HAL
open science

Utilisation du spectre de Fourier des courbes de réflectivité X pour l'étude d'empilements de couches minces

Françoise Bridou, Bruno Pardo

To cite this version:

Françoise Bridou, Bruno Pardo. Utilisation du spectre de Fourier des courbes de réflectivité X pour l'étude d'empilements de couches minces. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C4), pp.C4-367-C4-383. 10.1051/jp4:1996433 . jpa-00254316

HAL Id: jpa-00254316

https://hal.science/jpa-00254316v1

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

JOURNAL DE PHYSIQUE IV
Colloque C4, supplément au Journal de Physique III, Volume 6, juillet 1996

Utilisation du spectre de Fourier des courbes de réflectivité X pour l'étude d'empilements de couches minces

F. Bridou et B. Pardo

Institut d'Optique, L.A. 14 du CNRS, Centre Universitaire, BP. 147, 91403 Orsay cedex, France

Résumé: La réflectivité en X rasants est couramment utilisée pour la caractérisation d'empilements de couches minces. Les paramètres à déterminer sont: épaisseurs, rugosités, et indices. On peut y accéder en ajustant la courbe expérimentale de réflectivité avec une courbe théorique calculée à partir de ces paramètres (méthode d'essai-erreur). Une autre méthode consiste à utiliser la transformation de Fourier pour étudier directement les caractéristiques de l'empilement.
La courbe expérimentale n'étant pas périodique, les données doivent être préalablement traitées avant d'appliquer la transformation de Fourier.
A partir d'exemples réels, on montre comment l'analyse de Fourier donne des indications sur le modèle de l'empilement. Les résultats permettent essentiellement d'évaluer les distances entre toutes les interfaces. La précision des résultats dépent de la bande passante angulaire de détection. La largeur des pics dans le spectre permet également d'évaluer la rugosité des interfaces relatives au pic.
La méthode est limitée par les propriétés liées au caractère discret de la transformée de Fourier.
Les résultats sont affinés par la méthode d'essai-erreur précédemment décrite, mais à partir de paramètres déja connus approximativement, ce qui permet de gagner un temps considérable pour l'ajustement des courbes.

Abstract: Grazing incidence X-ray reflectometry is usually used for the analysis of thin layer stacks. The parameters to be found are thicknesses, roughnesses, and indices. They can be reached by the fitting of the experimental reflectivity curve whith a theoretical one calculated from these parameters (trial and error method). Another method consists to use the Fourier transform in order to study the typical features of the stack. Because the reflectivity curve has no periodicity, the data have to be processed before using the Fourier transformation.
Starting from real examples, it will be shown how the Fourier analysis gives informations on the model of the stack. The results allows mainly to evaluate the distances between all the interfaces. The accuracy of the results depends on the angular detection scanning range. The width of the peaks in the spectrum depends on the roughness of the related interfaces .
A limitation of this method is due to the discretisation of the Fourier transform.
The results are refined by the trial and error method as explained above, but with starting roughtly known values of the parameters, that allows to save much time in the curves fitting process.

1. INTRODUCTION

La technique d'analyse en reflectométrie de rayons X rasants est très utilisée pour la caractérisation d'empilements de couches minces (typiquement, de 10 à 2000 Å d'épaisseur pour un faisceau de 1.54 Å de longueur d'onde). L'intensité réfléchie spéculairement en fonction de l'angle d'incidence dépend des épaisseurs, des indices de réfraction complexes des empilements, et des rugosités de toutes les interfaces. De nombreux auteurs (voir [1-5] par exemple), ont utilisé cette méthode et caractérisé des empilements en ajustant la courbe de réflectivité expérimentale avec une courbe théorique calculée à partir de paramètres donnés et que l'on fait varier selon différentes procédures jusqu'à l'obtention d' un accord satisfaisant entre les deux courbes (méthode d'essai et erreur).

Article published online by EDP Sciences and available at http://dx.doi.org/10.1051/jp4:1996433

On a montré [6] qu'il était possible de réaliser cet ajustement de manière automatique à partir d'un calculateur. Cela suppose néanmmoins que l'on connaisse à priori, de manière approximative le modèle de l'empilement, c'est à dire le nombre et la nature des différentes couches qui le constituent, ainsi qu'un ordre de grandeur de leur épaisseur, ceci dépendant de la complexité de la multicouche.
Les oscillations présentées par la coube de réflectivité permettent de penser qu'une analyse de Fourier rendrait possible l'évaluation du modèle de l'empilement, en particulier par l'obtention rapide des valeurs des épaisseurs. Mais il se trouve que ces oscillations ne sont pas périodiques, et il est nécéssaire de procéder à un traitement préliminaire des données expérimentales pour résoudre ce problème.
Sakurai et Iida [7] ont soustrait de la courbe expérimentale une courbe moyenne obtenue à partir du logarithme de l'intensité. Mais cette méthode est empirique quand au choix des critères pour le calcul de la moyenne, et souvent des ordres parasites subsistent dans le spectre.

Sivia *et al* [8] [9] ont appliqué la transformation de Fourier à l'étude de courbes de réflectivité enregistrées sur un réflectomètre à neutrons sous incidence rasante fixe, et balayage en longueur d'onde (technique du temps de vol). Au préalable, ils ont multiplié l'intensité par un facteur en Q^4 (où Q est le moment de diffusion). Ceci apporte une réelle amélioration , et rend la courbe quasiment périodique. Mais, dans le but d'obtenir une transformée de Fourier réelle, il semble qu'ils aient été amenés à effectuer la transformée de Fourier d'une courbe symétrisée, ou, ce qui revient au même à utiliser la TF en cosinus. Ils trouvent des oscillations parasites dans le spectre, dues au fait que la zone où la reflectivité est quasiment constante, au voisinage de la réflexion totale, est incluse dans les données traitées.

Pedersen [10] a utilisé la tranformation de Fourier de données expérimentales pour calculer la fonction de corrélation du profil de la dérivée de la densité de la longueur de diffusion. Une déconvolution est ensuite effectuée, en supposant que le profil de densité peut s'exprimer par une somme de cubic splines [11]. Cette méthode a permis de déterminer avec succès les profils de fluorocarbones amphiphiles dans des solutions acqueuses ou salées. Cependant, du fait que l'on fait appel a des calculs cinématiques, les calculs ne sont pas rigoureux.

Le but de cette étude est de montrer qu'il est possible à partir de la transformée de Fourier d'une courbe de réflectivité en X rasants, d'obtenir rapidement de nombreuses informations sur le modèle de l'empilement étudié, en particulier sur les épaisseurs. La largeur d'un pic est liée aux rugosités des interfaces relatives à ce pic, et sa hauteur dépend du contraste d'indices. Ces informations préliminaires peuvent être utilisées comme base de départ pour la méthode d' essai et erreur, qui elle, utilise un modèle de calcul de réflectivité basé sur une théorie dynamique exempte d'approximations.

2. PRINCIPE DE LA REFLECTOMETRIE EN RAYONS X RASANTS.

Le principe de la méthode a été décrit précedemment [2] [12], il est schématisé figure 1:
L'échantillon plan est positionné sur un support fixe, la source et le détecteur sont fixés sur des bras tournant autour d'un même axe. La source est constituée par un tube classique, à anticathode de cuivre et foyer linéaire (0.1*10 mm). La raie Ka du cuivre à 1.54 Å est sélectionnée par un monochromateur constitué par un cristal LiF et une fente réglable placée derrière celui-ci. La fente permet également d'ajuster l'ouverture du faisceau, et definit la zone éclairée sur l'échantillon. La détection des photons réfléchis est effectuée à l'aide d'un compteur proportionnel (Xe/CH4). Une tourelle munie d'écrans atténuateurs calibrés permet d'obtenir la meilleure dynamique de comptage possible sans risque de saturation du détecteur. Les rotations des bras du reflectomètre sont assurées par l'intermédiaire de moteurs pas à pas , avec une précision angulaire mécanique de 1 sec d'arc. L'ensemble instrumental est piloté par un micro-ordinateur, sauf pour ce qui concerne l'alignement de l'échantillon. Ce dernier est maintenu sur la platine par dépression, ou par son propre poids lorsqu'il es placé horizontalement (dans le cas où les bras de l'appareil se deplacent dans le plan vertical). L'alignement de l'échantillon est réalisé avec l'aide d'un couteau escamotable, ou d'une lunette de visée pré-réglée.
La courbe de rélectivité est obtenue en faisant varier l'angle d'incidence et à enregistrer l'intensité du faisceau réfléchi spéculairement.

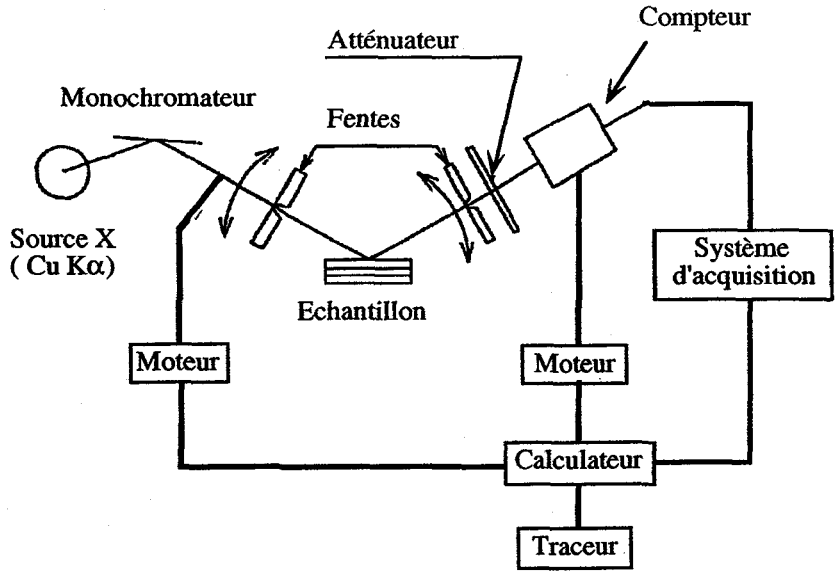


Figure 1: Shéma du goniomètre à rayons X rasants

La courbe en pointillés de la figure 2 montre un exemple d'enregistrement obtenu dans le cas d'un substrat de silice prépoli. On a représenté le logarithme décimal de l'intensité mesurée en fonction de l'angle de rasance en secondes.

3. AJUSTEMENT DE LA COURBE EXPERIMENTALE

3.1 Calcul de la réflectivité théorique

Il existe de nombreuses méthodes permettant de calculer la réflectivité théorique d'une multicouche. Elles sont toutes équivalentes [13]. On utilise ici le formalisme matriciel.
On considère les vecteurs dont les composantes (R) et (T) sont les amplitudes complexes des ondes planes transmises et refléchies d'un dioptre à l'autre dans la multicouche. On a:

$$\begin{bmatrix} T \\ R \end{bmatrix}_{z'} = \hat{M}.\begin{bmatrix} T \\ R \end{bmatrix}_{z}$$

La matrice M est le produit de deux matrices:
a-Matrice F correspondant à la traversée du dioptre.
b-Matrice de propagation P dans la couche.

a-La matrice F fait appel aux composantes des vecteurs d'onde dans les deux milieux séparés par le dioptre. Par exemple, dans le cas d'une onde plane polarisée rectilignement S, la matrice correspondant à la traversée du dioptre s'écrit:

$$\hat{F} = \frac{1}{2}\begin{bmatrix} 1 + \frac{k_{1\perp}}{k_{2\perp}} & 1 - \frac{k_{1\perp}}{k_{2\perp}} \\ 1 - \frac{k_{1\perp}}{k_{2\perp}} & 1 + \frac{k_{1\perp}}{k_{2\perp}} \end{bmatrix}$$

k est la composante normale du vecteur d'onde, indicée par le numéro du milieu.
Lorsque l'interface est rugueux, les termes extradiagonaux de la matrice doivent être multipliés par le facteur Debye Waller (DW):

$$DW = \exp\left(-8.\pi^2.\sigma^2.k_{1\perp}.k_{2\perp}\right)$$

où σ est l'écart quadratique moyen de la rugosité.
Dans le cas d'un polarisation P, une composante k doit être divisée par le carré de l'indice complexe correspondant. Dans le cas des rayons X, les indices sont très proches de 1, et la correction n'est pas absolument nécessaire lorsque les angles d'incidence sont très éloignés de l'angle de Brewster.

b- Les matrices de propagation sont diagonales et se présentent sous une forme très simple:

$$P = \begin{bmatrix} \exp(+i.k_{\perp}.d) & 0 \\ 0 & \exp(-i.k_{\perp}.d) \end{bmatrix}$$

où d est l'épaisseur de la couche.

En tenant compte du fait que le vecteur d'onde initial dans le substrat a une composante en réflexion nulle, le coéfficient de reflexion en intensité s'écrit:

$$I = \frac{R.R^*}{T.T^*}$$

L'intensité réfléchie est obtenue en multipliant I par le nombre de particules incidentes.

3.2 Optimisation

La courbe expérimentale peut être ajustée par un programme de calcul automatique lorsque le modèle de départ de l'empilement est connu [6]. Une méthode par essai et erreur permet de modifier pas à pas les valeurs des paramètres de manière à rendre minimum la valeur absolue dela somme des écarts entre la coùbe expérimentale et la courbe calculée. Nous avons utilisé la méthode de Box [14] pour l'optimisation. Son principe est basé sur la génération de N vecteurs aléatoires dont les composantes sont des valeurs aléatoires des paramètres. A chaque étape du calcul, on élimine la plus mauvaise solution, et on remplace le vecteur correspondand par un autre, au moyen d'un algorithme d'interpolation. De cette façon, le nuage de point initial se concentre lentement en se déplaçant vers la solution.
Un exemple d'ajustement de courbe est donné figure 2, avec les paramètres trouvés correspondants

3.3 Profil d'indice

On exprime que la rugosité d'une interface peut être assimilée à une couche de passage où l'indice varie suivant la fonction erreur entre les valeurs des indices des deux couches limitrophes [15]:

$$\Pi_s(x) = \int_{-\infty}^{+\frac{x}{s}} e^{-\pi.\xi^2}.d\xi \qquad (1)$$

où x est la cote de profondeur à l'intérieur de la couche de passage. La variance s est égale à $\sqrt{2.\pi}\,\sigma$, où σ est la valeur quadratique moyenne de la rugosité. La figure 3 donne le profil d'indice correspondant aux paramètres du substrat de silice précédent.

Couche	Epaisseur (Å)	Rugosité (Å)	Indice (*10^6)	absorption
0	0	5.04	7	0.12
1	18.3	7.13	6.3	0.1

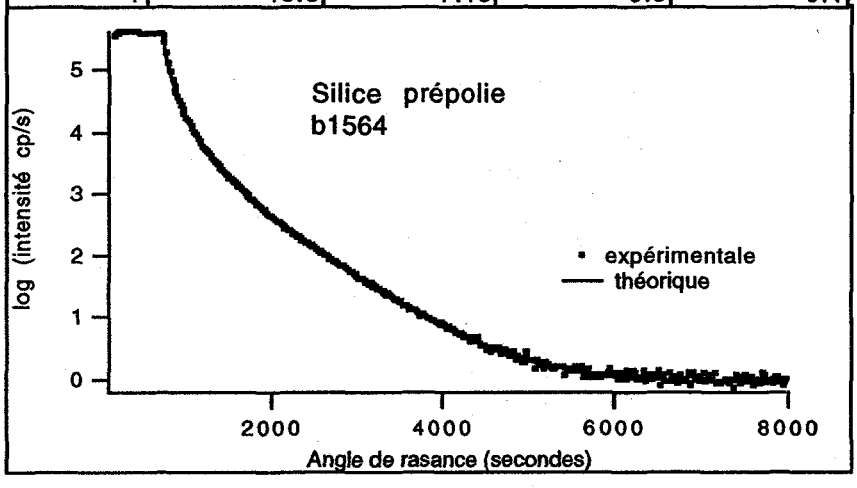


Figure 2: Courbe de rélectivité expérimentale d'un substrat de silice prépoli et résultat de l'ajustement

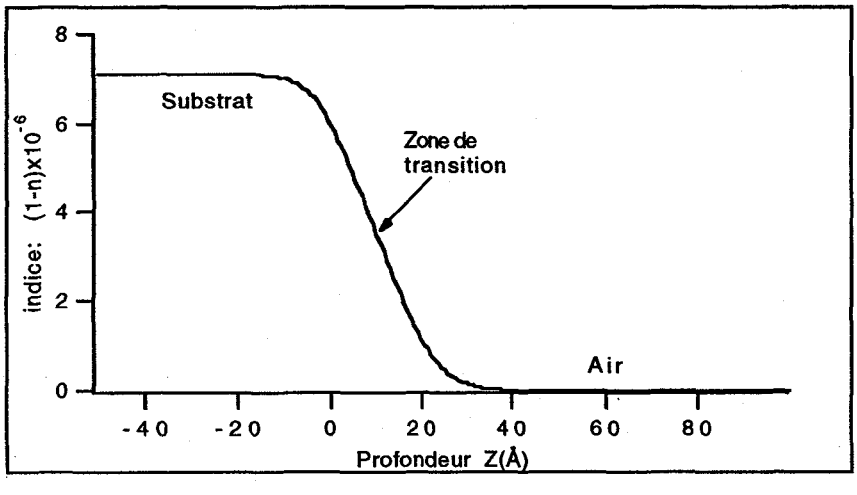


Figure 3: Profil d'indice du substrat SiO2 calculé à partir des paramètres d'ajustement théoriques.

4. UTILISATION DE LA TRANSFORMEE DE FOURIER POUR L'ANALYSE DES COURBES

4.1 Théorie

Le principe de la méthode a été décrit précedemment [16-17]. Il repose sur le fait que, en dehors de la zone de réflexion totale, et selon un modèle de calcul cinématique, la réflectivité est proportionnelle au module carré de la transformée de Fourier de la dérivée du profil de densité electronique. Soit:

$$R(Q) \propto \frac{(4.\pi)^2}{Q^4} \left| \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{dn}{dz} e^{i.Q'.z} .dz \right|^2 \qquad (2)$$

où Q est le moment de diffusion, c'est à dire deux fois la composante normale du vecteur d'onde dans le vide.
On a montré qu 'il était nécessaire de tenir compte de l'indice de réfraction, et de définir Q' par:

$$Q' = \frac{4.\pi.\sqrt{n^2 - \mathrm{Cos}^2(\theta)}}{\lambda}$$

θ représente l'angle de rasance, z la profondeur , l la longueur d'onde incidente et n est l'écart quadratique moyen de l'indice dans la couche, déduit de l'angle critique de réflexion totale.
La fonction d'autocorrélation (ACF) de la dérivée du profil de densité peut s'écrire:

$$\rho(z) = \int_{-\infty}^{+\infty} n'(t).n'(t-z).dt$$

$$\rho(z) \propto \frac{1}{(4.\pi)^2} \int_{-\infty}^{+\infty} Q^4.R(Q).e^{-iQ'z}.dQ$$

où t est la variable de profondeur.

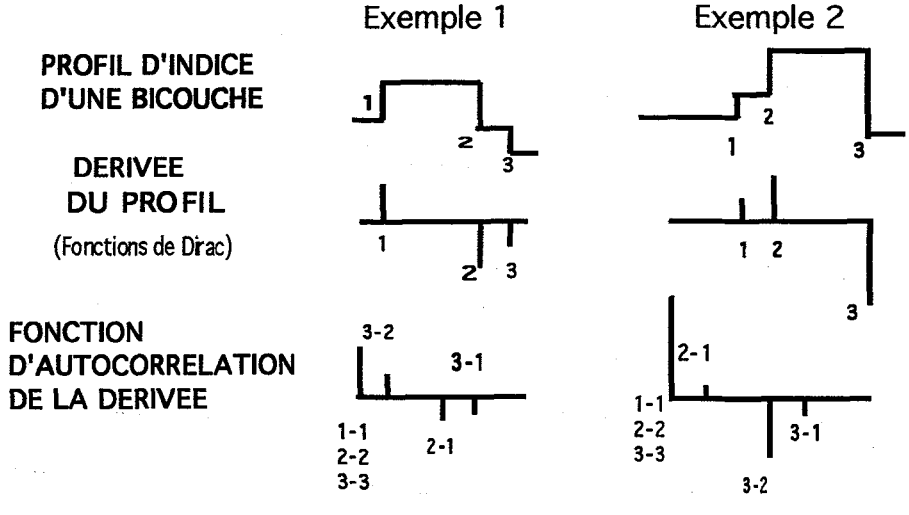


Figure 4: Profils et fonctions d'autocorrélations des dérivéees de deux bicouches parfaites

Dans le cas de couches homogènes, la fonction d'autocorrélation s'écrit :

$$\rho(z) = \sum_k \sum_l (n_{k+1} - n_k).(n_{l+1} - n_l)\delta_{x_k - x_l}(z)$$

k et l sont les numéros des couches, n_k sont les indices, x_k est la cote de profondeur de la kième surface, d_h est la fonction de Dirac centrée autour de z=0.

A titre d'exemple, la figure 4 illustre ces différentes fonctions dans le cas d'une bicouche idéale exempte de rugosité.

4.2 Discussion

Pour obtenir le signe de la fonction d'autocorrélation (ACF), il est nécessaire que la transformée de Fourier soit réelle, ce qui implique que la fonction directe soit symetrique. Il est possible de symétriser les données de réflectivité, mais alors la zone voisine du plateau de réflexion totale où la relation (2) n'est pas vérifiée introduit des pertubations dans le spectre de Fourier. Or, on peut constater dans l'exemple de la figure 4, que le signe de la AFC ne donne pas d'information sur l'ordre des couches. Dans un premier temps, on a donc préféré calculer le module de la TF de fonctions non symétriques où $Q>Q_c$, pour s'affranchir de la zone du plateau de réflexion totale.

4.3 La transformée de Fourier discrète et ses limitations

Rappelons que lorsque l'on remplace la transformée de Fourier continue par une transformée de Fourier discrète, la précision des résultats dépend du choix de certains paramètres, tels que:

- La fréquence d'échantillonnage (théorème de Shannon).,
- La longueur de balayage dans l'espace direct, qui détermine la résolution en fréquence dans le spectre,
- Le type de la fenêtre utilisée pour limiter le signal. Sa forme peut induire des composantes parasites qui n'existent pas dans le signal direct.

D'autre part, des oscillations parasites peuvent aussi être introduites lorsque la troncature ne correspond pas a un multiple de la période du signal (aliasing).
Dans les exemples ci-dessous, au lieu d'utiliser une fonction filtre qui risquerait de réduire la bande passante du signal, on prend soin de selectionner des minima dans la courbe du signal, pour définir des limites telles que l'effet d'aliasing soit atténué le plus possible.

4.4 Application à l'analyse d'une couche simple idéale

On a calculé entre 2800 et 30000 seconds d'arc, la reflectivité d'une couche d'or d'épaisseur 246.9 Å,sans rugosité (figure 5a). Le spectre correspondant (figure 5b), présente un pic unique à 246.1 Å. Ce résultat montre la validité de la méthode.

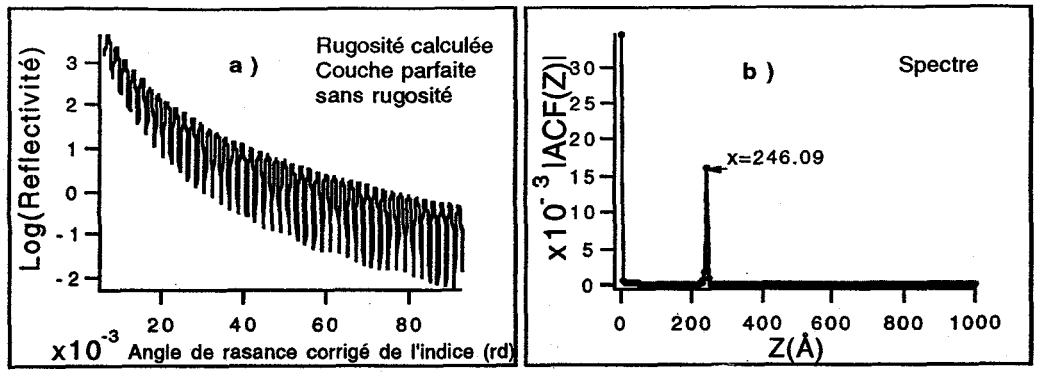


Figure 5: Réflectivité calculée d'une couche mince parfaite d'épaisseur 246,9 et transformée de Fourier correspondante.

4.5 Effet de la rugosité

Dans le cas d'un interface rugueux, on a vu ci-dessus (1), qu'il pouvait être assimilé à une couche de transition où l'indice varie en fonction de la profondeur suivant la fonction erreur.

$$\Pi_s(x) = \int_{-\infty}^{+\frac{x}{s}} e^{-\pi.\xi^2}.d\xi$$

Rappelons que la variance s est égale à $\sqrt{2.\pi}\,\sigma$, où σ est la valeur quadratique moyenne de la rugosité.
La dérivée de cette fonction est une gaussienne.

$$G_s(x) = \frac{1}{s} e^{-\pi.\left(\frac{x}{s}\right)^2}$$

Sa transformée de Fourier est une gaussienne de la forme : $e^{-\pi.(\xi s)^2}$

En tenant compte du profil gaussien de la dérivée de l'indice, la fonction d'autocorrélation devient:

$$\rho = \sum_k \sum_l (n'_{k+1} - n'_k).(n'_{l+1} - n'_l).G_{s_k} * G_{s_l} * \delta_{x_k - x_l}$$

Elle fait intervenir des produits de convolution de gaussiennes. Ces produits sont aussi des fonctions de Gauss:

$$G_{s_{kl}} = G_{s_k} * G_{s_l}$$

dont la largeur à mi-hauteur est égale à:

$$s_{k,l} = \sqrt{2\pi}\sqrt{\sigma_k^2 + \sigma_l^2}$$

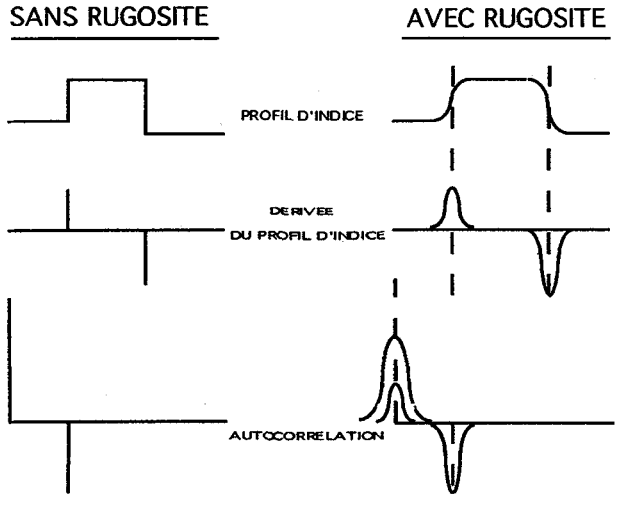


Figure 6: Profils comparés

Notons que le pic à l'origine est la superposition de n gaussiennes, dont la variance est donnée par:

$$s_{k,k} = \sqrt{2}.s_k = 2\sqrt{\pi}.\sigma_k$$

En fait, ces valeurs théoriques doivent être corrigées car nous avons réalisé la TF de la courbe de réflectivité tronquée ($Q > Q_c$). La largeur doit être multipliée par un facteur théorique de 1.785, qui correspond au fait que l'on a utilisé la transformée de Fourier exponentielle au lieu de la transformée en cosinus.
La figure 6 schématise les profils théoriques comparés d'une couche parfaite, et d'une couche avec rugosité.

5. APPLICATION DANS LE CAS DE COUCHES REELLES

5.1. Cas d'une couche simple

On présente figure 7 a) la courbe expérimentale de réflectivité d'une couche d'or obtenue par évaporation thermique, b) la courbe obtenue après pré-traitement, c) le spectre après transformation de Fourier, et d) l'ajustement théorique de la courbe expérimentale. On peut constater que la largeur du pic est compatible avec les valeurs de rugosités obtenues.

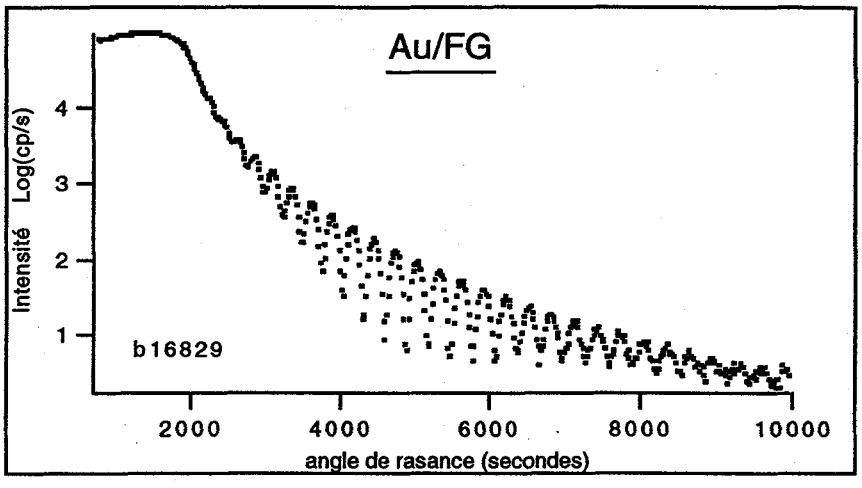


Fig 7a: Courbe de réflectinvité expérimentale

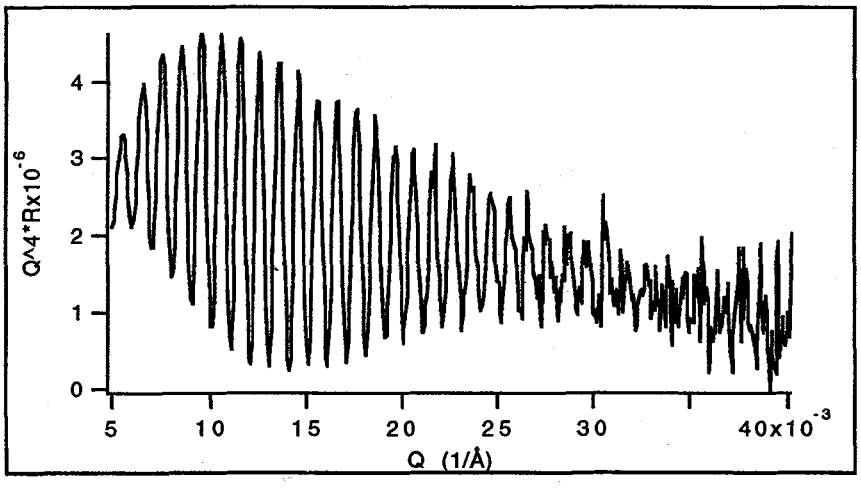


Figure 7b: Données expérimentales après pré-traitement

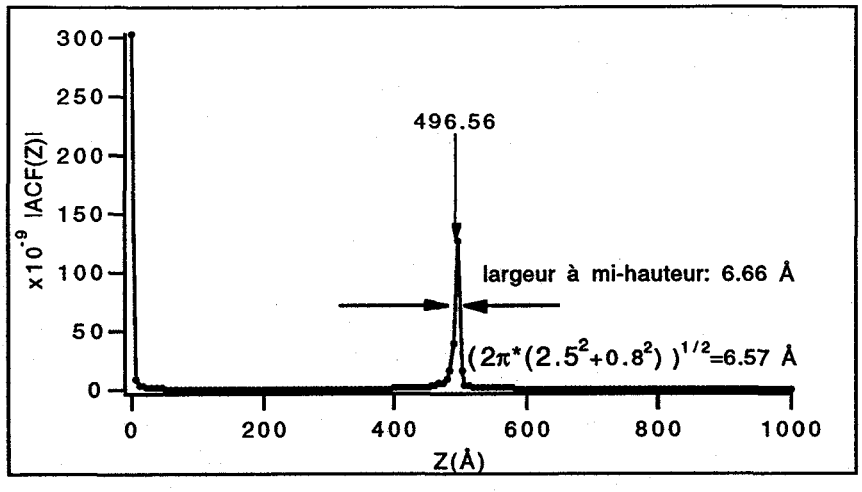


Figure 7c: Module de la transformée de Fourier de la courbe 7b

	Å		*10^6	
Couche	Epaisseur	Rugosité	Indice	absorption
0	0	2.5	7.7	0.136
1	497.4	0.76	45.97	4.01

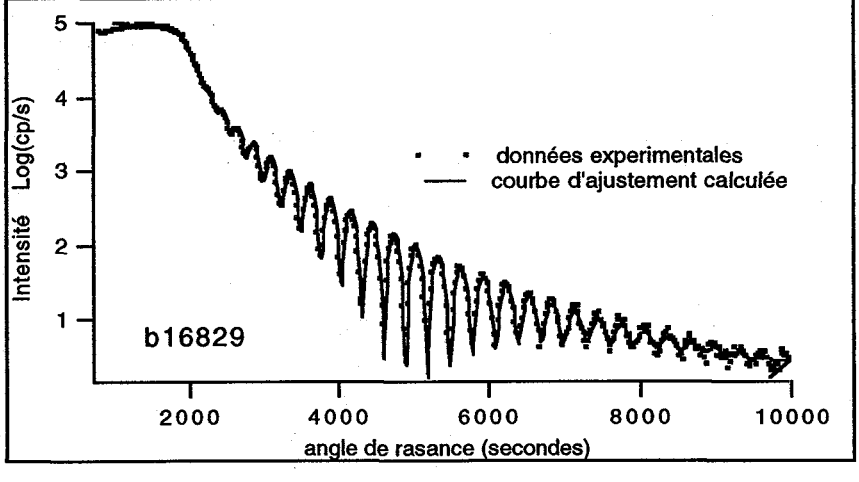
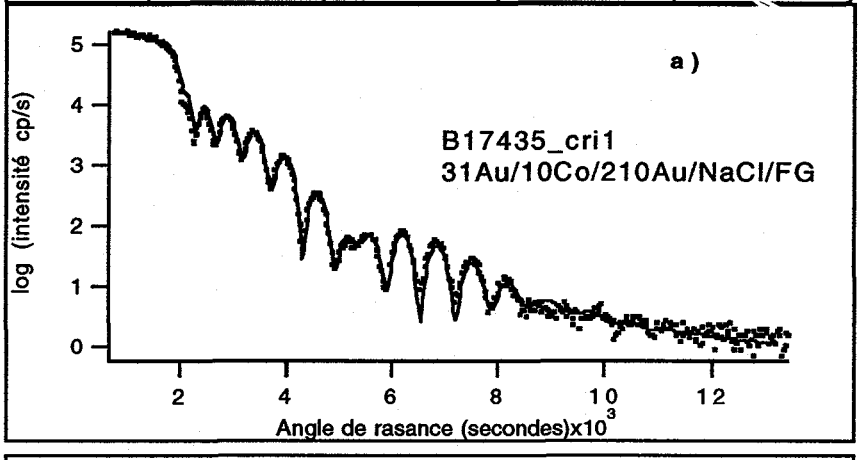


Figure 7d: Résultat de l'ajustement des courbes

5.2 Cas d'une tricouche

La courbe en pointillés de la figure 8 a représente le profil de réflectivité d'un empilement: Au/Co/Au/NaCl/Float-glass, obtenu par évaporation thermique. Le contraste entre l'indice de la couche de sel et le substrat est trop faible pour être détecté, et la couche de cobalt est trop mince pour apparaitre dans le spectre de la figure 8 b. Cependant, l'information obtenue est suffisante pour donner un modèle de départ,selon le shéma de la figure 9, avant le calcul de la courbe d'ajustement (courbe en trait plein de la figure 8a).

Couche	Epaisseur (Å)	Rugosité	Indice	Absorption ($*10^6$)
0	0	2.93	7	0.136
1	208.04	7.49	45	4.965
2	9.19	6.51	19	3.677
3	34.74	7.53	45	4.865



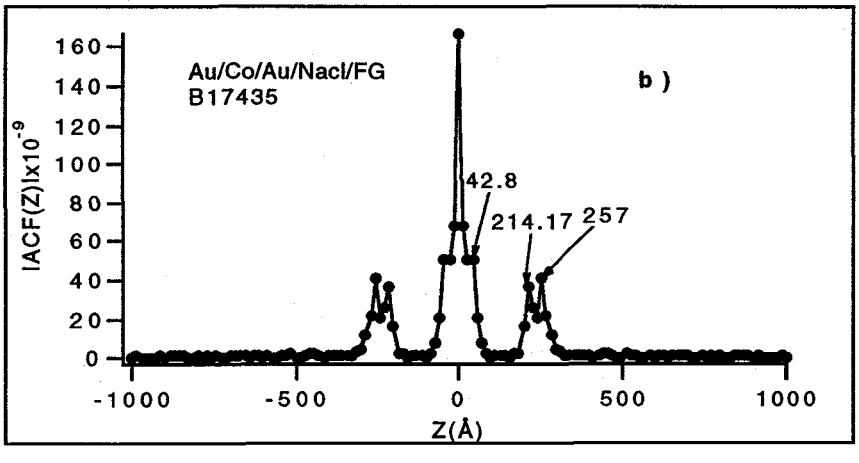


Figure 8.a): Reflectivité d'un échantillon Au/Co/Au/NaCl/FG. **b):** TF correspondante

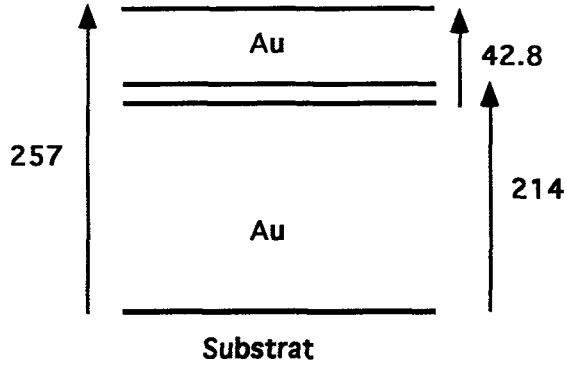


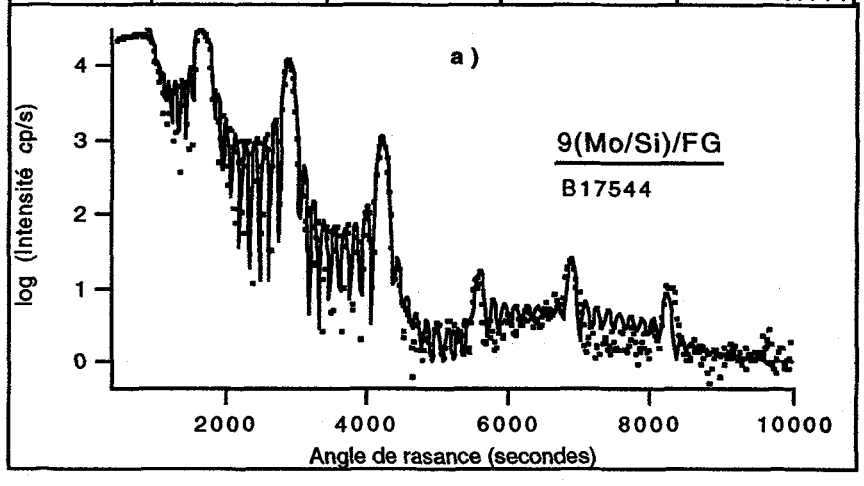
Figure 9: Shéma de l'empilement

5.3 Multicouches

5.3.1 Exemple 1

Par pulvérisation ion ique, une multicouche périodique Mo/Si a été réalisée dans le laboratoire. Du fait que le pic de Bragg de la courbe de réflectivité (figure 10 a, pointillés) est loin de l'angle critique (où la correction en Q^4 est approximative), la symétrie de la courbe angulairement corrigée de l'indice donne de bons résultats. Le spectre de Fourier (figure 10 b) permet d'évaluer la période d'une bicouche, si l'on prend soin d'observer les pics les mieux formés. De même, on peut évaluer le rapport des épaisseurs dans la bicouche élémentaire. Les résultats ont été utilisés pour le calcul de la multicouche de modélisation (figure 10 a, trait plein et tableau des paramètres correspondants).

Couche	Epaisseur (Å)	Rugosité	Indice (*10^6)	absorption
0	0	2	7.5	0.136
1	33	3.35	26	1.8
2	88.29	7.52	7	0.111
3	28.09	6.31	26	1.8
4				
18	20	5.47	7	0.111



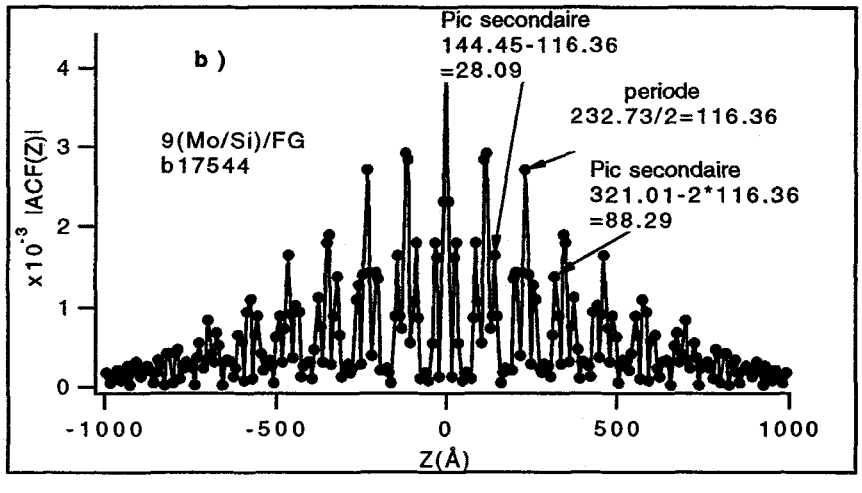


Figure 10 a): En pointillés réflectivité expérimentale de la multicouche, en trait plein courbe théorique d'ajustement réalisé à partir des résultats donnés par le spectre b).

5.3.2 Exemple 2

Une multicouche Au/Co, pour étudier le magnétisme du cobalt,.a été réalisée au laboratoire par évaporation thermique. Les valeurs de fréquences du quartz au cours du dépot donnent les épaisseurs suivantes: Au(50Å)/Co(3Å)/9(Au(6Å)/Co(3Å)/Au(272Å).
La courbe de réflectivité en X rasants est donnée figure 11 a, et le spectre correspondant figure 11 b.

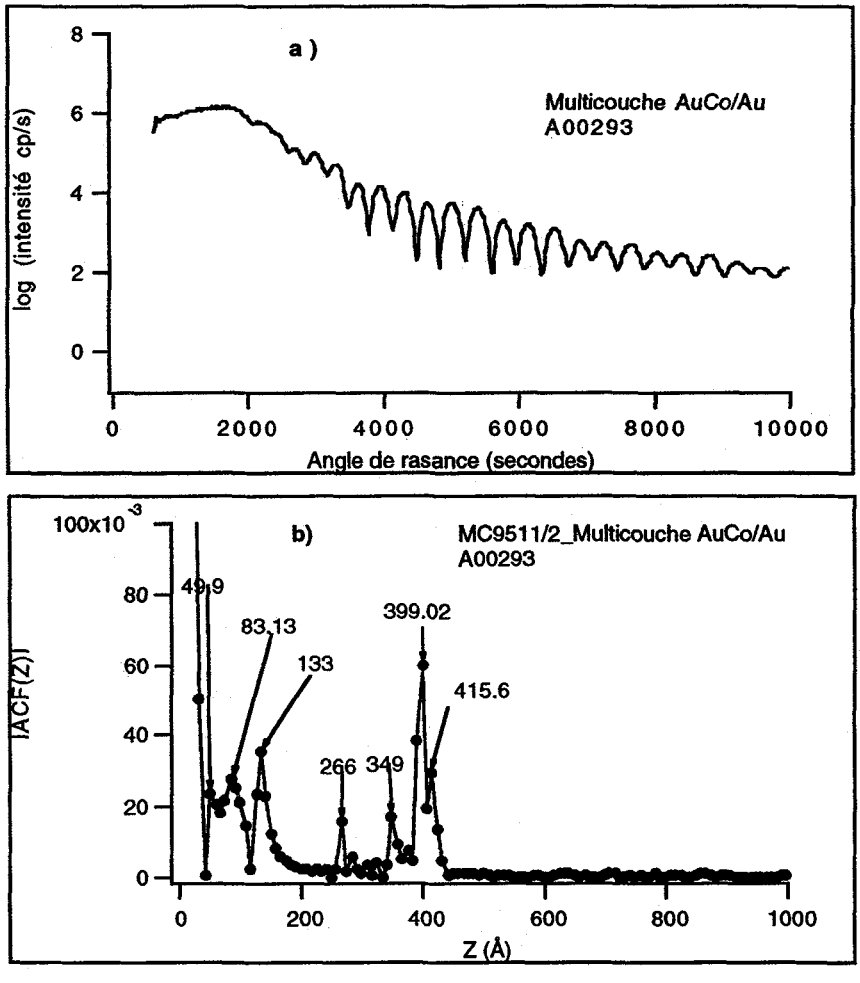


Fig 11 a): Réflectivité de la multicouche Au/Co/Au. b): Résultat de la TF

Les résultats peuvent être comparés avec ceux du shéma de la figure12, montrant un très bon accord avec les valeurs estimées au cours de la réalisation. Le pic supplémentaire à 415.6 Å dans le spectre a été attribué au fait que sur le même substrat on a réalisé deux empilements adjacents pour lesquels les épaisseurs de cobalt différent. En moyenne elle serait de 4 Å dans cette zone, ce qui augmenterait l'épaisseur totale de 9 Å. On suppose d'autre part que cette partie n'a été que partiellement éclairée par le faisceau incident du goniomètre.

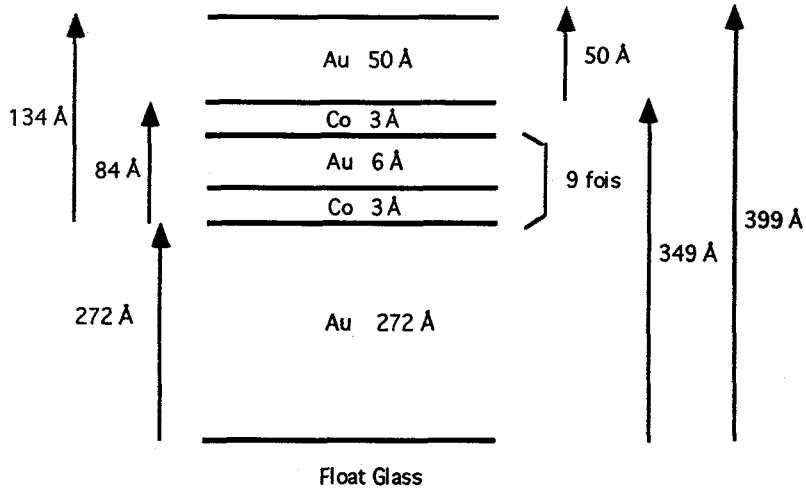


Figure 12: Modèle de l'empilement selon les épaisseurs mesurées in situ par la quartz

6. CONCLUSION

La transformée de Fourier obtenue à partir de la mesure de réflectivité en X rasants est une première approche permettant d'évaluer les caractéristiques d'un empilement, en particulier les épaisseurs. Le caractère discret de la transformée de Fourier risque d'introduire des artéfacts dans l'analyse. D'autre part, la méthode est issue d'un calcul cinématique, et les résultats doivent être affinés ensuite par le calcul de la réflectivité théorique à partir d'un modèle dynamique de calcul. Néanmoins les exemples montrent que la TF donne rapidement des résultats voisins des valeurs finales, et permet ainsi de gagner un temps considérable dans l'analyse des multicouches.

Remerciements.

Les auteurs remercient C. Marlière, J.P. Chauvineau et A. Raynal, D. Renard et M. Galtier, pour la communication de leurs résultats expérimentaux concernant respectivement la tricouche Au/Co/Au, la multicouche Mo/Si, et la multicouche Au/Co.

Références.

[1] P. Croce, L. Nevot, B. Pardo.,Contribution à l'étude des couches minces par réflexion spéculaire de rayons X, *Nouv. Rev. d'Optique appliquée,* **3** (1972), n°1, 37-50.
[2] L.Nevot, B.Pardo, C.Corno., Analyse des matériaux stratifiés par réflectométrie X, *Analusis*, **16**,1988, n°7, .381-388.
[3] L. Nevot, B. Pardo, J. Corno., Characterization of X-UV multilayers by grazing incidence X-ray reflectometry, *Revue Phys.Appl.*, **23** (1988), 1675-1686.
[4] E. Spiller.- Characterization of multilayer coatings by X-ray reflection, *Revue Phy. Appl.*, **23** (1988), 1687-1700.
[5] Ph. Houdy., La pulvérisation diode RF, l'ellipsometrie cinétique in situ, la réflectométrie d'X rasants, un ensemble performant pour la réalisation et l'analyse d'empilements de couches à l'échelle atomique. Thèse d'habilitation à diriger des recherches, Université Paris VII. (1989)
[6] F.Bridou, B.Pardo., Automatic characterisation of layers stacks from reflectivity measurements. Application to the study of the validity conditions of the grazing X-rays reflectometry, *J. Optics (Paris)*, **21**,1990, n°4, 183-191.

[7] K. Sakurai, A. Iida., Layer thickness determination of thin films by grazing incidence X-ray experiments using interference effect, *Advances in X-Ray Analysis*, **35** (1992), 813-817.
[8] D.S. Sivia, W.A Halmilton, G.S. Smith, T.P. Rieker, R. Pynn., A novel experimental procedure for removing ambiguity from interpretation of neutron and X-ray reflectivity measurements: "Speckle holography", *J. Appl. phys.*, **70** (2) ,15 July 1991.
[9] D.S. Sivia, W.A Halmilton, G.S. Smith., Analysis of neutron reflectivity data: maximum entropy, Bayesian spectral analysis and speckle holography, *Physica b* , **173** (1991), 121-138
[10] J.S. Pedersen., Model-independent determination of the surface scattering-length-density profile from specular reflectivity data, *J.Appl.Cryt.* , **25**(1992), 129-145.
[11] O. Glatter., *J. Appl. Cryst.*, **10**(1977a) ,415-421
[12] J.Corno, B.Pardo, A new x-ray reflectometer , SPIE 984 (1988) San Diego, p.119-123.
[13] B. Pardo, T. Megademini, J.M. Andre., X-UV synthetic interference mirrors: theoretical approach, *Revue Phys. Appl.*, **23**(1988) 1579-1597.
[14] J.M. Box, A new method of constrained optimization and a comparison with other methodes, *Comp. J* ,(1965), 42-54.
[15] L.Nevot, P. Croce, Caractérisation des surfaces par réflexion rasante de rayons X. Application à l'étude du polissage de quelques verres silicatres, *Rev. Phys. Appl.* , **15** (1980) 761-779.
[15] F. Bridou, B. Pardo., Grazing X-ray reflectometry data processing by Fourier transform, *J. of X-ray Science and Technology*, **4** (1994).
[16] F. Bridou, B. Pardo., Use of Fourier transform in grazing X-ray reflectometry, *Journal de Physique III, special issue: Nanometer methods in X-ray technology*, (1994), 1523-1531.