20	429
16	102,3	n_{SiO_2}	594	24	415

Tableau 5-7

5.3. Absorbeur large bande

Parmi les techniques employées pour réaliser des absorbeurs de lumière, on peut citer les revêtements de peinture noire ainsi que l'anodisation de surface. Avec ces deux méthodes à bas coût, le taux de réflexion résiduel de lumière parasite peut atteindre quelques pourcents seulement [60]. Cependant, pour les cas où une absorption plus faible serait nécessaire (<1%), elles sont inappropriées, il faut alors utiliser des filtres interférentiels.

L'objectif est donc de trouver un empilement d'épaisseurs et d'indices adéquat permettant d'obtenir des facteurs de transmission et de réflexion nul. L'annulation de la transmission est simple à réaliser, il suffit de déposer sur un matériau quelconque une couche métallique opaque. En revanche l'annulation de la réflexion est plus difficile. Si on désire des propriétés d'absorption monochromatiques, une solution simple consiste à déposer sur la couche métallique fortement réfléchissante un miroir constitué d'un empilement de couches minces diélectriques. Avec la cavité Fabry-Perot ainsi formée, on obtient un pic d'absorption centré à une longueur d'onde. Les performances de l'absorbeur sont cependant limitées à une plage spectrale très restreinte. La réalisation d'un absorbeur large bande passe nécessairement par l'emploi d'une structure métal-diélectrique déposée sur la couche métallique opaque [60]. L'avantage d'un tel empilement est qu'il permet d'obtenir une absorption très faible avec un nombre limité de couches. Cependant, l'emploi de métaux est assez délicat car l'incertitude au niveau des indices est grande (cf chapitre 3).

Le profil théorique de l'absorbeur large bande réalisé dans le cadre de cette thèse est présenté figure 5-18. Il s'agit d'un empilement de 6 couches alternant silice et hafnium (cf tableau 5-8). Les métaux utilisés sont ceux caractérisés au chapitre 3, les différentes lois d'indice sont rappelées par la suite (la longueur d'onde λ est en nanomètres). Ce filtre a été déposé sur un substrat de silice, mais la nature de ce dernier, du fait de la couche opaque, n'a aucune importance.

	épaisseurs (nm)	matériau
couche 1	300	Hf _{métal opaque}
couche 2	38	SiO ₂
couche 3	13	Hf _{métal semi transparent}
couche 4	62.8	SiO ₂
couche 5	8.4	Hf _{métal semi transparent}
couche 6	92	SiO ₂

structure de l'empilement absorbeur large bande

Tableau 5-8

$$n_{\text{Hf opaque}}(\lambda) = 4,7845 - \frac{3,1856 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{2,4810 \cdot 10^{10}}{\lambda^4}$$

$$k_{\text{Hf opaque}}(\lambda) = 3,8656 - \frac{5,0891 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{5,6774 \cdot 10^{10}}{\lambda^4}$$

$$n_{\text{Hf semi transparent}}(\lambda) = 3,7094 - \frac{2,6692 \cdot 10^5}{\lambda^2} - \frac{1,2311 \cdot 10^9}{\lambda^4}$$

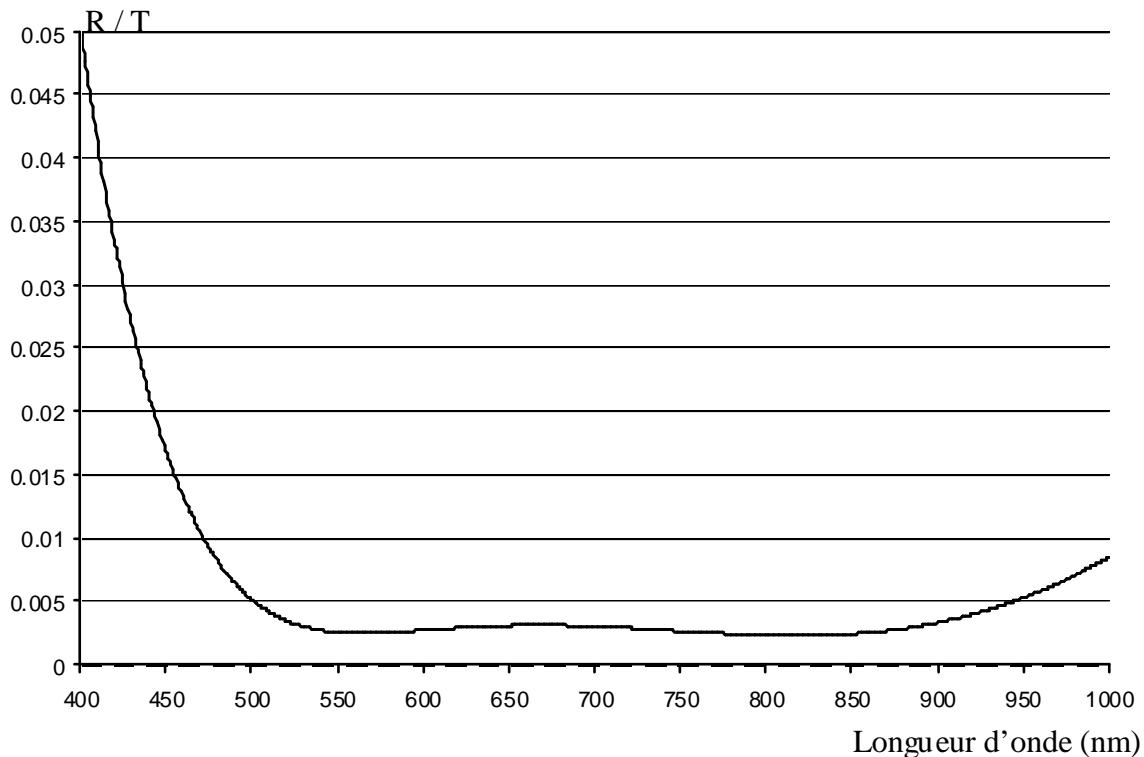
$$k_{\text{Hf semi transparent}}(\lambda) = 3,3459 - \frac{5,3224 \cdot 10^5}{\lambda^2} + \frac{6,0455 \cdot 10^{10}}{\lambda^4}$$

$$n_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 1,4686 + \frac{5,3790 \cdot 10^3}{\lambda^2} - \frac{2,3097 \cdot 10^8}{\lambda^4}$$

$$k_{\text{SiO}_2}(\lambda) = 0$$

$$n_{\text{SiO}_2 \text{ SUBSTRAT}}(\lambda) = \sqrt{1 + \frac{6,9617 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (6,8404 \cdot 10^1)^2} + \frac{4,0794 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (1,1624 \cdot 10^2)^2} + \frac{8,9748 \cdot 10^{-1} \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (9,8962 \cdot 10^3)^2}}$$

$$k_{\text{SiO}_2 \text{ SUBSTRAT}}(\lambda) = 0$$



traits continu et discontinu : profils spectraux théoriques respectivement
en réflexion et en transmission

Figure 5-18

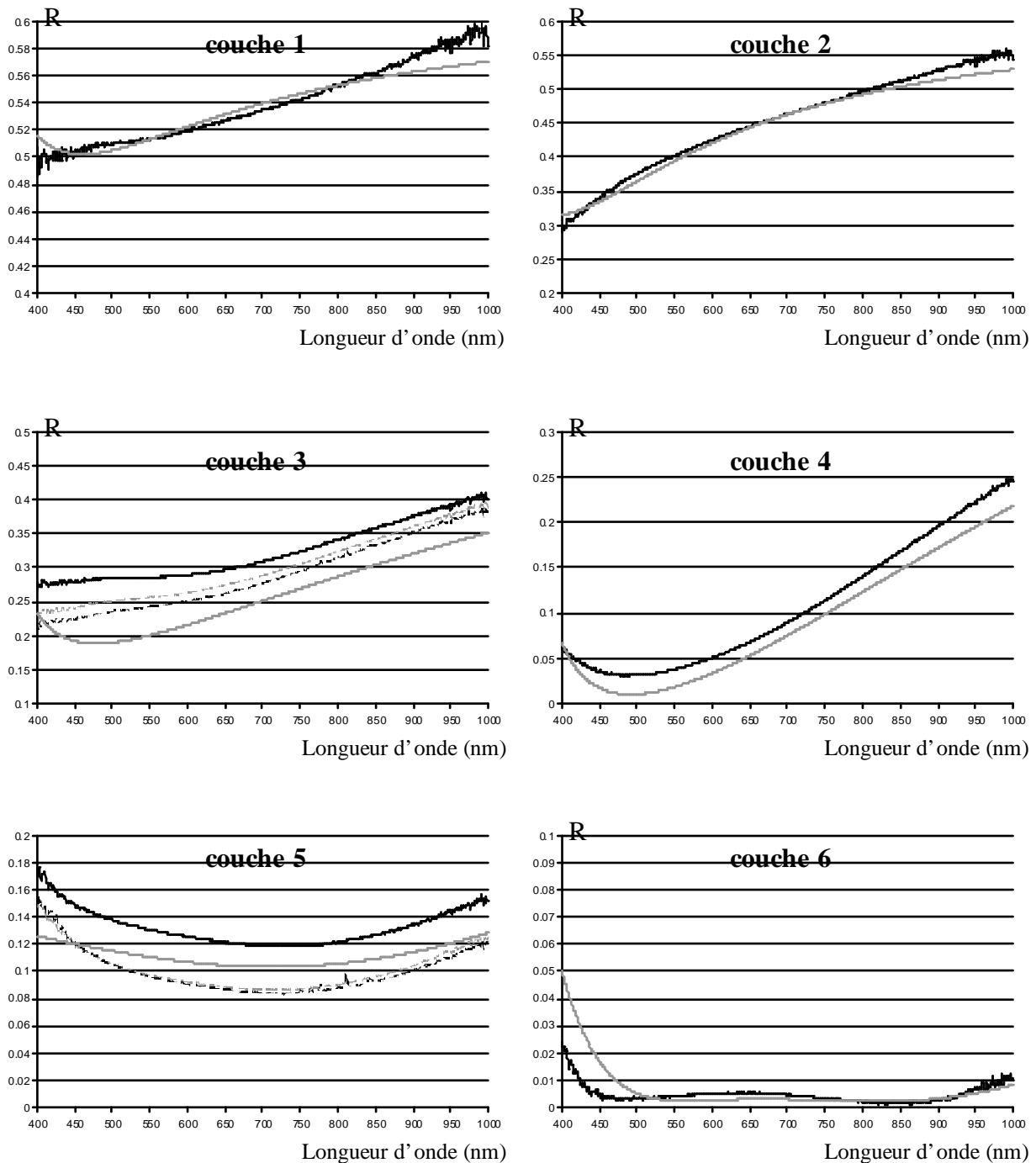
Dans le cas présent, l'incertitude au niveau de l'indice des métaux étant importante (cf chapitre 3), le calcul des profils théoriques à atteindre couche après couche devient très approximatif et le contrôle large bande perd de son intérêt. Pour cette raison, le dépôt de l'absorbeur a été effectué avec des arrêts monochromatiques (cf tableau 5-19). Les couches 4 et 6 sont les seules à pouvoir être contrôlées en DRE. Pour les autres on a choisi l'arrêt sur niveau. Soulignons qu'un arrêt de type DRE est préférable dans ce cas quand on le peut. Les facteurs de réflexion théoriques étant difficiles à prévoir, un arrêt sur niveau peut rendre le contrôle totalement inopérant.

Le système optique conçu dans le cadre de cette thèse est extrêmement utile pour la réalisation de ce type de filtre. En effet, ce dernier étant complètement opaque après le dépôt de la première couche, il est indispensable de disposer d'une voie de mesure en réflexion pour un contrôle spectrophotométrique direct. Sinon, il faudrait se contenter d'un contrôle indirect et utiliser un verre témoin auxiliaire.

Numéro de couche	épaisseurs (nm)	indices	Contrôles monochromatiques		
			Arrêt DRE		Arrêt sur niveau
			λ_0 (nm)	Nombre de points d'interpolation	
1	300	Hf métal opaque	-	-	657
2	38	SiO ₂	-	-	657
3	13	Hf métal semi transparent	-	-	657
4	62,8	SiO ₂	495	18	-
5	8,4	Hf métal semi transparent	-	-	584
6	92	SiO ₂	578	24	-

Tableau 5-19

Les résultats couche après couche en réflexion et en transmission sont présentés sur les figures 5-19 et 5-20. Pour les fines couches d'Hafnium semi transparentes, deux mesures supplémentaires ont été ajoutées, l'une après entrée de l'oxygène et l'autre après l'enclenchement du plasma, juste avant le dépôt de la couche suivante.



traits noirs continus : profils spectraux mesurés à la fin du dépôt de chaque couche

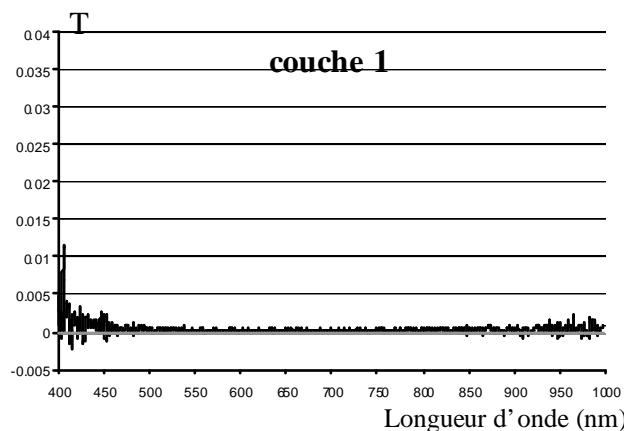
traits gris continus : profils théoriques à atteindre en fin de dépôt

traits discontinus : profils mesurés après dépôt d'une couche métallique semi-transparente

- en gris : après entrée de l'oxygène dans l'enceinte

- en noir : après l'enclenchement du plasma avant le dépôt de la couche suivante

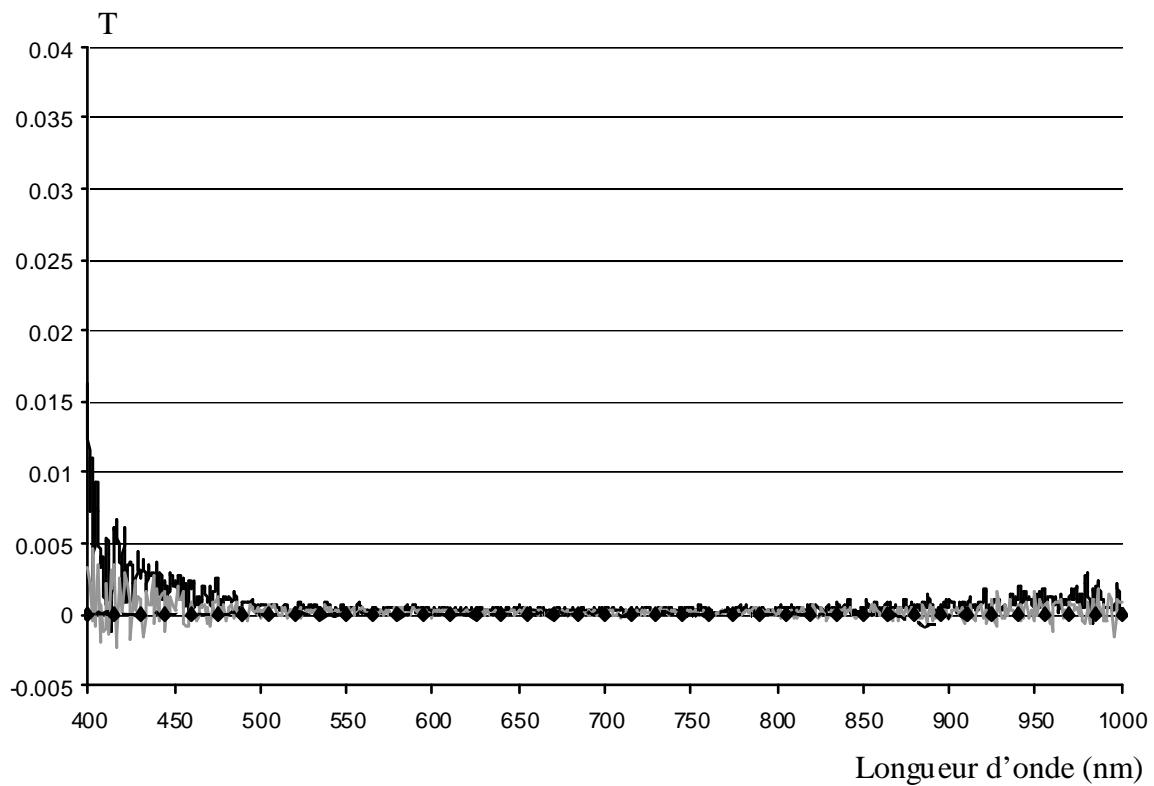
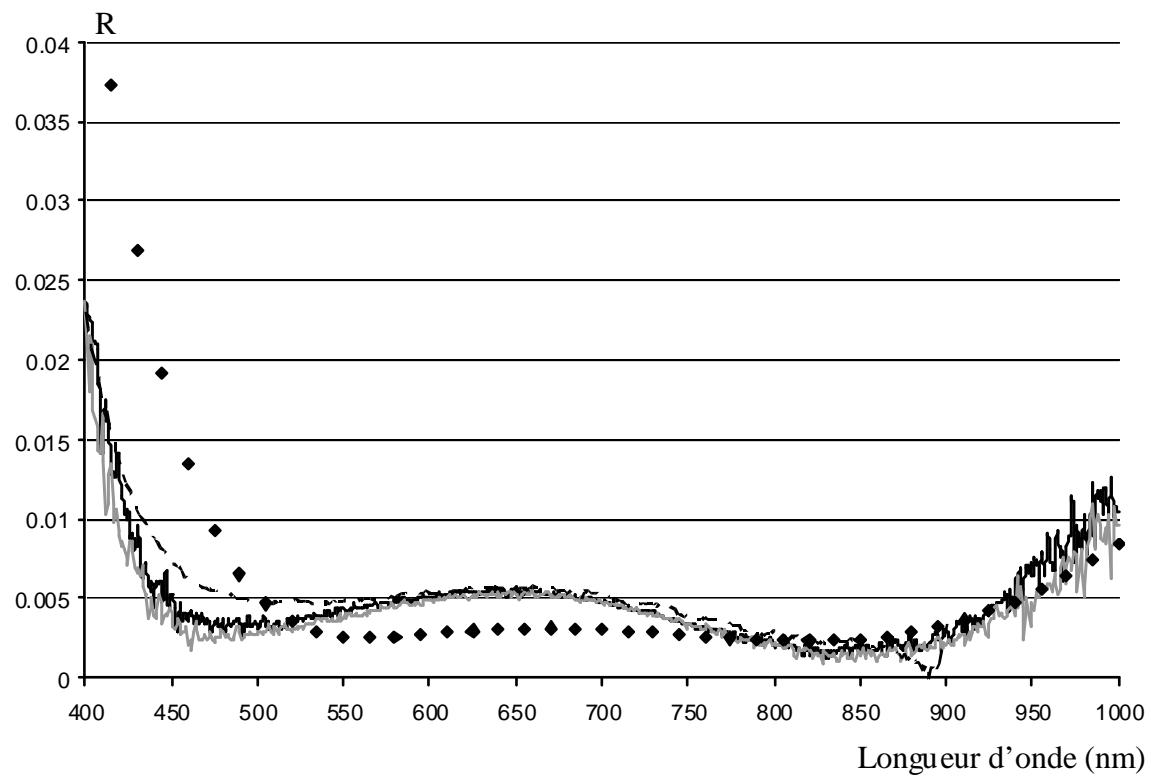
Figure 5-19



courbe noire : profil spectral mesuré à la fin du dépôt de la couche 1
 courbe grise : profil théorique à atteindre à la fin du dépôt de la première couche

Figure 5-20

Au cours du dépôt de la première couche, le facteur de transmission chute tout d'abord brutalement, en moins de 4 minutes il atteint 10%, puis la baisse est plus lente. Il faut attendre 10 minutes pour atteindre 1% et plus d'une demi-heure pour obtenir une couche parfaitement opaque (cf figure 5-20). La température après dépôt est très élevée, elle dépasse 300°C. Les problèmes thermiques surviennent donc dès le dépôt de la première couche. De plus, la forte incertitude sur les indices des métaux augmente encore la difficulté de réalisation du filtre. Comme on peut s'y attendre, les différentes courbes théorie – mesures ne s'accordent pas de manière correcte (cf figure 5-19). Les couches 3 et 5 sont les plus délicates à déposer. Ces fines couches métalliques sont sujettes à des problèmes d'oxydation comme nous l'avons vu lors de la caractérisation de ces matériaux (cf chapitre 3). Après le dépôt des couches métalliques d'hafnium, on introduit de l'oxygène dans l'enceinte afin de déposer la couche suivante de silice. Le facteur de réflexion chute alors brutalement avant de se stabiliser (courbe grise discontinue). Puis l'enclenchement du plasma engendre une seconde baisse (courbe noire discontinue), plus marquée dans le cas présent pour la couche 3. La technique consiste à stopper le dépôt d'hafnium (courbe noire continue) à un niveau de réflexion supérieur au niveau théorique à atteindre (courbe grise continue). Ensuite à cause de l'oxydation, la réflexion baisse et se rapproche du niveau désiré. La reproductibilité du phénomène d'oxydation étant mauvaise, l'anticipation de l'arrêt est assez difficile. Comme le montre la figure 5-19, le dépôt de la couche 3 est trop court et celui de la couche 5 trop long. Au final, le filtre est tout de même assez réussi (cf figure 5-21). L'absorption est moins élevée que prévue, mais la plage spectrale de l'absorbeur est légèrement plus grande. Cette différence de bande passante est vraisemblablement liée aux erreurs sur les indices des métaux. Par contre, l'écart entre les mesures du Perkin Elmer et celles fournies par le système optique de contrôle est très certainement dû aux effets thermiques.



traits noirs et gris continus : mesures au contrôle large bande à température de dépôt et à température ambiante

traits noirs discontinus : mesures au Perkin Elmer

Losanges noirs : profil théorique à déposer

Figure 5-21

A titre indicatif, des simulations en réflexion ont été réalisées en effectuant pour chaque couche d'épaisseur e , un tirage aléatoire gaussien d'écart type $\sigma = 0,5$ nm. Les probabilités sont donc les suivantes :

- 68 % des valeurs sont comprises dans l'intervalle : $e - 0,5$ nm < e < $e + 0,5$ nm
- 95 % des valeurs sont comprises dans l'intervalle : $e - 1$ nm < e < $e + 1$ nm

Concernant les métaux, des erreurs d'indice ont également été prises en compte, à savoir des écarts type de 0,1 sur les coefficients a_0 des lois de Cauchy pour $n(\lambda)$ et $k(\lambda)$. Aucune erreur d'indice pour la silice n'a été simulée. Les résultats obtenus figurent sur le graphique suivant :

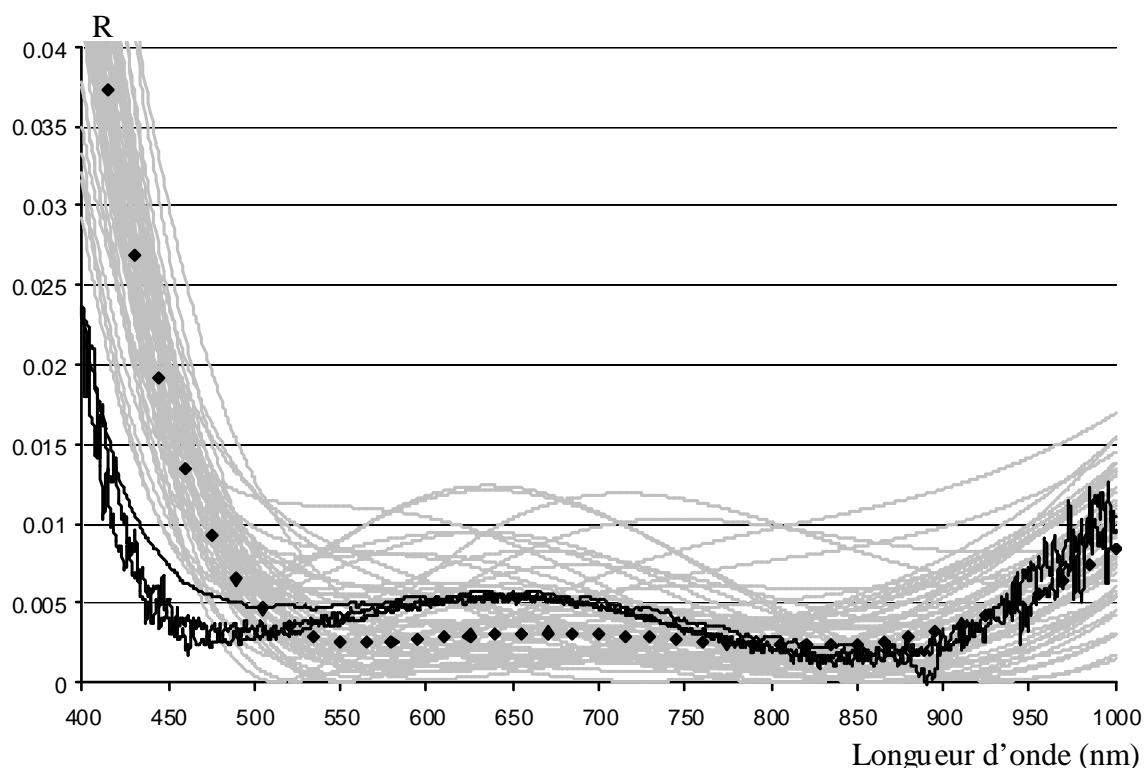


Figure 5-22

Le mauvais accord aux courtes longueurs d'onde entre mesures et simulations est sans doute lié aux problèmes d'indice dont la modélisation reste très approximative. Pour le reste les ordres de grandeur sont les mêmes.

5.4. Filtre colorimétrique

Tous les 3 ans, une conférence internationale OIC (Optical Interference Coatings) rassemblant les spécialistes du domaine des couches minces est organisée. A cette occasion plusieurs problèmes sont proposés, notamment un concernant la fabrication de filtres. En 2007, il s'agissait d'un problème mettant en œuvre des notions de colorimétrie.

5.4.1. Exposé du problème

Toute couleur visible peut être caractérisée par trois intensités lumineuses X, Y, et Z représentant respectivement le rouge, le vert et le bleu :

$$X = k \int_{\lambda_a}^{\lambda_b} \bar{x}(\lambda) S(\lambda) q(\lambda) d\lambda \quad Y = k \int_{\lambda_a}^{\lambda_b} \bar{y}(\lambda) S(\lambda) q(\lambda) d\lambda \quad Z = k \int_{\lambda_a}^{\lambda_b} \bar{z}(\lambda) S(\lambda) q(\lambda) d\lambda$$

$$\text{avec : } k = \frac{100}{\int_{\lambda_a}^{\lambda_b} \bar{y}(\lambda) S(\lambda) d\lambda}$$

$\bar{x}(\lambda)$, $\bar{y}(\lambda)$, $\bar{z}(\lambda)$: fonctions colorimétriques standards de l'observateur (défini par le CIE : Commission Internationale de l'Eclairage).

$S(\lambda)$: distribution spectrale de l'énergie de la source.

$q(\lambda)$: facteur de transmission ou de réflexion de l'objet considéré.

La proportion de rouge, de vert ou de bleu présente dans chaque couleur peut être quantifiée par trois variables x, y, z indépendantes des intensités lumineuses et appelées coordonnées chromatiques :

$$x = \frac{X}{X + Y + Z} \quad y = \frac{Y}{X + Y + Z} \quad z = \frac{Z}{X + Y + Z}$$

$$\text{avec : } x + y + z = 1$$

Les informations étant redondantes, deux variables suffisent à décrire le système ce qui permet de tracer un diagramme de chromaticité à deux dimensions, par exemple (x ; y) (cf figure 5-23). Ce dernier représente toutes les couleurs distinguées par nos yeux. Des couleurs

sombres ou claires ayant les mêmes proportions de rouge, de vert et de bleu correspondent au même point. Par ailleurs, le segment qui sépare deux points distincts de ce diagramme représente le mélange de ces deux couleurs en proportion variable. Le blanc, ou les différents niveaux de gris, puisque la luminance est absente de cette représentation, sont situés dans la zone centrale.

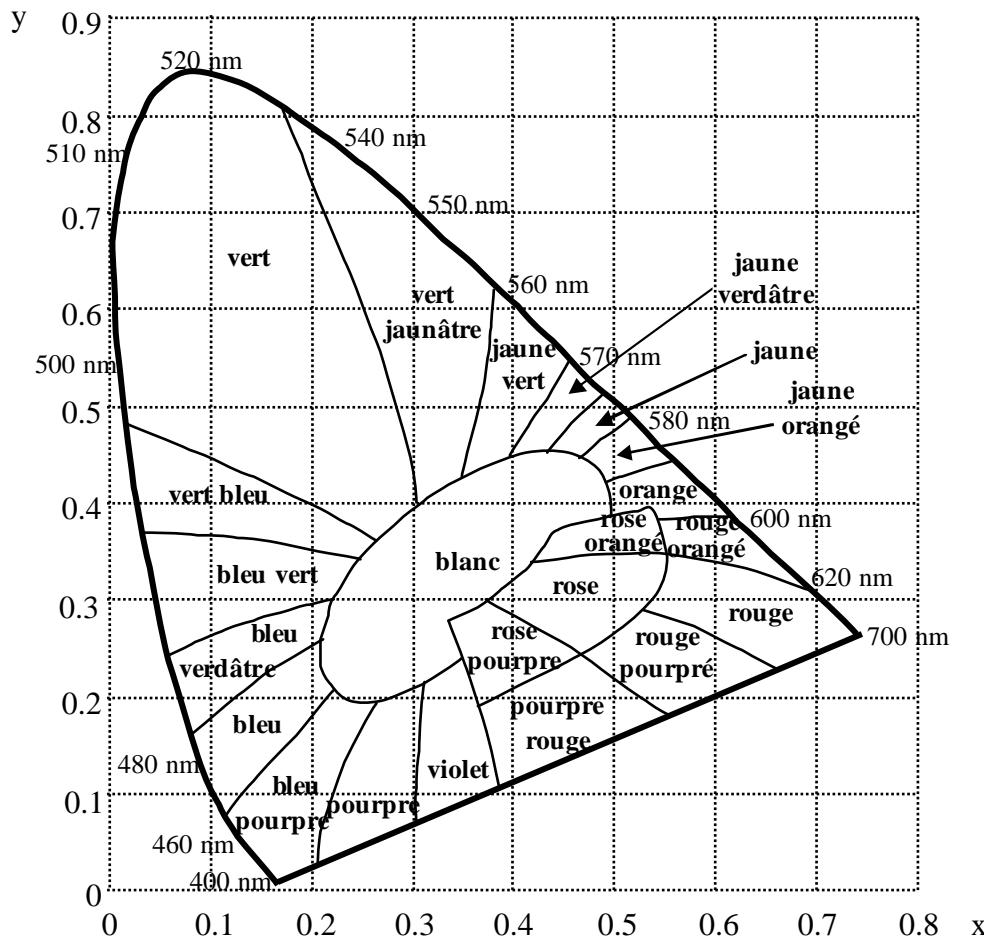


diagramme de chromaticité CIE xyY 1931

Figure 5-23

A ce diagramme on peut ajouter une troisième dimension représentant la luminance Y caractérisant une intensité lumineuse arbitraire. C'est ce qu'on appelle le système CIE xyY. Le problème posé dans le cadre de la conférence OIC 2007 était de nature colorimétrique. L'objectif était de réaliser un empilement de couches minces sur un substrat de silice réfléchissant la couleur jaune-orange sur une face et bleue sur l'autre, la couleur transmise étant le blanc (cf diagramme de chromaticité, figure 5-23). Le tableau suivant indique de manière précise les coordonnées chromatiques x_m^{th} et y_m^{th} ainsi que la luminance Y_m^{th} demandées :

m	condition d'observation	x_m^{th}	y_m^{th}	Y_m^{th}
1	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface A du filtre sous une incidence de 7°	0,50	0,45	0,3
2	lumière dépolarisée transmise sous une incidence de 7°	0,31	0,31	0,3
3	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface B du filtre sous une incidence de 7°	0,16	0,25	0,3

Tableau 5-20

La fonction de mérite χ employée pour juger les performances est la suivante :

$$\chi_{T/R_A/R_B} = \left\{ \frac{1}{9} \cdot \left[\sum_{m=1}^3 \left(\frac{x_m^{\text{th}} - x_m}{0,01 \cdot x_m^{\text{th}}} \right)^2 + \sum_{m=1}^3 \left(\frac{y_m^{\text{th}} - y_m}{0,01 \cdot y_m^{\text{th}}} \right)^2 + \sum_{m=1}^3 \left(\frac{Y_m^{\text{th}} - Y_m}{0,01 \cdot Y_m^{\text{th}}} \right)^2 \right] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (5-11)$$

Les paramètres caractérisant d'une part l'observateur $\bar{x}(\lambda)$, $\bar{y}(\lambda)$, $\bar{z}(\lambda)$ et d'autre part la source $S(\lambda)$ sont naturellement imposés. Pour le premier il s'agit des données CIE 1931 (2°) (cf annexe 4). La plage spectrale ainsi définie s'étend de 380 nm à 780 nm par pas de 5 nm. Concernant la source, il s'agit de l'illuminant D65 (cf annexe 4).

5.4.2. Réalisation

Dans la mesure où les facteurs de réflexion ne sont pas les mêmes sur les deux faces du filtre, ce dernier ne peut donc pas être réalisé uniquement à l'aide de matériaux diélectriques transparents, l'utilisation d'un métal absorbant est indispensable. L'hafnium semi transparent étant délicat à déposer, il semble nécessaire de se fixer certaines contraintes relatives à la conception de l'empilement :

- Utiliser une seule couche d'hafnium : cela permet de limiter les problèmes engendrés par l'utilisation du métal.
- Déposer la couche métallique vers la fin de l'empilement : l'hafnium semi transparent étant l'objet de phénomènes d'oxydation complexes, les indices sont connus de manière approximative et l'accord théorie-mesure de toute couche déposée après le métal risque d'être mauvais. Déposer le métal en dernier étant risqué à cause d'une probable oxydation à l'ouverture du bâti, le choix s'est naturellement porté sur l'avant dernière position.

- Utiliser un nombre restreint de couches (moins de 10) : il est évident que le dépôt critique de cet empilement est celui du métal. Il aurait été dommage de perdre du temps à réaliser un empilement d'une vingtaine de couches pour le voir gâcher en toute fin de dépôt. Nous nous sommes donc contentés d'un empilement de huit couches, quitte à le recommencer en cas de problème.
- Déposer l'ensemble des couches sur la même face du substrat. Soulignons que, contrairement aux autres, cette dernière contrainte n'est pas liée spécifiquement à l'utilisation du métal. Elle permet de réaliser le dépôt en une seule fois sans avoir à ouvrir l'enceinte du bâti.

L'empilement réalisé est présenté dans le tableau 5-21. Notons que dans le cas présent, l'incidence influant peu sur les résultats, le filtre a été conçu pour minimiser la fonction de mérite (5-11) à 0° , bien que le problème posé soit à 7° .

	épaisseurs (nm)	matériau x
couche 1	179,6	HfO ₂
couche 2	259,6	SiO ₂
couche 3	58,5	HfO ₂
couche 4	253,6	SiO ₂
couche 5	77,8	HfO ₂
couche 6	19,9	SiO ₂
couche 7	11,7	Hf _{métal semi transparent}
couche 8	145	HfO ₂

Le substrat est un verre de silice

structure théorique de l'empilement colorimétrique

Tableau 5-21

Les lois d'indice correspondant aux différents matériaux sont celles utilisées auparavant. Les stratégies de contrôle pour la réalisation de ce filtre sont les suivantes :

- Les 6 premières couches sont contrôlées large bande en réflexion sur la plage spectrale [400 nm ; 1000 nm] avec un arrêt sur l'épaisseur estimée et sans réoptimisation après chaque dépôt pour compenser les éventuelles erreurs. Compte tenu du fait que la couche critique de l'empilement est la 7^{ème} et que son arrêt est assez approximatif, il suffit de déposer les 6 premières correctement. Compenser quelques angströms d'erreur n'aurait en effet aucun sens.

- La 7^{ème} couche, la plus délicate, est déposée comme pour l'absorbeur, en stoppant le dépôt à un niveau de réflexion supérieur à la théorie. Ensuite, avec l'oxydation, ce niveau diminue et se rapproche du profil spectral à atteindre.
- Dans la mesure où la qualité du filtre à réaliser est jugée sur ses propriétés colorimétriques, l'arrêt de la dernière couche est basée sur une fonction de mérite colorimétrique partielle. Grâce au système optique, on a accès à deux des trois paramètres utiles, à savoir la transmission T et la réflexion coté dépôt R_A . La fonction optimisée est donc la suivante :

$$\chi_{T/R_A} = \left\{ \frac{1}{6} \left[\sum_{m=1}^2 \left(\frac{x_m^{th} - x_m}{0,01 \cdot x_m^{th}} \right)^2 + \sum_{m=1}^2 \left(\frac{y_m^{th} - y_m}{0,01 \cdot y_m^{th}} \right)^2 + \sum_{m=1}^2 \left(\frac{Y_m^{th} - Y_m}{0,01 \cdot Y_m^{th}} \right)^2 \right] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (5 - 12)$$

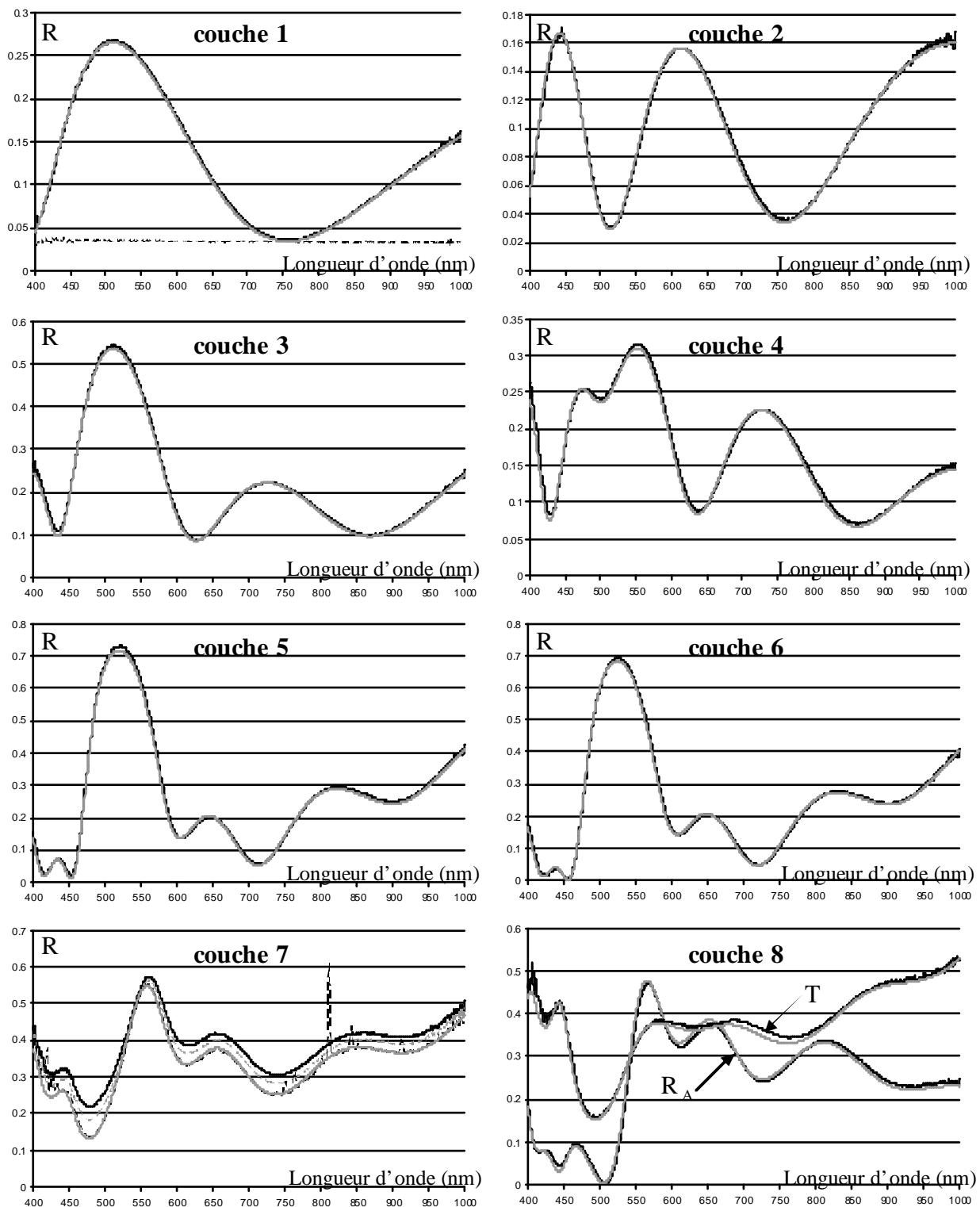
Les fonctions de mérite théoriques correspondant au filtre sont les suivantes :

- Valeur théorique de la fonction de mérite à optimiser pour stopper le dépôt de la dernière couche : $\chi_{T/R_A} = 5,630$ (en incidence normale).
- Valeur théorique de la fonction de mérite de référence prenant en compte les trois paramètres R_A , R_B et T : $\chi_{T/R_A/R_B} = 6,615$ (sous une incidence de 7°). Les données chromatiques théoriques correspondant au filtre présenté sont résumées dans le tableau 5-22 :

m	condition d'observation	x_m	y_m	Y_m
1	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface A du filtre sous une incidence de 7°	0,449	0,444	0,300
2	lumière dépolarisée transmise sous une incidence de 7°	0,341	0,315	0,303
3	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface B du filtre sous une incidence de 7°	0,160	0,261	0,261

Tableau 5-22

Les mesures couche après couche sont présentées figure 5-24, et les données détaillées du contrôle sont indiquées dans le tableau 5-23.



traits noirs continus : profils spectraux mesurés à la fin du dépôt de chaque couche

traits gris continus : profils théoriques à atteindre en fin de dépôt

traits gris discontinus : profils spectraux mesurés après entrée d'oxygène dans l'enceinte

traits noirs discontinus : profils spectraux mesurés après l'enclenchement du plasma

Figure 5-24

épaisseur e (nm)	Numéro de couche (k)							
	1	2	3	4	5	6	7	8
e _{INITIALE}	179,6	259,6	58,5	253,6	77,8	19,9	11,7	145
e _{estimée1}	179,8	-	-	-	-	-	-	-
e _{estimée2}	-	260,1	-	-	-	-	-	-
e _{estimée3}	-	-	58,4	-	-	-	-	-
e _{estimée4}	-	-	-	254,3	-	-	-	-
e _{estimée5}	-	-	-	-	77	-	-	-
e _{estimée6}	-	-	-	-	-	20,5	-	-
e _{estimée7}	-	-	-	-	-	-	11,3**	-
e _{estimée8}	-	-	-	-	-	-	-	146,5**
χ_{T/R_A}	-	-	-	-	-	-	-	6,502
χ_{cible}^k	0,240	0,223	0,610	0,636	0,883	0,769	1,383*	0,927
$\chi_{estimée}^k$	0,221	0,185	0,568	0,531	0,804	0,661	1,137*	0,455

* : accord théorie-mesures après entrée d'oxygène et après enclenchement du plasma

** : ces épaisseurs ont été déterminées a posteriori, en analysant les données,
elles n'ont pas servi de critère d'arrêt

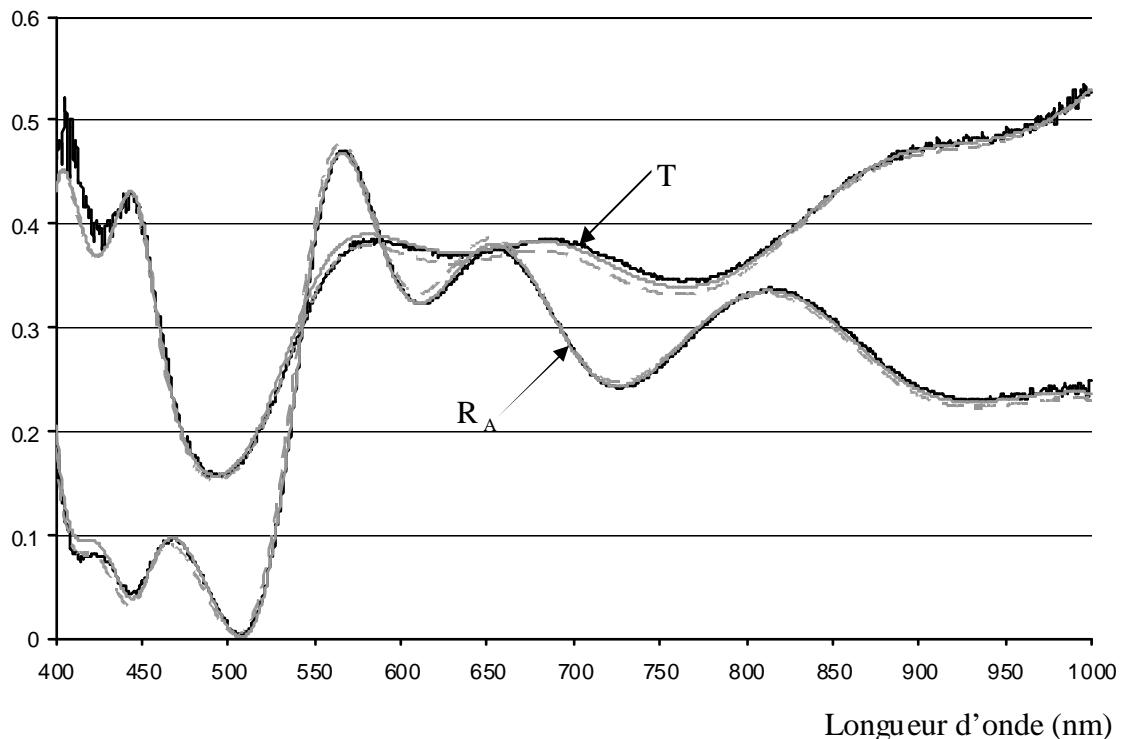
résultats du contrôle couche après couche

Tableau 5-23

Les accords théorie-mesures pour les 6 premières couches sont corrects. Les fonctions de mérite χ_{cible}^k et $\chi_{estimée}^k$ augmentent brutalement à partir de la troisième couche sans doute à cause de la température. Les 250°C sont en effet atteints dès le dépôt de la première couche, et le cap des 280°C est franchi lors du dépôt de la troisième.

Compte tenu de la difficulté, l'arrêt du dépôt de la couche métallique 7 est très bon, une fois l'oxygène entré, et le plasma enclenché, la mesure est assez proche de la théorie. Le dépôt des deux couches métalliques semi transparentes de l'absorbeur présenté auparavant avait été bien moins réussi. L'une des couches était bien trop courte et l'autre nettement trop longue.

La dernière couche est déposée en optimisant la fonction de mérite colorimétrique χ_{T/R_A} à partir des mesures en réflexion et en transmission. Au final, cette dernière vaut 6,502 ce qui est quelque peu différent des prévisions (5,630). Lorsqu'on essaie de déterminer a posteriori les épaisseurs des couches 7 et 8 qui ont été déposées, on les évalue à 11,3 nm pour l'une et 146,5 nm pour l'autre. Sur la figure 5-25, sont représentées les mesures en transmission et en réflexion après dépôt de la couche 8, les profils théoriques à atteindre, ainsi que les profils théoriques calculés à partir des différentes épaisseurs estimées.



courbes noires : mesures en transmission T et en réflexion R après dépôt de la dernière couche

traits gris discontinus : profils théoriques à atteindre en fin de dépôt

traits gris continus : profils théoriques calculés à partir des différentes épaisseurs estimées

Figure 5-25

Le dépôt de la couche métallique ayant été bien géré, les mesures sont relativement proches du profil théorique à atteindre, et plus encore du profil théorique calculé à partir des épaisseurs estimées. Il est alors légitime de penser a posteriori qu'un dépôt avec plus de couches aurait pu être tenté. Il aurait permis d'obtenir une meilleure fonction de mérite colorimétrique.

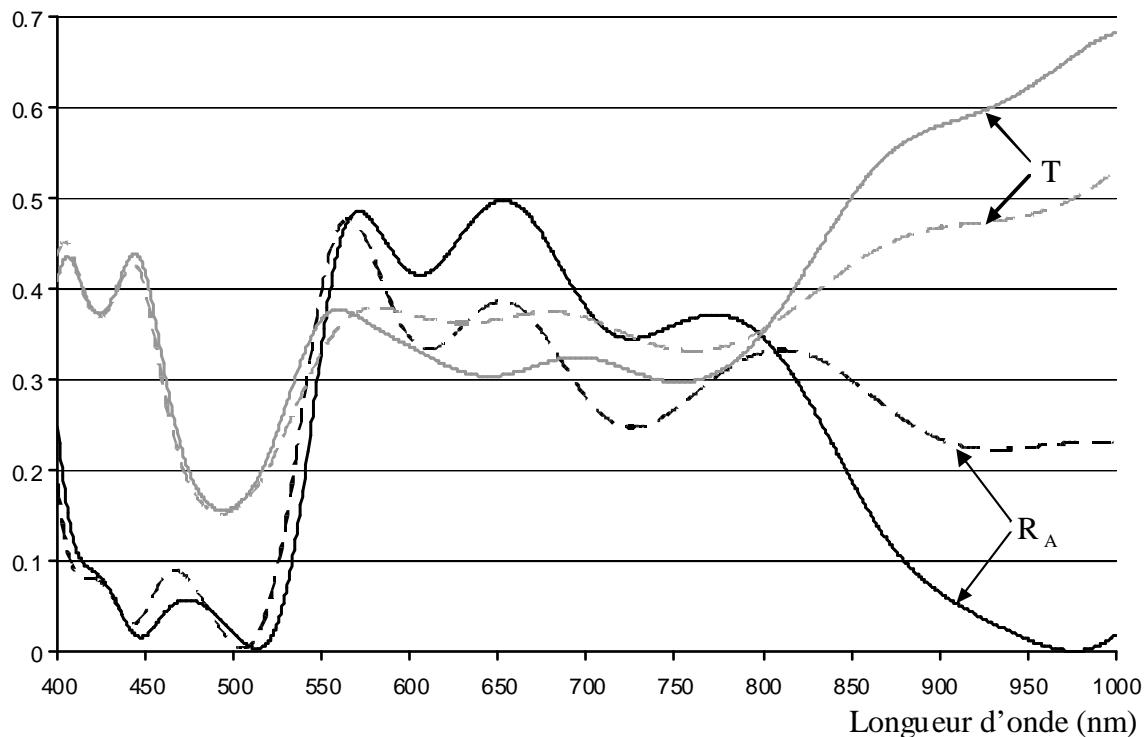
Dans le cas présent, une seule question se pose : « Est il possible d'améliorer le filtre réalisé en ajoutant des couches supplémentaires non prévues initialement ? ». Il semble que la réponse soit positive. La fonction de mérite colorimétrique χ_{T/R_A} vaut actuellement 6,502 et on peut estimer $\chi_{T/R_A/R_B}$ à 7,035. En ajoutant trois couches supplémentaires à l'empilement déjà réalisé, ces dernières vaudraient respectivement 2,934 et 5,358. Les épaisseurs des couches à ajouter sont indiquées dans le tableau 5-24. Sur la figure 5-26 on peut voir les nouveaux profils en transmission et en réflexion à réaliser.

	épaisseurs (nm)	matériaux
couche 1	179,8	HfO ₂
couche 2	260	SiO ₂
couche 3	58,4	HfO ₂
couche 4	254,3	SiO ₂
couche 5	77	HfO ₂
couche 6	20,5	SiO ₂
couche 7	11,3	Hf métal semi transparent
couche 8	146,5	HfO ₂
couche 9	81,9	SiO ₂
couche 10	74,6	HfO ₂
couche 11	66,8	SiO ₂

épaisseurs de couleurs grises : couches déjà déposées
épaisseurs de couleurs noires : couches à déposer

structure de l'empilement optimisé

Tableau 5-24

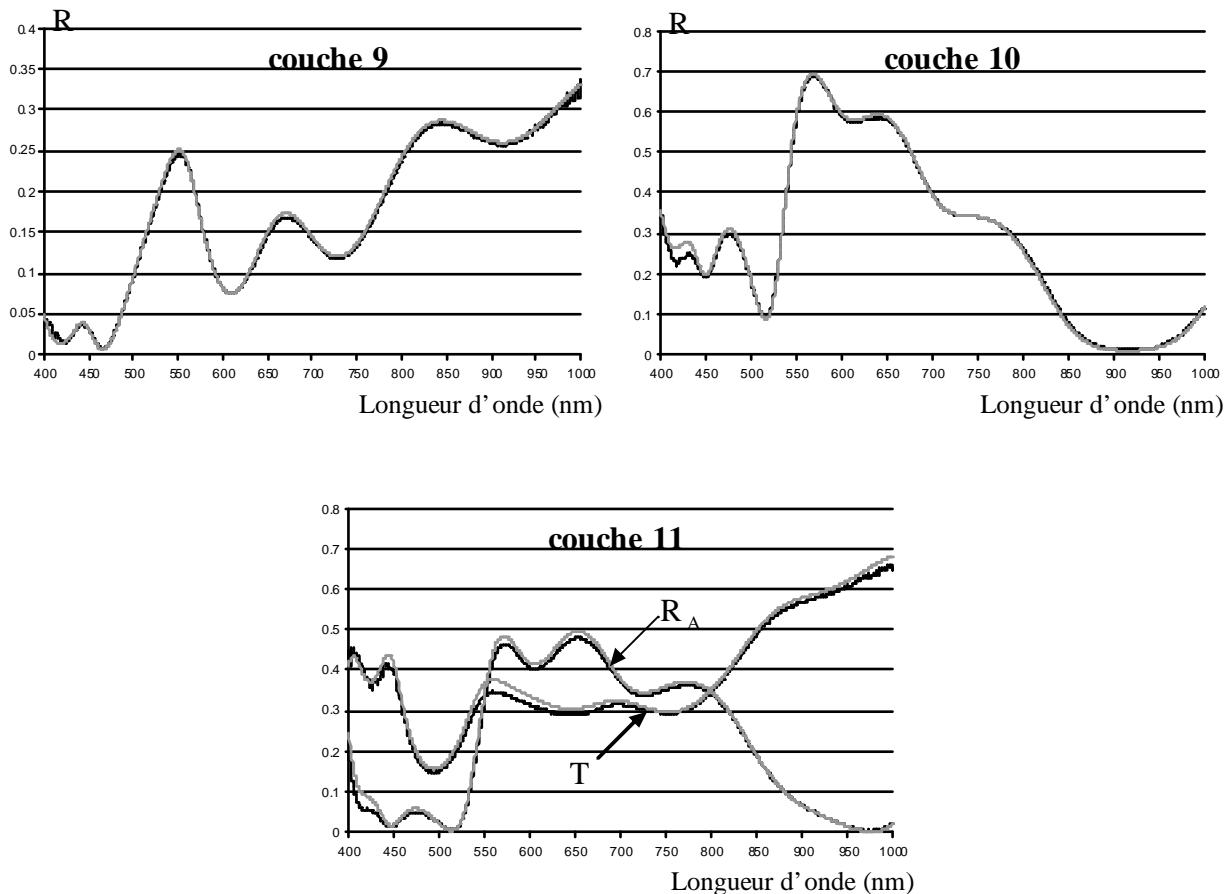


traits noir et gris discontinus : profils théoriques en réflexion et en transmission correspondant à l'empilement des huit couches déjà déposées

traits noir et gris continus: profils théoriques en réflexion et en transmission à atteindre après dépôt des trois couches supplémentaires

Figure 5-26

Les dépôts des trois couches supplémentaires figurent sur le graphe 5-27. Les couches 9 et 10 ont été contrôlées large bande sur la plage spectrale [400 nm ; 1000 nm] avec arrêt sur l'épaisseur estimée. La dernière couche a été stoppée en optimisant la fonction de mérite χ_{T/R_A} .



courbes noires : profils spectraux mesurés à la fin du dépôt de chaque couche

courbes grises : profils théoriques à atteindre en fin de dépôt

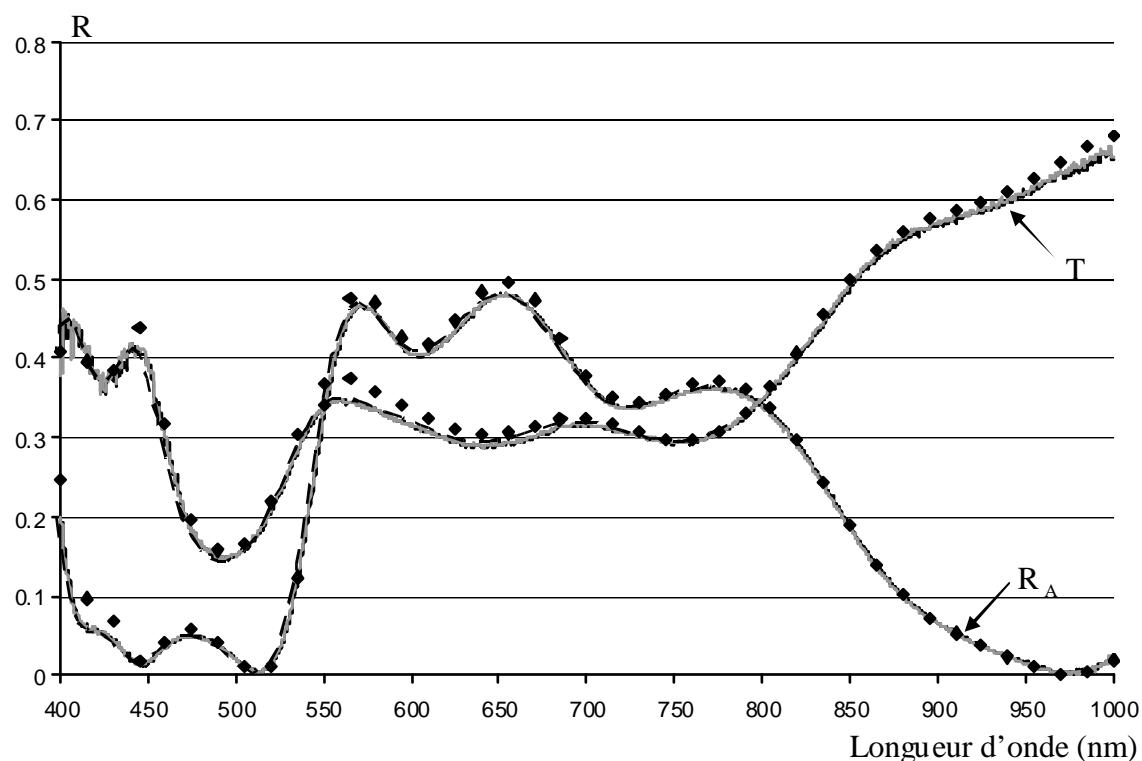
Figure 5-27

Si l'accord théorie-mesures n'est pas parfait après le dépôt des trois couches supplémentaires, ces dernières ont tout de même permis d'améliorer fortement la fonction de mérite colorimétrique χ_{T/R_A} qui vaut maintenant 3,225. A partir des épaisseurs estimées (cf tableau 5-25) on peut évaluer la fonction $\chi_{T/R_A/R_B}$ à 5,441.

Le graphe de la figure 5-28 présente le bilan des mesures au Perkin Elmer en estimant les données sous une incidence de 0° , ainsi qu'au système optique de contrôle à température de dépôt et à température ambiante. Les accords entre les différentes mesures sont quasi parfaits.

épaisseur e (nm)	Numéro de couche (k)		
	9	10	11
$e_{INITIALE}$	81,9	74,6	66,8
$e_{estimée9}$	82,4	-	-
$e_{estimée10}$	-	75,1	-
$e_{estimée11}$	-	-	67
χ_{T/R_A}	-	-	3,225
χ^k_{cible}	0,399	0,914	1,279
$\chi^k_{estimée}$	0,378	0,863	1,257

Tableau 5-25

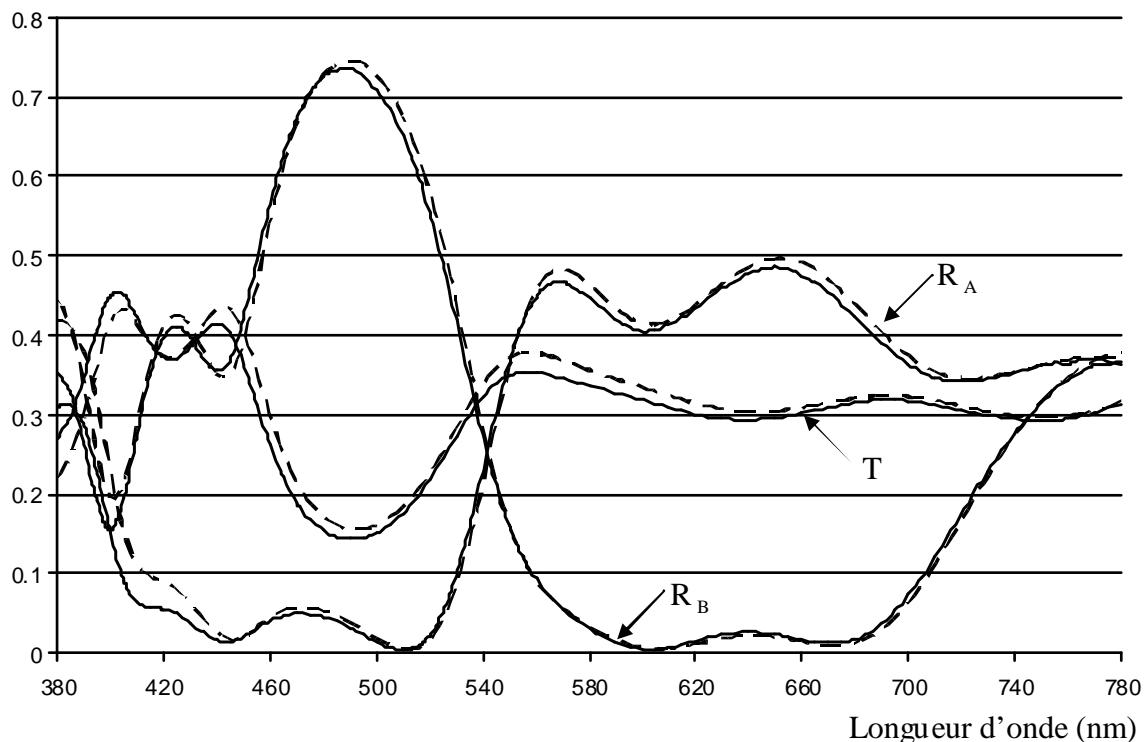


traits noirs et gris continu : mesures au contrôle large bande à température de dépôt et à température ambiante
 traits noirs discontinus : mesure au Perkin Elmer (mesures estimées à 0°)

Losanges noirs : profil théorique à déposer

Figure 5-28

Le problème impose des contraintes sur les facteurs de réflexion R_A et R_B ainsi que sur le facteur de transmission T et ceci sous une incidence de 7° . Le Perkin Elmer permettant de mesurer ces 3 paramètres à $7,5^\circ$, ses données ont donc servi au calcul de la fonction colorimétrique de référence $\chi_{T/R_A/R_B}$.



traits noirs continus: mesures des facteurs de transmission T et de réflexion R_A et R_B

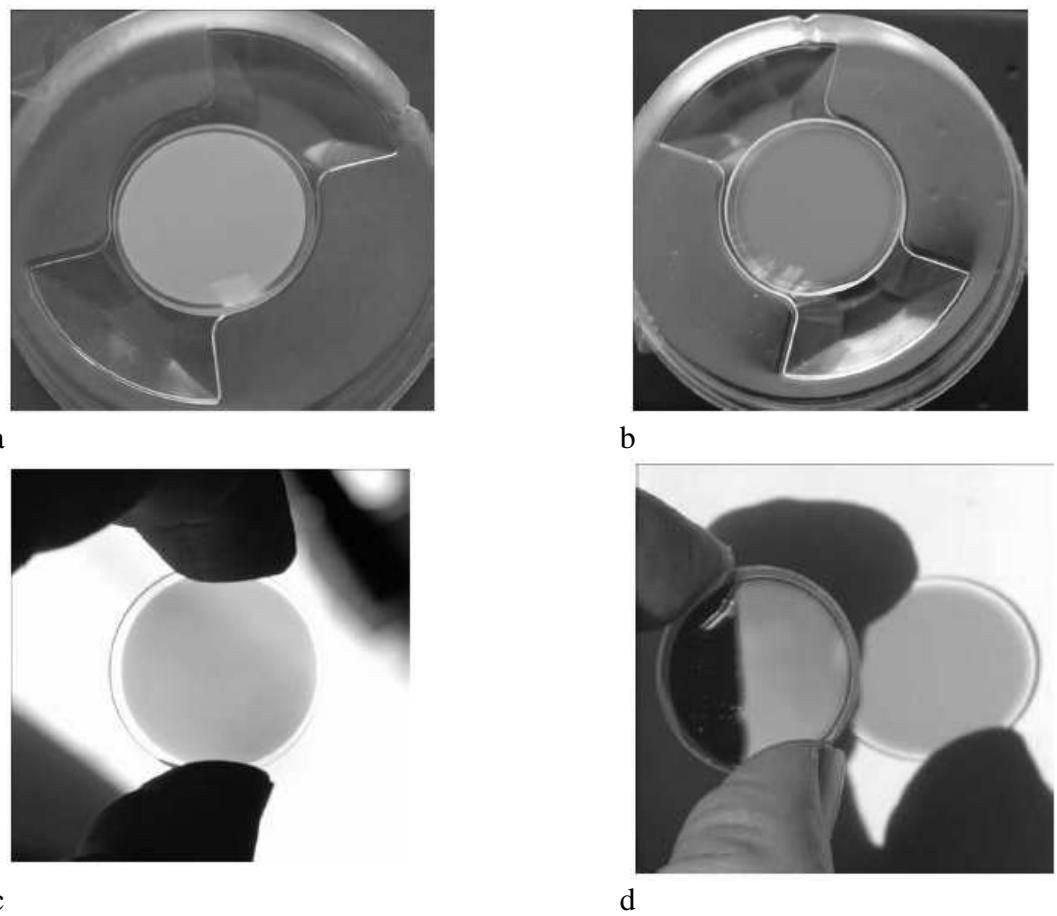
au Perkin Elmer, sous une incidence de $7,5^\circ$

traits noirs discontinus : profils théoriques à déposer (à $7,5^\circ$)

Figure 5-29

A partir des données expérimentales du graphe 5-29, on calcule $\chi_{T/R_A/R_B} = 5,749$. Ce résultat est largement meilleur que celui escompté avec l'empilement de huit couches. Sur les photos suivantes, on peut voir les couleurs réfléchies sur les faces A et B du filtre ainsi que la couleur transmise. Les deux faces réfléchissent bien les couleurs désirées à savoir jaune-orange pour l'une et bleue pour l'autre, quant à la couleur transmise, elle semble gris-rose. Il est normal que ce filtre ne soit pas parfaitement achromatique en transmission car cela correspondrait précisément aux coordonnées $x=1/3$ et $y=1/3$.

Le tableau 5-26 présente les différents paramètres colorimétriques calculés à partir des mesures.



couleurs réfléchies sur les faces A (a) et B (b et d) du filtre
ainsi que la couleur transmise (c et d).

Figure 5-30

m	condition d'observation	x_m^{th}	x_m^{mesure}	y_m^{th}	y_m^{mesure}	Y_m^{th}	Y_m^{mesure}
1	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface A à 7°	0,500	0,493	0,450	0,443	0,300	0,296
2	lumière dépolarisée transmise à 7°	0,310	0,327	0,310	0,318	0,300	0,287
3	lumière dépolarisée réfléchie sur la surface B à 7°	0,160	0,159	0,250	0,262	0,300	0,256

x_m^{th} , y_m^{th} et Y_m^{th} : coordonnées colorimétriques théoriques à atteindre

x_m^{mesure} , y_m^{mesure} et Y_m^{mesure} : coordonnées colorimétriques correspondant aux mesures du filtre réalisé

Tableau 5-26

5.5. Conclusion

Le système optique de contrôle conçu dans le cadre de cette thèse s'avère être un outil efficace pour la réalisation de filtres. En plus des mesures classiques en transmission, ce système possède également une voie en réflexion. Cette dernière est indispensable dans certains cas, notamment pour le contrôle direct d'absorbeurs. Par ailleurs, il peut s'avérer utile d'associer les deux voies de mesure. Pour la réalisation du filtre colorimétrique, on disposait ainsi de deux des trois données requises à savoir la transmission et la réflexion côté dépôt. Elles ont servi à l'optimisation de la fonction de mérite lors du dépôt de la dernière couche du filtre.

Suite à l'étude menée sur la caractérisation des matériaux, une interrogation subsistait quant à la validité des indices des métaux, hafnium opaque et semi transparent. Ces derniers ayant été modélisés de manière assez simpliste, la qualité des filtres constitués d'hafnium métallique semblait assez incertaine. Cependant, les résultats obtenus se sont avérés tout à fait satisfaisants. L'absorbeur d'une part et le filtre colorimétrique d'autre part présentent des profils spectraux tout à fait corrects par rapport aux profils théoriques à atteindre.

La réoptimisation de l'empilement en cours de dépôt est sans aucun doute le point fort de ce contrôle spectrophotométrique. Après chaque dépôt, on peut compenser au moins partiellement les erreurs en modifiant les épaisseurs des couches restant à déposer. Il est même possible comme nous l'avons montré, de rajouter des couches supplémentaires non prévues initialement afin d'améliorer les performances finales.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le contrôle spectrophotométrique large bande de filtres interférentiels en cours de dépôt est un sujet de recherche déjà ancien. Les premiers travaux sur le sujet datent des années 70. Toutefois, à l'époque les appareils de mesure étaient peu adaptés, si bien qu'on préférait des contrôles de type monochromatique. Mais en trente ans, le matériel a considérablement évolué et depuis quelques années le développement de détecteurs matriciels à bas coût permet d'exploiter tout le potentiel des contrôles large bande. Beaucoup de laboratoires spécialisés dans les dépôts de couches minces optiques, dont l'Institut Fresnel, se sont donc à nouveau intéressés à ce thème de recherche.

La plupart des contrôles spectrophotométriques qu'ils soient large bande ou non ne possèdent qu'une voie de mesure en transmission, et lorsqu'elle existe, la voie de mesure en réflexion ne permet généralement qu'un contrôle indirect sur un verre témoin fixe. Le système optique conçu dans le cadre de cette thèse permet un contrôle direct en transmission comme en réflexion. C'est le principal aspect novateur de ce travail de recherche. Les mesures des flux transmis et réfléchis par l'échantillon traité en rotation sont effectuées simultanément.

En général, ce qui caractérise un contrôle de type spectrophotométrique, c'est la simplicité de son montage optique. C'est d'ailleurs une des raisons pour lesquelles on le préfère souvent aux contrôles de type ellipsométrique beaucoup plus contraignants de ce point de vue. Des mesures spectrophotométriques nécessitent un montage assez simple : une source et des systèmes optiques d'émission et de collection de flux. Ces derniers sont généralement constitués d'une simple lentille convergente pour assurer la focalisation du faisceau. Dans le cadre de cette thèse, le montage optique conçu est beaucoup plus complexe et ceci pour différentes raisons. Tout d'abord, de part la rotation du porte substrat en cours de dépôt, la mesure doit s'effectuer à chaque tour de ce dernier avec une fenêtre d'acquisition d'environ 50 ms. Le temps d'intégration est donc limité et il n'est pas possible de l'augmenter pour obtenir des niveaux de flux plus élevés et améliorer le rapport signal sur bruit. Ainsi, si les performances optiques du montage en terme d'imagerie n'ont aucune importance, en revanche, l'aspect photométrique est primordial, il est donc indispensable d'optimiser la collection du flux. Pour cette raison, nous avons opté pour un système optique de type télécentrique. Ce montage permet d'une part de limiter les pertes de flux et il assure d'autre part un éclairage uniforme de l'échantillon. Pour assurer une bonne stabilité des mesures, nous nous sommes également imposés des marges de tolérance sur le grandissement des images et l'ouverture des faisceaux. Ces contraintes particulièrement importantes notamment pour la voie de mesure en réflexion ont été prises en compte dans le choix des différentes lentilles. Le montage optique réalisé est assez performant puisqu'il permet d'atteindre des rapports signaux sur bruit relativement élevés, jusqu'à 3300 en transmission et 1000 en

réflexion. Les mesures fournies par ce système optique sont en accord avec celles effectuées à l'aide d'un appareil commercial (Perkin Elmer Lambda 18). Par ailleurs, la déetectivité est excellente car on peut mesurer des niveau de flux non mesurables au Perkin Elmer (cf anti-reflets 4 couches du chapitre 5).

Les mesures *in situ* large bande offrent des possibilités des plus intéressantes, elles permettent :

- Une visualisation en temps réel de la construction du filtre interférentiel.
- La caractérisation *in situ* de matériaux avec détermination des paramètres optogéométriques : épaisseur, indice de réfraction et coefficient d'extinction.
- Un contrôle spectrophotométrique large bande avec estimation en temps réel de l'épaisseur déposée.

Différents matériaux ont été caractérisés *in situ*, à savoir la silice, l'oxyde d'hafnium, ainsi que l'hafnium métallique opaque et semi-transparent. La caractérisation de diélectriques donne de bons résultats, en accord avec des caractérisations ex-situ effectuées à partir de mesures fournies par le Perkin Elmer. Quant aux caractérisations de métaux, elles se sont avérées délicates et les indices ont dans ce cas été déterminés de manière assez approximative. Cependant, les mesures large bande *in situ* effectuées au cours du dépôt de ces couches ont mis en évidence des phénomènes complexes d'oxydation lors de l'entrée de l'oxygène et du déclenchement du plasma, rendant impossible toute caractérisation *ex situ*.

En ce qui concerne les contrôles de dépôts de couches minces, il en existe une multitude. Tous présentent des avantages et des inconvénients : microbalance à quartz, contrôles spectrophotométriques monochromatique ou large bande, contrôles ellipsométriques monochromatique ou spectroscopique Certains peuvent s'avérer performants pour le dépôt d'un filtre ou d'une couche en particulier mais pas pour d'autres. Il est difficile de généraliser. Les situations doivent le plus souvent être étudiées au cas par cas. Idéalement, il faudrait même effectuer la synthèse du filtre en prenant en compte les moyens dont on dispose pour en contrôler le dépôt. Mais parmi tous les contrôles, les méthodes de spectrophotométrie large bande et d'ellipsométrie spectroscopique sont particulièrement intéressantes. Elles offrent toutes les deux la possibilité de compenser au moins partiellement les erreurs de dépôt sur un large domaine spectral. Pour se faire, après le dépôt de chaque couche, il suffit d'en estimer l'épaisseur et, compte tenu de l'erreur de dépôt commise, de modifier les épaisseurs des couches restant à déposer pour la compenser. Si en cours de dépôt, on se rend compte que les spécifications ne pourront être tenues, alors il est inutile de poursuivre la réalisation du filtre.

Le contrôle spectrophotométrique large bande développé dans le cadre de cette thèse s'avère très performant et les différentes réalisations présentées au dernier chapitre en illustre tout le potentiel. Tout d'abord, les quatre dépôts de l'anti-reflet à quatre couches montrent la facilité avec laquelle on atteint à chaque fois les niveaux de réflexion très faibles requis ($<0,0005$). Ils renseignent également sur la bonne déetectivité du montage optique, ce filtre étant non mesurable avec un appareil du commerce. L'anti-reflet large bande à 16 couches est un bon exemple de compensation d'erreurs. Les épaisseurs des couches restant à déposer sont réoptimisées à 15 reprises afin d'obtenir des propriétés spectrales les plus proches possibles des spécifications initiales. Pour ce qui est de l'absorbeur large bande, il n'aurait pas pu être contrôlé de manière directe sans une voie de mesure en réflexion. Quant au dernier filtre, il s'agit également d'un excellent exemple de réoptimisation. Dans ce cas, on rajoute des couches non prévues initialement afin d'améliorer les performances finales du filtre.

Différents problèmes se sont présentés au cours du développement du système optique notamment les réflexions parasites liées à la configuration en incidence normale du montage, ainsi que la lumière parasite générée par le plasma. Ils ont été résolus de manière efficace mais il reste encore les problèmes thermiques qui limitent un peu les performances du contrôle. Durant les dépôts réalisés sur le bâti de technologie Ion Plating, la température atteint facilement 250°C et peut même dans certains cas dépasser 300°C . Cela provoque de la dilatation au niveau des différentes pièces mécaniques, les faisceaux sont alors légèrement déviés de leur trajectoire et les spectres mesurés en sont affectés ce qui est susceptible d'être interprété à tort par le contrôle comme un dépôt. Par ailleurs, il peut s'avérer dans certains cas que les indices déposés ne soient pas exactement ceux supposés. Le problème se pose en particulier pour les couches très fines qui peuvent présenter de l'inhomogénéité. Actuellement, il est difficile de savoir avec exactitude si les différences entre théorie et mesures sont dues à des problèmes d'indice ou à des problèmes thermiques.

Il serait intéressant de travailler désormais à la réduction des effets thermiques. Pour cela, il faudrait revoir la conception de certaines pièces mécaniques situées dans le bâti : porte substrat et système périscopique. On pourrait ainsi d'une part améliorer la précision du contrôle et d'autre part réoptimiser non seulement l'épaisseur mais également les différents coefficients des lois de dispersion d'indice. La compensation d'erreurs n'en serait que meilleure.

ANNEXE 1 : Formules de dispersion

Les tableaux A1-1 et A1-2 présentent des relations couramment utilisées pour décrire la dispersion des indices de réfraction $n(\lambda)$ et des coefficients d'extinction $k(\lambda)$.

Noms	Formules de dispersion
Sellmeier 1	$n(\lambda) = \sqrt{a_0 + \frac{a_1 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_2}}$
Sellmeier 2	$n(\lambda) = \sqrt{a_0 + \frac{a_1 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_2} + \frac{a_3 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_4}}$
Sellmeier 3	$n(\lambda) = \sqrt{a_0 + \frac{a_1 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_2} + a_3 \cdot \lambda^2}$
Sellmeier 4	$n(\lambda) = \sqrt{1 + \frac{a_1 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_2} + \frac{a_3 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_4} + \frac{a_5 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - a_6}}$
Cauchy	$n(\lambda) = a_0 + \frac{a_1}{\lambda^2} + \frac{a_2}{\lambda^4}$
Hartmann 1	$n(\lambda) = a_0 + \frac{a_1}{\lambda - a_2}$
Hartmann 2	$n(\lambda) = a_0 + \frac{a_1}{(\lambda - a_2)^2}$
Verre Schott	$n(\lambda) = \sqrt{a_0 + a_1 \cdot \lambda^2 + \frac{a_2}{\lambda^2} + \frac{a_3}{\lambda^4} + \frac{a_4}{\lambda^6} + \frac{a_5}{\lambda^8}}$
Drude	$n^2(\lambda) - k^2(\lambda) = a_0 - \frac{a_1 \cdot a_2^2 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 + a_2^2}$

Formules de dispersion de l'indice de réfraction $n(\lambda)$

Tableau A1-1

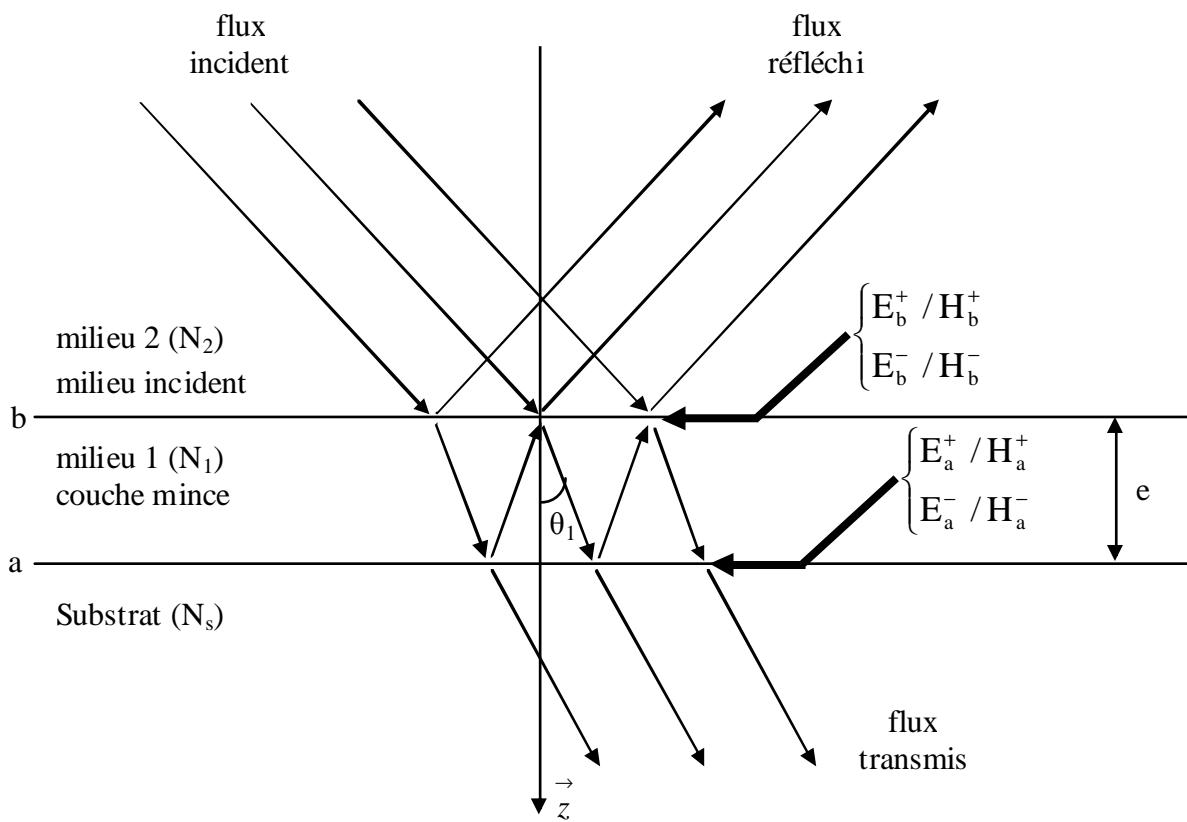
Noms	Formules de dispersion
Zéro	$k(\lambda) = 0$
Sellmeier	$k(\lambda) = \left[n(\lambda) \left(b_1 \lambda + \frac{b_2}{\lambda} + \frac{b_3}{\lambda^3} \right) \right]^{-1}$
Exponentielle	$k(\lambda) = b_1 \cdot \exp(b_2 \lambda^{-1})$
Drude	$2 \cdot n(\lambda) \cdot k(\lambda) = \frac{a_1 \cdot a_2 \cdot \lambda^3}{\lambda^2 + a_2^2}$

Formules de dispersion du coefficient d'extinction $k(\lambda)$

Tableau A1-2

ANNEXE 2 : Quelques rappels de calculs couches minces

Considérons une onde plane monochromatique se propageant dans un milieu composé d'un substrat revêtu d'une couche mince. Pour simplifier les calculs, on considère un substrat sans face arrière (cf figure A2-1) et une couche mince homogène isotrope à faces planes parallèles.



réflexions multiples sur une monocouche

Figure A2-1

On associe le signe «+» aux ondes se propageant dans le sens du vecteur \vec{z} et le signe «-» à celles se propageant dans le sens inverse. Sur chacun des dioptres a et b on somme la contribution des amplitudes des composantes tangentielles des champs électrique et magnétique de toutes les ondes se propageant dans le sens «+» ($E_b^+, E_a^+, H_b^+, H_a^+$) et de celles se propageant dans le sens «-» ($E_b^-, E_a^-, H_b^-, H_a^-$).

Les amplitudes des composantes tangentielles résultantes sur les dioptres a et b sont les suivantes :

- $E_a = E_a^+ + E_a^-$ (A2-1)

- $H_a = H_a^+ - H_a^- = \eta_l E_a^+ - \eta_l E_a^-$ (A2-2)

- $E_b = E_b^+ + E_b^- = E_a^+ e^{j\delta_l} + E_a^- e^{-j\delta_l}$ (A2-3)

- $H_b = H_b^+ - H_b^- = H_a^+ e^{j\delta_l} - H_a^- e^{-j\delta_l}$ (A2-4)

δ_l : déphasage introduit par les réflexions sur les dioptres de la couche mince.

$$\delta_l = \frac{2\pi}{\lambda} N_1 \cdot e \cdot \cos \theta_1 \quad (\theta_1 : \text{angle de réfraction dans le milieu 1})$$

$$\eta_l : \text{admittance du milieu 1}, \quad \eta_l = \frac{H_a^+}{E_a^+} = \frac{H_a^-}{E_a^-}.$$

$$\text{Pour une polarisation de type « p » : } \eta_l = N_1 \cdot \cos \theta_1 \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$$

$$\text{Pour une polarisation de type « s » : } \eta_l = \frac{N_1}{\cos \theta_1} \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$$

$\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$ est l'admittance du vide, ϵ_0 et μ_0 sont respectivement la permittivité et la perméabilité du vide.

A partir des équations A2-1 / A2-2 / A2-3 / A2-4, on peut relier les amplitudes des composantes tangentielles des champs électrique et magnétique des deux dioptres par la relation suivante :

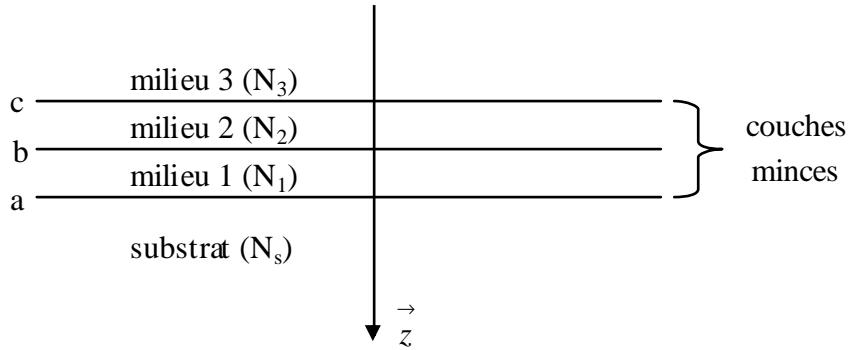
$$\begin{bmatrix} E_b \\ H_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_l & j \cdot \frac{\sin \delta_l}{\eta_l} \\ j \cdot \eta_l \cdot \sin \delta_l & \cos \delta_l \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_a \\ H_a \end{bmatrix}$$

D'où :

$$\begin{bmatrix} E_b/E_a \\ H_b/E_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_l & j \cdot \frac{\sin \delta_l}{\eta_l} \\ j \cdot \eta_l \cdot \sin \delta_l & \cos \delta_l \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ H_a/E_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_l & j \cdot \frac{\sin \delta_l}{\eta_l} \\ j \cdot \eta_l \cdot \sin \delta_l & \cos \delta_l \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix}$$

On définit l'admittance Y_2 de la structure : $Y_2 = \frac{H_b/E_a}{E_b/E_a} = \frac{H_b}{E_b}$.

Supposons que l'on dépose une seconde couche sur la structure précédente :



On obtient la relation suivante :

$$\begin{bmatrix} E_c \\ H_c \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_2 & j \cdot \frac{\sin \delta_2}{\eta_2} \\ j \cdot \eta_2 \cdot \sin \delta_2 & \cos \delta_2 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} E_b \\ H_b \end{bmatrix}$$

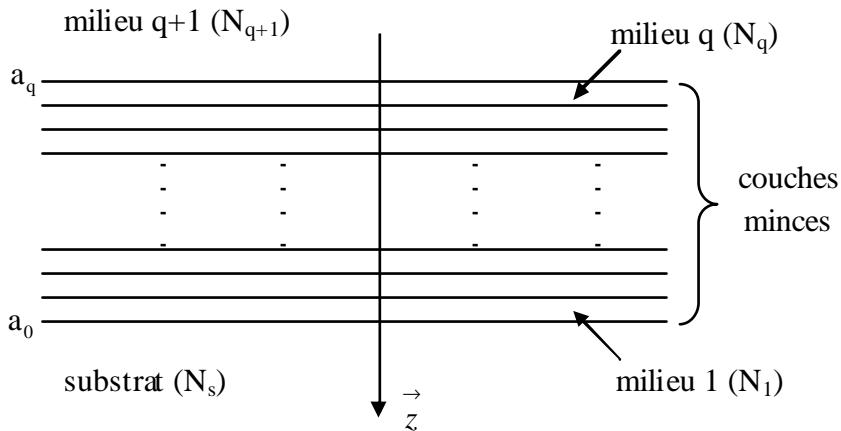
ie :

$$\begin{bmatrix} E_c/E_a \\ H_c/E_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_2 & j \cdot \frac{\sin \delta_2}{\eta_2} \\ j \cdot \eta_2 \cdot \sin \delta_2 & \cos \delta_2 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos \delta_1 & j \cdot \frac{\sin \delta_1}{\eta_1} \\ j \cdot \eta_1 \cdot \sin \delta_1 & \cos \delta_1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix}$$

Pour une meilleure interprétation physique de ce résultat, on peut également écrire la relation sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} E_c/E_b \\ H_c/E_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_2 & j \cdot \frac{\sin \delta_2}{\eta_2} \\ j \cdot \eta_2 \cdot \sin \delta_2 & \cos \delta_2 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ Y_2 \end{bmatrix} \quad \text{avec } Y_3 = \frac{H_c}{E_c}$$

Finalement, tout se passe comme si on déposait la seconde couche sur un milieu d'admittance Y_2 . On obtient ainsi un nouveau milieu d'admittance Y_3 . On peut généraliser au cas d'une structure à q couches minces :



$$\begin{bmatrix} E_{a_q} / E_{a_0} \\ H_{a_q} / E_{a_0} \end{bmatrix} = \left\{ \begin{bmatrix} \cos \delta_q & j \cdot \frac{\sin \delta_q}{\eta_q} \\ j \cdot \eta_q \cdot \sin \delta_q & \cos \delta_q \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos \delta_{q-1} & j \cdot \frac{\sin \delta_{q-1}}{\eta_{q-1}} \\ j \cdot \eta_{q-1} \cdot \sin \delta_{q-1} & \cos \delta_{q-1} \end{bmatrix} \cdots \cdots \cdots \begin{bmatrix} \cos \delta_l & j \cdot \frac{\sin \delta_l}{\eta_l} \\ j \cdot \eta_l \cdot \sin \delta_l & \cos \delta_l \end{bmatrix} \right\} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix}$$

ou

$$\begin{bmatrix} E_{a_q} / E_{a_{q-1}} \\ H_{a_q} / E_{a_{q-1}} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta_q & j \cdot \frac{\sin \delta_q}{\eta_q} \\ j \cdot \eta_q \cdot \sin \delta_q & \cos \delta_q \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ Y_q \end{bmatrix} \quad (\text{A2-5})$$

$$\text{avec } Y_{q+1} = \frac{H_{a_q}}{E_{a_q}}$$

$$\delta_q = \frac{2\pi}{\lambda} N_q \cdot e_q \cdot \cos \theta_q$$

$$\text{On pose généralement : } B = \frac{E_{a_q}}{E_{a_{q-1}}} \text{ et } C = \frac{H_{a_q}}{E_{a_{q-1}}}$$

A l'aide des relations de passage qui relient, au niveau du diopstre a_q , les composantes tangentielle des champs, on calcule le coefficient de réflexion en amplitude :

$$\rho = \frac{E_{a_q}^-}{E_{a_q}^+} = \frac{\eta_{q+1} - Y_{q+1}}{\eta_{q+1} + Y_{q+1}}$$

La propagation d'une onde électromagnétique s'accompagne d'un transport d'énergie caractérisé par une irradiance $I = \frac{1}{2} \Re(E \cdot H^*)$, E et H étant les résultantes des composantes tangentielle des champs au niveau des dioptres.

On définit les coefficients de réflexion R et de transmission T en intensité de la manière suivante :

$$R = \frac{I_r}{I_i} \quad T = \frac{I_t}{I_i}$$

I_i , I_r , I_t étant respectivement les énergies incidente, réfléchie et transmise.

Au niveau de l'interface superstrat / couche mince, on a :

$$I_i = \frac{1}{2} \Re(E_{a_q}^+ \cdot H_{a_q}^{+*})$$

$$I_r = \frac{1}{2} \Re e(E_{a_q} \cdot H_{a_q}^*)$$

$$(1 - R)I_i = \frac{1}{2} \Re e(E_{a_q} \cdot H_{a_q}^*)$$

Au niveau de l'interface substrat / couche mince, on a :

$$I_t = \frac{1}{2} \Re e(E_{a_0} \cdot H_{a_0}^*)$$

le superstrat étant le plus souvent de l'air, on pose $\eta_{q+1} = \eta_0$ et on déduit des différentes irradiances les facteur de réflexion et de transmission en intensité :

- $R = |\rho|^2 = \left| \frac{\eta_0 - Y_{q+1}}{\eta_0 + Y_{q+1}} \right|^2$
- $T = \frac{4\eta_0 \cdot \Re e(\eta_s)}{(\eta_0 B + C) \cdot (\eta_0 B + C)^*}$ ou $T = \frac{\Re e(\eta_s)}{\Re e(BC^*)} \cdot (1 - R)$

Pour une polarisation de type « p », les coefficients de réflexion R_p et de transmission T_p se calculent avec : $\eta_q = N_q \cdot \cos \theta_q \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$ et $\eta_s = N_s \cdot \cos \theta_s \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$

Pour une polarisation de type « s », les coefficients de réflexion R_s et de transmission T_s se calculent avec : $\eta_q = \frac{N_q}{\cos \theta_q} \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$ et $\eta_s = \frac{N_s}{\cos \theta_s} \cdot \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}$

Ainsi pour une source totalement dépolarisée on a : $T = \frac{1}{2}(T_p + T_s)$ et $R = \frac{1}{2}(R_p + R_s)$

En absence d'absorption, on peut montrer que $\Re e(BC^*) = \Re e(\eta_s)$. On retrouve ainsi la relation $T + R = 1$. Dans le cas général, $T + R + A = 1$. A étant le coefficient d'absorption. On néglige les pertes par diffusion, ce que l'on peut justifier par l'emploi de substrats polis et par la réalisation de couches présentant de très bons états de surface.

ANNEXE 3 : Cercle d'admittance

On pose : $Y_{q+1} = x + j.y$

$$Y_q = \alpha + j.\beta$$

D'après la relation (A2-5) de l'annexe 2, l'admittance Y_{q+1} s'écrit :

$$Y_{q+1} = x + j.y = \frac{j.\eta_q \cdot \sin \delta_q + \cos \delta_q \cdot (\alpha + j.\beta)}{\cos \delta_q + j \cdot \frac{\sin \delta_q}{\eta_q} \cdot (\alpha + j.\beta)}$$

En séparant les parties réelle et imaginaire, et en supposant que la couche q n'est pas absorbante ($\eta_q \in \Re$ et $\delta_q \in \Re$) on en déduit les deux équations suivantes :

$$x \left(\cos \delta_q - \frac{\beta}{\eta_q} \sin \delta_q \right) - y \cdot \frac{\alpha}{\eta_q} \sin \delta_q = \alpha \cdot \cos \delta_q \quad (A3-1)$$

$$y \left(\cos \delta_q - \frac{\beta}{\eta_q} \sin \delta_q \right) + \frac{x \cdot \alpha}{\eta_q} \sin \delta_q = \eta_q \cdot \sin \delta_q + \beta \cdot \cos \delta_q \quad (A3-2)$$

En éliminant δ_q des équations A3-1 et A3-2 on obtient :

$$\left[x - \frac{(\alpha^2 + \beta^2 + \eta_q^2)}{2 \cdot \alpha} \right]^2 + y^2 = \frac{(\alpha^2 + \beta^2 + \eta_q^2)^2}{4 \cdot \alpha^2} - \eta_q^2 \quad (A3-3)$$

Lors du dépôt d'une couche mince, l'admittance décrit un cercle de centre $\left[\frac{(\alpha^2 + \beta^2 + \eta_q^2)}{2 \cdot \alpha}, 0 \right]$

dans le sens opposé au sens trigonométrique.

En éliminant α des équations A3-1 et A3-2 et en supposant $\beta = 0$ ($Y_q = \alpha \in \Re$), on a :

$$x^2 + \left[y + \frac{\eta_q}{2} \left(\frac{1}{\operatorname{tg} \delta_q} - \operatorname{tg} \delta_q \right) \right]^2 = \eta_q^2 \left[1 + \frac{1}{4} \left(\frac{1}{\operatorname{tg} \delta_q} - \operatorname{tg} \delta_q \right) \right]^2 \quad (A3-4)$$

On peut facilement déterminer quelques valeurs spécifiques du déphasage en épaisseur pour l'incidence normale $\left(\delta_q = \frac{2\pi}{\lambda} n_q \cdot e_q \right)$:

$$- \delta_q = \frac{\pi}{2} + p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow \begin{cases} n_q \cdot e_q = (2p+1) \cdot \frac{\lambda_0}{4} \\ Y_{q+1} = \frac{\eta_q^2}{Y_q} \in \Re e \end{cases} \quad p : \text{entier naturel}$$

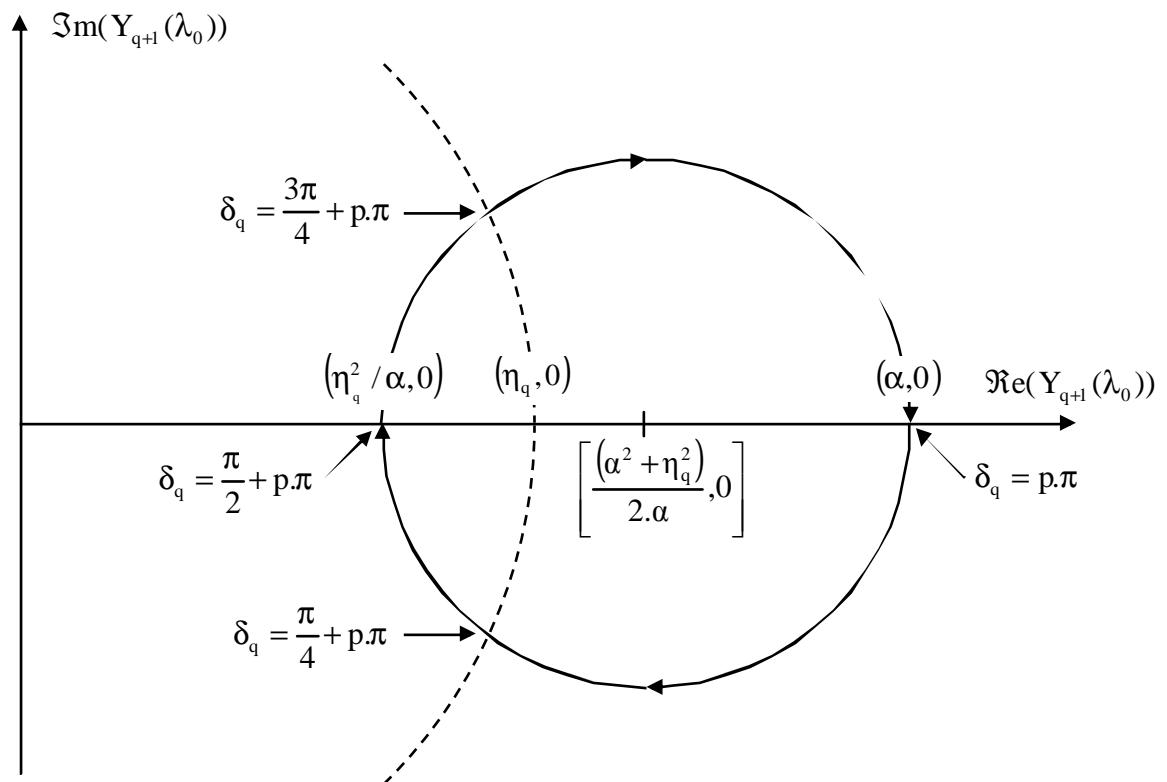
$$- \delta_q = p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow \begin{cases} n_q \cdot e_q = p \cdot \frac{\lambda_0}{2} \\ Y_{q+1} = Y_q \in \Re e \end{cases}$$

$$- \delta_q = \frac{\pi}{4} + p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow n_q \cdot e_q = \frac{\lambda_0}{8} + p \cdot \frac{\lambda_0}{2}$$

$$- \delta_q = \frac{3\pi}{4} + p\pi \quad (\text{à } \lambda_0) \Rightarrow n_q \cdot e_q = \frac{3}{8} \cdot \lambda_0 + p \cdot \frac{\lambda_0}{2}$$

Ces deux derniers déphasages présentent la particularité de se trouver sur un cercle de centre $(0,0)$ et de rayon η_q (cf équation A3-4).

La figure A3-1 représente le cercle décrit par l'admittance Y_{q+1} lors du dépôt d'un matériau non absorbant sur un milieu d'admittance Y_q réel.



cercle décrit par l'admittance Y_{q+1} pour $\eta_q \in \Re e$ et $Y_q \in \Re e$

Figure A3-1

Une couche dont l'épaisseur optique est un multiple entier de $\frac{\lambda_0}{4}$ est dite quart d'onde

$\left(n.e = p \cdot \frac{\lambda_0}{4} \right)$. On parle également de couche demi onde dans le cas particulier où

$n.e = p \cdot \frac{\lambda_0}{2}$. Pour les couches quart d'onde, il existe une notation particulière de la forme : $p.H$

ou $p.B$. Ce qui signifie que l'épaisseur optique de la couche considérée s'écrit : $n.e = p \cdot \frac{\lambda_0}{4}$.

Les lettres H et B sont employées pour des empilements constitués de deux matériaux. H désignant le matériau d'indice Haut et B celui d'indice Bas.

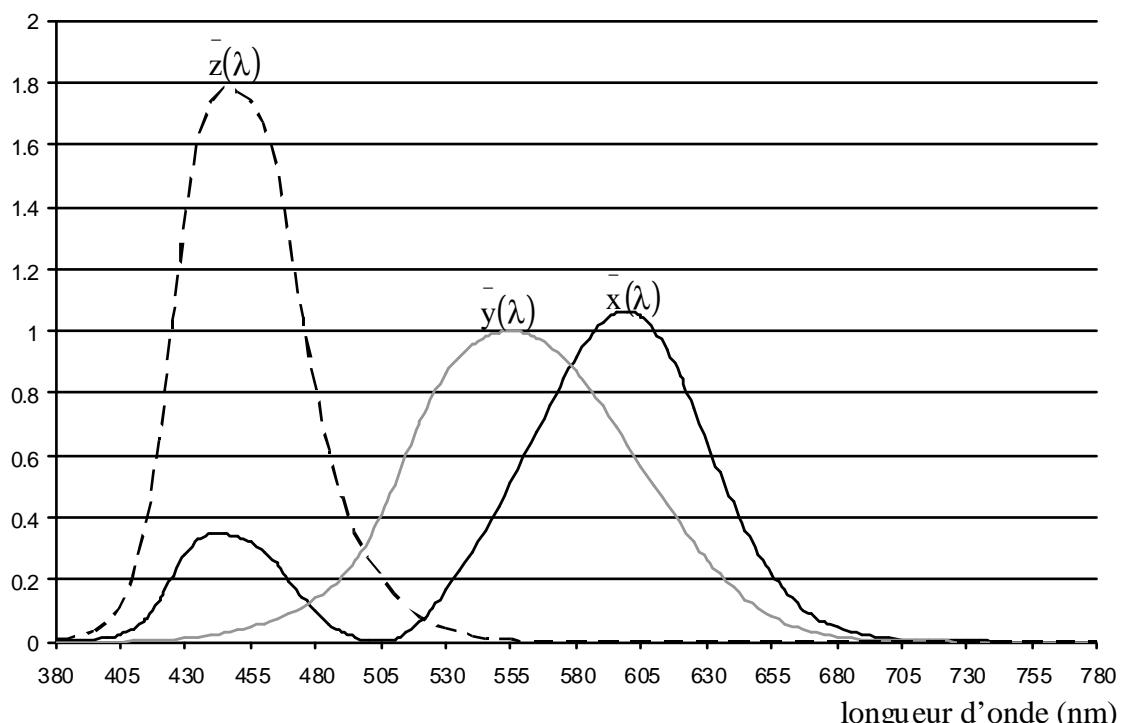
ANNEXE 4 : Données colorimétriques

Longueur d'onde λ (nm)	$S_{D65}(\lambda)$ %	$\bar{x}(\lambda)$	$\bar{y}(\lambda)$	$\bar{z}(\lambda)$
380	49,9755	0,001368	0,000039	0,00645
385	52,3118	0,002236	0,000064	0,01054999
390	54,6482	0,004243	0,00012	0,02005001
395	68,7015	0,00765	0,000217	0,03621
400	82,7549	0,01431	0,000396	0,06785001
405	87,1204	0,02319	0,00064	0,1102
410	91,486	0,04351	0,00121	0,2074
415	92,4589	0,07763	0,00218	0,3713
420	93,4318	0,13438	0,004	0,6456
425	90,057	0,21477	0,0073	1,0390501
430	86,6823	0,2839	0,0116	1,3856
435	95,7736	0,3285	0,01684	1,62296
440	104,865	0,34828	0,023	1,74706
445	110,936	0,34806	0,0298	1,7826
450	117,008	0,3362	0,038	1,77211
455	117,41	0,3187	0,048	1,7441
460	117,812	0,2908	0,06	1,6692
465	116,336	0,2511	0,0739	1,5281
470	114,861	0,19536	0,09098	1,28764
475	115,392	0,1421	0,1126	1,0419
480	115,923	0,09564	0,13902	0,8129501
485	112,367	0,05795001	0,1693	0,6162
490	108,811	0,03201	0,20802	0,46518
495	109,082	0,0147	0,2586	0,3533
500	109,354	0,0049	0,323	0,272
505	108,578	0,0024	0,4073	0,2123
510	107,802	0,0093	0,503	0,1582
515	106,296	0,0291	0,6082	0,1117
520	104,79	0,06327	0,71	0,07824999
525	106,239	0,1096	0,7932	0,05725001
530	107,689	0,1655	0,862	0,04216
535	106,047	0,2257499	0,9148501	0,02984
540	104,405	0,2904	0,954	0,0203
545	104,225	0,3597	0,9803	0,0134

550	104,046	0,4334499	0,9949501	0,00875
555	102,023	0,5120501	1	0,00575
560	100	0,5945	0,995	0,0039
565	98,1671	0,6784	0,9786	0,00275
570	96,3342	0,7621	0,952	0,0021
575	96,0611	0,8425	0,9154	0,0018
580	95,788	0,9163	0,87	0,00165
585	92,2368	0,9786	0,8163	0,0014
590	88,6856	1,0263	0,757	0,0011
595	89,3459	1,0567	0,6949	0,001
600	90,0062	1,0622	0,631	0,0008
605	89,8026	1,0456	0,5668	0,0006
610	89,5991	1,0026	0,503	0,00034
615	88,6489	0,9384	0,4412	0,00024
620	87,6987	0,8544499	0,381	0,00019
625	85,4936	0,7514	0,321	0,0001
630	83,2886	0,6424	0,265	5,00E-05
635	83,4939	0,5419	0,217	0,00003
640	83,6992	0,4479	0,175	0,00002
645	81,863	0,3608	0,1382	0,00001
650	80,0268	0,2835	0,107	0
655	80,1207	0,2187	0,0816	0
660	80,2146	0,1649	0,061	0
665	81,2462	0,1212	0,04458	0
670	82,2778	0,0874	0,032	0
675	80,281	0,0636	0,0232	0
680	78,2842	0,04677	0,017	0
685	74,0027	0,0329	0,01192	0
690	69,7213	0,0227	0,00821	0
695	70,6652	0,01584	0,005723	0
700	71,6091	0,01135916	0,004102	0
705	72,979	0,00811092	0,002929	0
710	74,349	0,00579035	0,002091	0
715	67,9765	0,00410646	0,001484	0
720	61,604	0,00289933	0,001047	0
725	65,7448	0,00204919	0,00074	0
730	69,8856	0,00143997	0,00052	0
735	72,4863	0,00099995	0,0003611	0
740	75,087	0,00069008	0,0002492	0

745	69,3398	0,00047602	0,0001719	0
750	63,5927	0,0003323	0,00012	0
755	55,0054	0,00023483	0,0000848	0
760	46,4182	0,00016615	0,00006	0
765	56,6118	0,00011741	0,0000424	0
770	66,8054	8,31E-05	0,00003	0
775	65,0941	5,87E-05	0,0000212	0
780	63,3828	4,15E-05	0,00001499	0

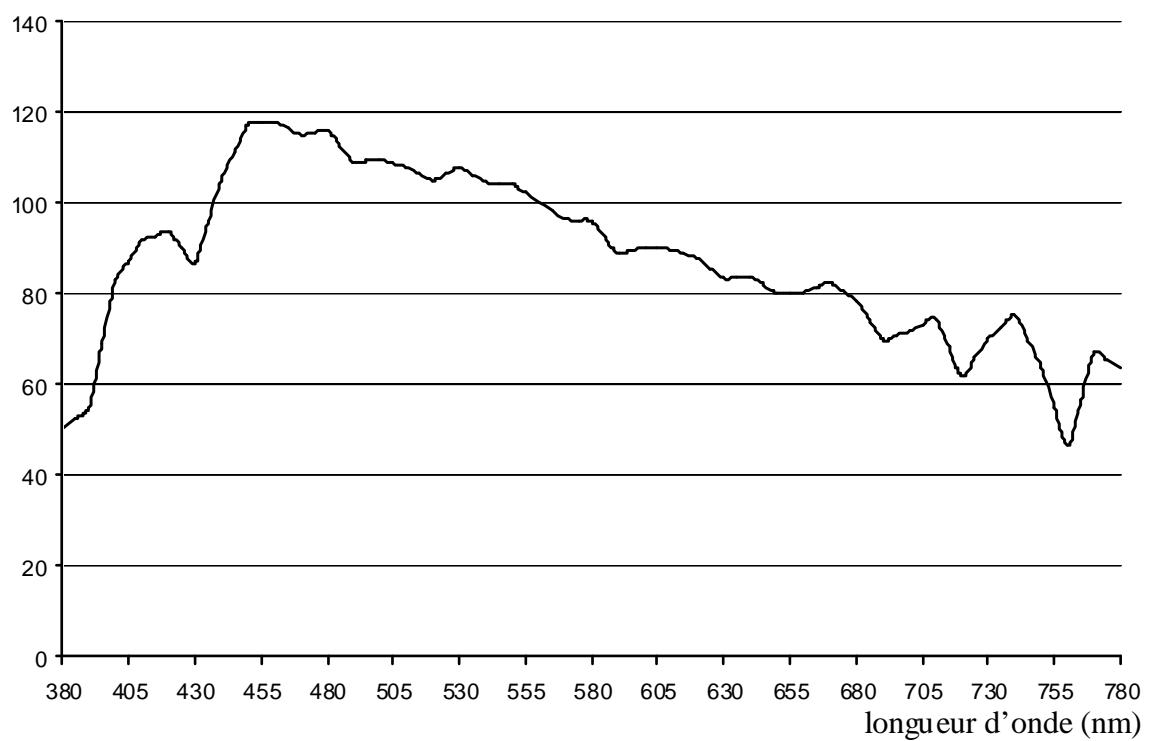
Sur les figures suivantes, on peut voir les fonctions de l'observateur colorimétrique standard (CIE 1931 2°), ainsi que celle de l'illuminant D65.



Trait noir continu : courbe de la fonction $\bar{x}(\lambda)$ / Trait gris continu : courbe de la fonction $\bar{y}(\lambda)$

Trait noir discontinu : courbe de la fonction $\bar{z}(\lambda)$

Figure A4-1



Intensité de l'illuminant D65 (%)

Figure A4-2

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. Zöller, R.Herrmann, W.Klug, W.Zültzke, *Optical monitoring : comparison of different monitoring strategies with respect to the resulting reproducibility to the completed layer systems*, SPIE vol. 652 Thin Film Technologies II, 21-26, 1986.
- [2] H.A. Macleod, *Thin Film Optical Filters*, McGraw-Hill, 1986.
- [3] H.A. Macleod, *Monitoring of optical coatings*, Appl. Opt. 20,82-89, 1981.
- [4] A.R. Reinberg, *Ellipsometer Data Analysis with a small Programmable Desk Calculator*, Appl. Opt. 11, 1273-1274, 1972.
- [5] T. Easwarakhanthan, C. Michel and S. Ravelet, *Numerical method for the ellipsometric determination of optical constants and thickness of thin films with microcomputers*, Surface Science 197, 339-345, 1988.

- [6] Y. Yoriume, *Method for numerical inversion of the ellipsometry equation for transparent films*, J. Opt. Soc. Am. 73, 888-891, 1983.
- [7] D. Kouznetsov, A. Hofrichter, B. Dréillon, *Direct numerical inversion method for kinetic ellipsometric data. I. Presentation of the method and numerical evaluation*, Appl. Opt. 41, 4510-4518, 2002.
- [8] A. Hofrichter, D. Kouznetsov, P. Bulkin, B. Dréillon, *Direct numerical inversion method for kinetic ellipsometric data. II. Implementation and experimental verification*, Appl. Opt. 41, 4519-4525, 2002.
- [9] J-P. Drolet, S.C. Russev, M.I. Boyanov, R.M. Leblanc, *Polynomial inversion of the single transparent layer problem in ellipsometry*, J. Opt. Soc. Am. 11, 3284-3290, 1994.
- [10] P. Bulkin, D. Daineka, D. Kouznetsov, and B. Dréillon, *Deposition of optical coatings with real time control by the spectroellipsometry*, Eur. Phys. J. Appl. Phys. 28, 235-242, 2004.
- [11] M. Kildemo, R. Brenot, B. Dréillon, *Spectroellipsometric method for process monitoring semiconductor thin films and interfaces*, Appl. Opt. 37, 5145-5149, 1998.
- [12] K. Vedam, *Spectroscopic ellipsometry : a historical overview*, Thin solid films 313-314, 1-9, 1998.
- [13] O. Polgar, M. Fried, T. Lohner, I. Barsony, *Evaluation of ellipsometric measurements using complex strategies*, thin solid films 455-456, 95-100, 2004.
- [14] S. Dligatch, R.P. Netterfield, B. Martin, *Application of in-situ ellipsometry to the fabrication of multi-layer optical coatings with sub-nanometre accuracy*, thin solid films 455-456, 376-379, 2004.
- [15] S. Dligatch, *Real time process control and monitoring in multilayer filter deposition*, in Digest of Optical Interference Coatings on CD-ROM (Optical Society of America, 2004), paper TuE5.
- [16] B. Vidal, A. Fournier, and E. Pelletier, *Optical monitoring of nonquarterwave multilayer filters*, Appl. Opt. 17, 1038-1047, 1978.
- [17] F. Zhao, *Monitoring of periodic multilayers by the level method*, Appl. Opt. 24, 3339-3342, 1985.

- [18] P. Bousquet, E. Pelletier, *Optical thin film monitoring – Recent advances and limitations*, Thin Solid Films 77, 165-179, 1981.
- [19] R. Willey, *Variation of band-edge position with errors in the monitoring of layer termination level for long - and short - wave pass filters*, Appl. Opt. 38, 5447-5451, 1999.
- [20] A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskoy, and T.V. Amotchkina, *Statistical approach to choosing a strategy of monochromatic monitoring of optical coating production*, Appl. Opt. 45, 7863-7870, 2006.
- [21] R. R. Willey, *Optical thickness monitoring sensitivity improvement using graphical methods*, Appl. Opt. 26, 729-737, 1987.
- [22] C. Grezes-Besset, F. Chazallet, G. Albrand, and E. Pelletier, *Synthesis and research of the optimum conditions for the optical monitoring of non-quarter-wave multilayers*, Appl. Opt. 32, 5612-5618, 1993.
- [23] H.A. Macleod and E. Pelletier, *Error compensation mechanisms in some thin-film monitoring systems*, Opt. Acta 24, 907-930, 1977.
- [24] P. Giacomo, P. Jacquinot, J. Phys. A, 13, 59-65, 1952.
- [25] T. Skettrup, *Optical monitoring of nonquarterwave stacks*, Opt Eng. 26, 1175-1181, 1987.
- [26] B. Chun, C.K. Hwangbo, and J.S. Kim, *Optical monitoring of nonquarterwave layers of dielectric multilayer filters using optical admittance*, Opt. Express 14, 2473-2480, 2006.
- [27] C. Zhang, Y. Wang, W. Lu, *Single-wavelength monitoring method for optical thin-film coating*, Opt Eng. 43, 1439-1444, 2004.
- [28] C.C. Lee, K. Wu, C.C. Kuo, and S.H. Chen, *Improvement of the optical coating process by cutting layers with sensitive monitoring wavelengths*, Opt. Express 13, 4854-4861, 2005.
- [29] B. Vidal, A. Fournier, and E. Pelletier, *Wideband optical monitoring of nonquarterwave multilayer filters*, Appl Opt. 18, 3851-3856, 1979.
- [30] B. Vidal and E. Pelletier, *Nonquarterwave multilayer filters : optical monitoring with a minicomputer allowing correction of thickness errors*, Appl. Opt. 18, 3857-3862, 1979.

- [31] Bruno Badoil, Fabien Lemarchand, Michel Cathelinaud and Michel Lequime, *Interest of broadband optical monitoring for thin film filters manufacturing*, Appl. Opt. 46, 4294-4303, 2007.
- [32] A.V. Tikhonravov and M.K. Trubetskoy, *Computational manufacturing as a bridge between design and production*, Appl. Opt. 44, 6877-6884, 2005.
- [33] C. Buzea, K Robbie, *State of the art in thin thickness and deposition rate monitoring sensors*, Rep. Prog. Phys. 68, 385-409, 2005.
- [34] A. Zoeller, M. Boos, R. Goetzemann, H. Hagedorn, and W. Klug, *Substantial progress in optical monitoring by intermittent measurement technique*, in Proc. SPIE 5963, 105-113, 2005.
- [35] P.W. Baumeister, Optical Coating Technology, SPIE Press, 2004.
- [36] A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskoy, and T.V. Amotchkina, *Investigation of the effect of accumulation of thickness errors in optical coating production by broadband optical monitoring*, Appl. Opt. 45, 7026-7034, 2006.
- [37] C.J. van der Laan, *Optical monitoring of nonquarterwave stacks*, Appl. Opt. 25, 753-760, 1986.
- [38] A.V. Tikhonravov and M.K. Trubetskoy, *Automated design and sensitivity analysis of wavelength-division multiplexing filters*, Appl. Opt. 41, 3176-3182, 2002.
- [39] P. Bousquet, A Fournier, R. Kowalczyk, E. Pelletier, and P. Roche, *Optical filters : monitoring process allowing the auto correction of thickness errors*, Thin Solid Films 13,285-290, 1972.
- [40] H.A. Macleod, *Turning value monitoring of narrow-band all-dielectric thin film optical filters*, Opt. Acta 19, 1-28, 1972.
- [41] H.A. Macleod and D. Richmond, *The effect of errors in the optical monitoring of narrow-band all-dielectric thin film optical filters*, Opt. Acta 21, 429-443, 1974.
- [42] B.T. Sullivan and J.A. Dobrowolski, *Deposition error compensation for optical multilayer coatings. II. Experimental results-sputtering system*, Appl Opt. 32, 2351-2360, 1993.
- [43] C. Holm, *Optical thin-film production with continuous reoptimization of layer*

thicknesses, Appl. Opt. 18, 1978-1982, 1978.

[44] L.Li and Y.Yen, *Wideband monitoring and measuring system for optical coatings*, Appl. Opt. 28, 2890-2894, 1989.

[45] B. Sullivan, G. Clarke, T. Akiyama, N. Osborne, M. Ranger, J.A. Dobrowolski, L. Howe, A. Matsumoto, Y. Song, and K. Kikuchi, *High-rate automated deposition system for the manufacture of complex multilayer coatings*, Appl. Opt. 39,157-167, 2000.

[46] A.V. Tikhonravov and M.K. Trubetskoy, *On-line characterization and reoptimization of optical coatings*, in Proc. SPIE, 5250, 406-413, 2004.

[47] B.T. Sullivan and J.A. Dobrowolski, *Deposition error compensation for optical multilayer coatings. I. Theoretical description*, Appl. Opt. 31, 3821-3835, 1992.

[48] D. Ristau, T. Gross, and M. Lappschies, *Optical broadband monitoring of conventional and ion process*, in Digest of Optical Interference Coatings on CD-ROM (Optical Society of America, 2004), paper TuE1.

[49] M. Lappschies, B. Goertz, and D. Ristau, *Application of optical broadband monitoring to quasi-rugate filter by ion beam sputtering*, in Digest of Optical Interference Coatings on CD-ROM (Optical Society of America, 2004), paper TuE4.

[50] S. Wilbrandt, R. Leitel, D. Gabler, O. Stenzel, and N. Kaiser, *In situ broadband monitoring and characterization of optical coatings*, in Digest of Optical Interference Coatings on CD-ROM (Optical Society of America, 2004), paper TuE6.

[51] R. Buhl, E. Moll and H. Daxinger, U.S. Patent N°4,448,802 (1984) .

[52] E. Moll, H.K. Pulker, and W. Haag, U.S. Patent N°4,619,748 (1986) .

[53] L.Tomasini, Les traitements de surface sous vide, La revue de métallurgie-CIT, 411-419, 2001.

[54] Fabien Lemarchand, Carole Deumié, Myriam Zerrad, Laëtitia Abel-Tiberini, Bertrand Bertussi, Gaëlle Georges, Basile Lazaridès, Michel Cathelinaud, Michel Lequime, and Claude Amra, *Optical characterization of an unknown single layer : Institut Fresnel contribution to the Optical Interference Coating 2004 Topical Meeting Measurement Problem*, Appl. Opt. 45, 1312-1318, 2006 .

[55] T.Csendes, *Nonlinear Parameter Estimation by Global Optimization – Efficiency and*

Reliability, Acta Cybernetica 8, 361-370, 1988.

- [56] T.Csendes, B.Daroczy and Z.Hantos, *Nonlinear parameter estimation by global optimization : comparison of local search methods in respiratory system modelling*, System Modelling and Optimization, 188-192, Ed. Springer-Verlag, Berlin 1986.
- [57] C.G.E. Boender, A.H.G. Rinnooy Kan, G.T. Timmer and L. Stougie, *A stochastic method for global optimization*, Mathematical Programming 22, 125-140, 1982.
- [58] M.Cathelinaud, *Séquences métal-diélectrique pour le filtrage spectral large bande et les absorbeurs de lumière. Détermination d'indice des couches minces métalliques*, thèse soutenue le 23/10/2000.
- [59] M.Cathelinaud, F.Lemarquis, and C.Amra, Index determination of opaque and semitransparent metallic film : application to light absorbers, Appl. Opt. 41, 2546-2554, 2002.
- [60] F.Lemarquis, G. Marchand, *Analytical achromatic design of metal-dielectric absorbers*, Appl. Opt. 38, 4876-4884, 2006.