

# Nouvelle métrologie large bande à grande dynamique pour la mesure des flux transmis, réfléchis et diffusés par des filtres optiques à hautes performances

Simona Liukaityte

#### ► To cite this version:

Simona Liukaityte. Nouvelle métrologie large bande à grande dynamique pour la mesure des flux transmis, réfléchis et diffusés par des filtres optiques à hautes performances. Optique / photonique. Aix Marseille Université, 2016. Français. NNT: . tel-01443974

## HAL Id: tel-01443974 https://hal.science/tel-01443974

Submitted on 23 Jan 2017  $\,$ 

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License



## École Doctorale : Physique et Sciences de la Matière (ED352) Institut FRESNEL

# THÈSE DE DOCTORAT

pour obtenir le grade de Docteur d'Aix-Marseille Université Discipline : Optique, Photonique et Traitement d'Image

# Nouvelle métrologie large bande à grande dynamique pour la mesure des flux transmis, réfléchis et diffusés par des filtres optiques à hautes performances

par

## Simona LIUKAITYTE

#### Directeur de thèse : Claude AMRA

soutenue le 17 novembre 2016 devant le jury composé de

Alain BARTHELEMY	XLIM	Rapporteur
Michel de LABACHELERIE	FEMTO-ST	Rapporteur
Philippe ADAM	DGA	Examinateur
Matteo BARSUGLIA	VIRGO-APC	Examinateur
Markus TILSCH	VIAVI Solutions	Examinateur
Jacques BERTHON	CNES	Membre invité
Dominic DOYLE	ESA	Membre invité
Claude AMRA	Institut FRESNEL	Directeur de thèse
Myriam ZERRAD	Institut FRESNEL	Co-directeur de thèse
Michel LEQUIME	Institut FRESNEL	Co-directeur de thèse

Je dédie ce manuscrit à ma sœur Karolina et à ma nièce Lukrecija

# Sommaire Général

1	Car	actéris	ation d'une surface par analyse de la lumière diffusée	3
	1.1	Rappe	els historiques	4
	1.2	Grand	leurs photométriques	5
		1.2.1	BSDF	5
		1.2.2	Diffuseur Lambertien	7
		1.2.3	TIS	7
		1.2.4	ARS	10
	1.3	Grand	leurs géométriques	10
		1.3.1	Caractéristiques statistiques d'une surface rugueuse	10
		1.3.2	Spectre de rugosité	11
		1.3.3	Bande passante	12
	1.4	Modèl	e électromagnétique de la diffusion	13
		1.4.1	Introduction	13
		1.4.2	Champs diffusés	14
		1.4.3	Paquets d'ondes planes associés aux champs diffusés	15
		1.4.4	Composantes élémentaires des champs diffusés	16
		1.4.5	Influence de l'état de polarisation de la lumière	17
		-	1.4.5.1 Cas SS	18
			1.4.5.2 Cas PP	18
			1.4.5.3 Cas SP	19
			1 4 5 4 Cas PS	19
		146	Puissances diffusées Indicatrices de diffusion	19
		1.1.0	1 4 6 1 Généralités	19
			1462 Cas SS	20
			1463 Cas PP	$\frac{20}{20}$
			1464 Cas SP	21
			1465 Cas PS	21
			1466 Benrésentations graphiques	$\frac{21}{91}$
			1.4.6.7 Cas particuliar important	$\frac{21}{91}$
		1 / 7	Extraction du spectre de rugosité	21
		1.4.1		20
<b>2</b>	Phé	enomèr	nes de diffusion dans les filtres optiques interférentiels	25
	2.1	Problé	ematique	26
	2.2	Exten	sion du modèle électromagnétique de la diffusion au cas des systèmes	<b></b>
		multic	ouches	27

	2.3	Exem	ples d'ind	licatrices de diffusion	29
		2.3.1	Substra	t	. 30
		2.3.2	Miroir o	quart d'onde	. 31
	2.4	Influe	nce de la	complexité des empilements	. 34
3	SAI	LSA:	un diffu	somètre spectralement et angulairement résolu	39
	3.1	Défini	tion des s	spécifications métrologiques	40
	3.2	Pré-dé	éfinition o	de l'instrument	41
	3.3	Descri	iption des	s éléments clés de l'instrument	42
		3.3.1	Sous-en	semble de détection	42
			3.3.1.1	Caméra CCD scientifique faible bruit	42
			3.3.1.2	Interface optique de détection	44
		3.3.2	Sous-en	semble d'éclairage	45
			3.3.2.1	Source à supercontinuum	45
			3.3.2.2	Filtre accordable	46
			3.3.2.3	Caractérisation du sous-ensemble d'éclairage	. 46
		3.3.3	Collima	teurs à miroirs et fibres optiques de liaison	. 49
			3.3.3.1	Collimateur de couplage ORC et fibre de liaison FOL1 .	. 52
			3.3.3.2	Collimateur d'émission TRC	. 53
			3.3.3.3	Collimateur de réception RRC et fibre de liaison FOL2 .	. 55
	3.4	Monta	age SALS	Α1	. 56
		3.4.1	Présent	ation générale	. 56
		3.4.2	Présent	ation détaillée	. 58
			3.4.2.1	Voie Référence	. 58
			3.4.2.2	Jeu de densités optiques	. 59
			3.4.2.3	Obturateur externe	. 60
		3.4.3	Princip	e général de fonctionnement	. 61
			3.4.3.1	Description synthétique de l'instrument	. 61
			3.4.3.2	Fonctionnement de la voie Mesure	. 63
			3.4.3.3	Fonctionnement de la voie Référence	. 64
			3.4.3.4	Asservissement de niveau et gestion de la dynamique	. 66
			3.4.3.5	Interface Homme/Machine	. 69
			3.4.3.6	Choix de la cadence de numérisation	. 69
		3.4.4	Qualific	ation métrologique de l'instrument SALSA 1	. 71
			3.4.4.1	Résolution angulaire	. 71
			3.4.4.2	Rapport Signal à Bruit	. 72
			3.4.4.3	Dynamique	80
			3.4.4.4	Justesse	80
	3.5	Monta	age SALS	A 2	83
		3.5.1	Diaphot	tie spectrale	
		3.5.2	Introdu	ction d'un étage additionnel de filtrage	. 85
			3.5.2.1	Monochromateur Shamrock	. 86
			3.5.2.2	Pureté spectrale	. 87
		0 5 9	3.5.2.3 D	Kesultats experimentaux	88
		3.5.3	Descrip	tion du montage SALSA 2	. 90
			3.5.3.1	Sous-ensemble de détection	91
			3.5.3.2	Acquisition et pre-traitement du signal	. 91
			3.5.3.3	Traitement des données	93

3.6	3.5.4 Mesur	Qualification métrologique de l'instrument SALSA 21013.5.4.1Rapport Signal à Bruit1013.5.4.2Dynamique1023.5.4.3Justesse et résolution spectrale102res de diffusion102104
3.6	Mesur	3.5.4.1Rapport Signal à Bruit1013.5.4.2Dynamique1023.5.4.3Justesse et résolution spectrale102res de diffusion102
3.6	Mesur	3.5.4.2Dynamique1023.5.4.3Justesse et résolution spectrale102res de diffusion102104
3.6	Mesur	3.5.4.3 Justesse et résolution spectrale
3.6	Mesur	es de diffusion $\ldots \ldots \ldots$
	0.0.1	
	3.6.1	Calibration
	3.6.2	Signature de l'instrument
		3.6.2.1 Présentation générale
		3.6.2.2 Modélisation numérique de la signature expérimentale 107
		3.6.2.3 Prédiction d'un résultat expérimental
	3.6.3	Exemples de mise en œuvre sur des composants simples
		3.6.3.1 Miroir quart d'onde $\ldots \ldots 112$
		3.6.3.2 Absorbeur de lumière $\ldots \ldots 113$
Con	octóri	action de filtres entiques complexes
	There	sation de intres optiques complexes 115
4.1	1 rans.	mission spectrale de intres interierentiels complexes
	4.1.1	Filtre de notele 116
	119	Filtre de notch
	4.1.2	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre pegge beg
	4.1.2	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-bas       117
	4.1.2	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtre passe-haut THORLABS       121
	4.1.2	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       117         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres a forte raideur de pente ou NanoEdge       122
	4.1.2 4.1.3	Filtre de notch116Filtres bord de bande1174.1.2.1Filtre passe-bas1174.1.2.2Filtre passe-haut THORLABS1214.1.2.3Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge122Filtres pour l'imagerie multispectrale127
4.0	4.1.2 4.1.3 4.1.4	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus 4.2.1	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130         Lobes angulaires de diffusion       131
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus 4.2.1 4.2.2	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130         Lobes angulaires de diffusion       131         Oscillations spectrales de diffusion       132
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus 4.2.1 4.2.2 4.2.3	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130         Lobes angulaires de diffusion       132         Analyse spectralement résolue de la lumière diffuse       133
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130         Lobes angulaires de diffusion       132         Analyse spectralement résolue de la lumière diffuse       133         Métrologie spectralement et angulairement résolue de la lumière       147
4.2	4.1.2 4.1.3 4.1.4 Diffus 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4	Filtre de notch       116         Filtres bord de bande       117         4.1.2.1       Filtre passe-bas       117         4.1.2.2       Filtre passe-haut THORLABS       121         4.1.2.3       Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge       122         Filtres pour l'imagerie multispectrale       127         Conclusion partielle       129         ion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes       130         Lobes angulaires de diffusion       132         Analyse spectralement résolue de la lumière diffuse       133         Métrologie spectralement et angulairement résolue de la lumière       135
	<b>Car</b> 4.1	3.6.3 <b>Caractéri</b> s 4.1 Trans:

# Remerciements

Cette thèse s'est déroulée dans l'équipe CONCEPT de l'Institut Fresnel, dans le cadre d'un financement de la Direction Générale de l'Armement (DGA). Pour cela je tiens à adresser mes remerciements à Stefan Enoch, directeur de l'Institut Fresnel, et à Philippe Adam, qui était mon tuteur à la DGA. Je voudrais remercier Alain Barthelemy, directeur de recherche à l'Institut de Recherche XLIM, et Michel de Labachelerie, directeur de recherche à l'Institut de Recherche FEMTO-ST, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Je remercie Matteo Barsuglia, directeur de recherche au Laboratoire Astroparticule et Cosmologie, Markus Tilsch, manager à la société VIAVI Solutions, et Jacques Berthon, responsable du service optique du CNES, ainsi que Dominic Doyle, ingénieur à l'ESA, d'avoir participé à ce jury.

Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à ceux qui ont encadré ce travail : Claude Amra, Michel Lequime et Myriam Zerrad pour m'avoir fait partager leurs compétences, pour leur disponibilité, pour leur patience, pour tous les conseils et pour leurs grandes qualités humaines. Je leur suis reconnaissante de m'avoir donné la possibilité d'apprendre autant de choses sur le plan scientifique que sur le plan humain. Les années de ma thèse ont été excellentes grâce aux relations avec mes directeurs de thèse, et grâce à leur niveau de recherche remarquable.

Je tiens également à remercier les personnes de la société CILAS et plus particulièrement Catherine Grèzes-Besset pour leur collaboration et pour leur conseils.

Je voudrais remercier les membres des équipes RCMO et CONCEPT pour leurs expériences, nos échanges scientifiques et pour leur sympathie. Je remercie ainsi Cihan, Julien, Thomas, Severin et Aude.

Merci également à l'ensemble des personnes de l'Institut Fresnel, permanents et doctorants, pour leur écoute, leur accueil et pour leur travail, qui a rendu ma vie plus facile ces dernières années.

Je souhaite adresser mes remerciements aux personnes que j'ai eu la chance de rencontrer et qui sont devenues mes amis : Satish, Susmita, Victor, Vasyl, Anastasios, Naveen, Hilton, Juan, Wiktor...

Merci aussi à mes copines pour leur soutien « en ligne » et pour leur compréhension, en particulier Vilija et Gertruda.

Je remercie les personnes qui m'ont transmises les premières connaissances du monde de l'optique et grâce auxquelles j'ai pu réaliser mon projet - ma thèse. Je remercie ainsi

Andrius Melninkaitis, Valdas Sirutkaitis, Mikas Vengris et Rytis Butkus.

Je tiens à adresser un grand merci à ma famille, ma mère, ma sœur, mes tantes, mon cousin et plus particulièrement ma nièce Lukrecija. Je voudrais remercier également Martin pour sa patience, tous ses conseils, son aide et son soutien lors de ma thèse.

# Introduction

Depuis plusieurs décennies, l'Institut Fresnel est reconnu pour son expertise dans le domaine de la conception, de la fabrication et de la caractérisation de composants optiques hautes performances, avec un savoir-faire tout particulier en ce qui concerne les structures multicouches amorphes, autrement appelées couches minces optiques ou filtres interférentiels. Une des grandes forces du laboratoire est de regrouper les différents cœurs de métier nécessaires à la synthèse (équipe RCMO, pour *Recherche en Couches Minces Optiques*), la fabrication (équipe RCMO) et la caractérisation des réponses optiques spéculaires de telles structures (réflexion, transmission, absorption). Lorsque la précision requise sur les bilans optiques est extrême, cette expertise est complétée par les outils théoriques et instrumentaux développés au sein de l'équipe CONCEPT, et notamment ceux en relation avec les problèmes de diffusion lumineuse dans lesquels vient s'inscrire ce travail de doctorat.

Cette activité historique connaît aujourd'hui un net regain d'intérêt, compte tenu notamment des progrès réalisés par les technologies de dépôt de couches minces qui autorisent désormais la superposition de plusieurs centaines de couches minces à l'intérieur d'un seul et même empilement. Les performances attendues sont extrêmes à tout point de vue : les niveaux de réjection visés sont de plusieurs décades et doivent être atteints avec des raideurs de pente de l'ordre du pour cent, pour être conservés sur des bandes spectrales de plusieurs centaines de nanomètres. On vise par ailleurs des niveaux de diffusion proches de ceux résultant de la limite imposée par la diffusion RAYLEIGH dans l'air ainsi que des rugosités inférieures à l'Angstrœm.

A ces exigences croissantes sur les performances, s'ajoute la volonté de développer des micro-systèmes optiques, qui imposent de structurer latéralement des empilements déjà complexes. On a ainsi vu émerger de nouvelles générations de spectro-imageurs pour le spatial, basés sur l'emploi de barrettes linéaires ou de mosaïques matricielles de filtres, qu'il faut désormais arriver à étalonner séparément, après élimination des phénomènes de diaphonie. Ces nouveaux composants sont sophistiqués et présentent des exaltations des lobes de diffusion, notamment aux grands angles, qu'il faut détourner ou minimiser afin de ne pas perturber le fonctionnement de ces micro-imageurs. Par ailleurs, les exigences du spatial sont d'une sévérité accrue et requièrent que ces composants soient caractérisés dans leur situation exacte de fonctionnement. Face à cette demande industrielle et institutionnelle, il a fallu mettre à niveau l'ensemble des outils expérimentaux et théoriques liés à la métrologie des couches minces optiques, et c'est dans ce contexte qu'a été réalisé ce travail de thèse.

Pour rétroagir sur la fabrication d'un filtre complexe ou pour optimiser les modèles asso-

ciés, il est en effet nécessaire de pouvoir en mesurer les performances avec un instrument présentant une dynamique et une largeur de bande respectivement bien supérieure et bien inférieure à celles de la fonction optique mesurée, tout en gardant une précision optimale. Typiquement, les filtres à forte réjection présentent des densités optiques souvent supérieures à 8 sur plus de 200 nm de large alors que les meilleurs outils de métrologie ne permettent pas de mesurer des densités supérieures à 6, à l'exception du cas monochromatique. De la même manière, la présence de lobes angulaires ou de résonances spectrales dans les indicatrices de diffusion de composants complexes requièrent, pour être analysée avec précision, un diffusomètre accordable large bande qui présenterait à chaque longueur d'onde des performances similaires à celles des meilleurs dffusomètres laser. Le cœur de ce travail de thèse a donc été de construire, de valider et d'utiliser une telle instrumentation optique, afin de répondre aux demandes, toujours plus exigeantes, des utilisateurs.

Après une brève introduction associant des rappels historiques et la définition de quelques grandeurs photométriques et géométriques, nous présenterons (**Chapitre 1**) le modèle électromagnétique permettant de décrire la diffusion de la lumière par une surface optique de faible rugosité, c'est-à-dire dont les écarts à la planéité restent faibles devant la longueur d'onde de travail.

Le **Chapitre 2** montrera comment ce modèle électromagnétique de la diffusion peut être étendu au cas des empilements multicouches et permettra de préciser les problèmes spécifiques posés par les nouvelles générations de filtres interférentiels, avec un intérêt particulier pour le processus de diffusion aux grands angles, ce qui permettra de cibler et de définir le besoin métrologique.

Nous présenterons ensuite (**Chapitre 3**) les différentes étapes du développement, de la caractérisation et de la qualification du diffusomètre spectralement et angulairement résolu SALSA (pour *Spectral and Angular Light Scattering characterization Apparatus*).

Le **Chapitre 4** sera l'occasion de tester les performances de SALSA sur des composants clés, aussi bien pour la mesure de coefficients spéculaires à très grande dynamique que pour l'acquisition de cartographies spectrales et angulaires de diffusion de la lumière par des filtres complexes.

On notera enfin que l'ensemble de ces travaux a été réalisé grâce au soutien de la Direction Générale de l'Armement (DGA), qui a financé cette thèse, et du Centre National d'Etudes Spatiales (CNES), dont le soutien, via le financement de la R&T *Diffusion aux grands angles*, a permis le développement de l'instrument SALSA.

# Chapitre

# Caractérisation d'une surface par analyse de la lumière diffusée

#### Sommaire

1.1	Rap	pels historiques	4
1.2	2 Grandeurs photométriques		
	1.2.1	BSDF	5
	1.2.2	Diffuseur Lambertien	7
	1.2.3	TIS	7
	1.2.4	ARS	10
1.3	Gra	ndeurs géométriques	10
	1.3.1	Caractéristiques statistiques d'une surface rugueuse $\ldots \ldots$	10
	1.3.2	Spectre de rugosité	11
	1.3.3	Bande passante	12
1.4	Mod	lèle électromagnétique de la diffusion	13
	1.4.1	Introduction	13
	1.4.2	Champs diffusés	14
	1.4.3	Paquets d'ondes planes associés aux champs diffusés $\ . \ . \ .$	15
	1.4.4	Composantes élémentaires des champs diffusés $\ldots \ldots \ldots$	16
	1.4.5	Influence de l'état de polarisation de la lumière	17
	1.4.6	Puissances diffusées, Indicatrices de diffusion	19
	1.4.7	Extraction du spectre de rugosité	23

L'objectif de ce chapitre est d'introduire les méthodes qui permettent de relier l'intensité de la lumière diffusée par une surface rugueuse à la topographie de cette surface. On se limitera ici au cas des surfaces optiques, qui constituent notre domaine d'application. Ces surfaces sont en général parfaitement polies, avec des rugosités n'excédant pas quelques fractions de nanomètre. Le flux total qu'elles diffusent est très faible, comparé à ceux associés à la réflexion et à la transmission spéculaires. Dans ce contexte, les phénomènes de diffusion peuvent être analysés à partir de théories approchées, perturbatives ou limitées au premier ordre. Après un bref rappel de quelques définitions particulièrement utiles, on introduira les concepts qui donnent accès à la caractérisation de ces surfaces par mesure de leur diffusion lumineuse.

## 1.1 Rappels historiques

Pendant la seconde guerre mondiale, de nombreux efforts ont été déployés pour comprendre les mécanismes régissant la diffusion d'une onde radar par une cible. Ceci a conduit, quelques années après la fin de ce conflit, à la première publication présentant le modèle scalaire de la diffusion lumineuse [1].

Ce modèle, développé par H. DAVIES, était notamment utilisé pour quantifier l'importance des échos parasites renvoyés par la surface de la mer sur un écran radar (*sea clutter*). Il supposait que cette surface pouvait être décrite par un modèle statistique respectant les hypothèses suivantes :

- 1. La moyenne quadratique  $\sigma$  de l'écart z = h(x, y) entre la surface de la mer et une surface plane *moyenne* est petite devant la longueur d'onde  $\lambda$  de l'onde radar,
- 2. La surface est parfaitement conductrice, et par conséquent, présente un coefficient de réflexion spéculaire de 100% dans le cas où elle est dépourvue de toute irrégularité,
- 3. La distribution des irrégularités de surface z correspond à une gaussienne centrée,
- 4. La fonction d'auto-corrélation de la surface irrégulière est elle aussi de nature gaussienne et caractérisée par un écart-type *a*.

H. E. BENNET et J. O. PORTEUS ont publié en 1961 un article clé [2], dans lequel ils appliquaient les résultats de H. DAVIES à la quantification de l'influence de la rugosité sur la valeur du coefficient de réflexion spéculaire d'une surface, au travers de la formule suivante :

$$R_s = R_0 e^{-\frac{(4\pi\sigma)^2}{\lambda^2}} + R_0 \frac{2^5\pi^4}{m^2} \left(\frac{\sigma}{\lambda}\right)^4 (\Delta\theta)^2$$
(1.1)

où  $R_s$  désigne la valeur mesurée de ce coefficient de réflexion spéculaire,  $R_0$  sa valeur théorique (i.e. en l'absence de toute rugosité), m la pente quadratique moyenne du profil de la surface (a et m sont liés par la relation  $a = \sqrt{2}\sigma/m$ ) et  $\Delta\theta$  l'angle d'acceptance total de l'instrument utilisé pour la mesure de réflectivité.

Cette relation montre tout d'abord que des mesures de réflectivité peuvent être affectées par la rugosité de surface de l'échantillon utilisé. Elle montre également que les propriétés statistiques de la surface (rugosité  $\sigma$ , pente moyenne m) peuvent être déduites de mesures de réflectivité effectuées à différentes longueurs d'onde. Enfin, dans ce même article, ces deux auteurs suggèrent d'utiliser une sphère intégrante pour mesurer la **réflexion diffuse** 

totale  $R_d$ , et en déduire la rugosité  $\sigma$  de la surface. En effet, on peut écrire, en première approximation :

$$R_d = R_0 - R_s \approx R_0 \frac{(4\pi\sigma)^2}{\lambda^2}$$
(1.2)

ce qui montre que  $\sigma$  est directement proportionnel à  $\sqrt{R_d/R_0}$ .

Dans le prolongement de ces travaux fondateurs, de nombreux articles ont été publiés, tant sur l'étude théorique des phénomènes de diffusion que sur la description des montages expérimentaux développés pour leur mesure [3,4].

Avant de présenter de manière synthétique leurs principales conclusions, il nous a paru utile de préciser la signification exacte de certaines grandeurs physiques, notamment photométriques, qui interviennent dans la description de ces phénomènes de diffusion.

### 1.2 Grandeurs photométriques

#### 1.2.1 BSDF

La lumière diffusée par une surface remplit en principe la totalité de l'espace entourant celle-ci. La répartition angulaire de cette lumière diffusée dépend de nombreux paramètres, parmi lesquels on citera notamment l'angle d'incidence, la longueur d'onde, les coefficients de réflexion ou de transmission de cette surface, ou encore sa rugosité.

Cette répartition est décrite par une fonction, la **fonction de distribution bidirectionnelle du coefficient de luminance**, que l'on désigne habituellement sous l'appellation générique de BSDF, acronyme du terme anglais *Bidirectional Scattering Distribution Function*. Lorsque l'on s'intéresse uniquement à la partie réfléchie de cette lumière diffusée (par exemple, parce que l'échantillon considéré est opaque), on parlera de BRDF (pour *Bidirectional Reflectance Distribution Function*). De la même manière, lorsque seule la partie *transmise* est prise en compte, on parlera de BTDF (pour *Bidirectional Transmittance Distribution Function*), comme représenté de manière schématique à la Figure 1.1.

La BSDF est en fait le rapport entre la luminance  $L_s$  d'un élément de surface dS dans une direction d'observation donnée  $(\theta_s, \phi_s)$  et l'éclairement  $E_i$  de ce même élément de surface provenant d'une direction d'illumination définie  $(\theta_i, \phi_i)$ , comme schématisé sur la Figure 1.2. La luminance correspondant à un flux par unité de surface et d'angle solide  $(W.m^{-2}.sr^{-1})$  et l'éclairement à un flux par unité de surface  $(W.m^{-2})$ , la BSDF a donc les dimensions de l'inverse d'un angle solide  $(sr^{-1})$  et dépend le plus souvent de la longueur d'onde  $\lambda$ .

Cette notion de BSDF a été introduite pour la première fois par F. E. NICODEMUS en 1977 à l'aide de la relation de définition suivante [5] :

$$f_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s) = \frac{dL_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s; E_i)}{dE_i(\theta_i, \phi_i)}$$
(1.3)

Il est facile de calculer le flux incident sur l'élément de surface dS au voisinage de la direction d'incidence  $(\theta_i, \phi_i)$ , soit :

$$d\Phi_i = L_i \cos \theta_i d\Omega_i dS = dE_i dS \tag{1.4}$$



FIGURE  $1.1-{\rm BSDF},\,{\rm BRDF}$  et  ${\rm BTDF}$ 



FIGURE 1.2 – Notations géométriques (cas BRDF)

ce qui permet de réécrire l'équation 1.3 sous la forme équivalente suivante :

$$f_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s) = \frac{dL_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s; E_i)}{L_i(\theta_i, \phi_i) \cos \theta_i d\Omega_i}$$
(1.5)

#### 1.2.2 Diffuseur Lambertien

On appelle **diffuseur lambertien** une surface dont la BRDF est égale au rapport entre une constante  $\rho$  et le nombre  $\pi$ . La relation de définition (1.3) permet dans ce cas d'écrire :

$$dL_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s; E_i) = \frac{\rho_\lambda}{\pi} dE_i(\theta_i, \phi_i)$$
(1.6)

l'indice  $\lambda$  associé à  $\rho$  montrant que cette constante peut éventuellement dépendre de la longueur d'onde.

La puissance totale  $d\Phi_s$  diffusée dans tout l'espace par un élément de surface dS à comportement lambertien soumis à l'éclairement  $dE_i$  est alors donnée par la relation intégrale suivante :

$$d\Phi_s = \iint dL_s \cos\theta_s d\Omega_s dS = \frac{\rho_\lambda}{\pi} dE_i dS \int_0^{2\pi} d\phi_s \int_0^{\pi/2} \sin\theta_s \cos\theta_s d\theta_s = \rho_\lambda d\Phi_i$$
(1.7)

soit encore :

$$\rho_{\lambda} = \frac{d\Phi_s}{d\Phi_i} \tag{1.8}$$

L'albédo est donc l'équivalent, en lumière diffuse, du coefficient de réflexion utilisé dans le cas spéculaire.

Les diffuseurs lambertiens sont très utilisés en photométrie comme étalon de mesure de la BRDF. Ils sont également employés comme revêtement de la paroi interne de cavités sphériques appelées *sphères intégrantes* et utilisées pour conserver la puissance d'un faisceau lumineux tout en annulant l'influence de sa répartition spatiale. En effet, les faisceaux lumineux provenant de n'importe quel point de la surface interne de cette sphère sont distribués, en raison des multiples réflexions diffuses, de façon égale vers tous les autres points de la sphère et ceci indépendamment de la direction et de la répartition transverse originales du faisceau lumineux [6].

#### 1.2.3 TIS

Nous avons déjà abordé cette notion au paragraphe 1.1 en la désignant sous son appellation française de **réflexion diffuse totale**. L'acronyme TIS correspond à la formulation anglaise de ce même terme, à savoir *Total Integrated Scattering*. Cette quantité est sans dimension, puisqu'elle correspond, par exemple dans le cas réfléchi, au rapport entre le flux total diffusé par la surface de l'échantillon dans le demi-espace contenant le faisceau incident et le flux réfléchi par celle-ci, soit :

$$\text{TIS}_{b} = \frac{P_{d}}{R_{0}P_{i}} = \frac{R_{d}}{R_{0}} = 1 - e^{-\left(\frac{4\pi\sigma\cos\theta_{i}}{\lambda}\right)^{2}} \approx \left(\frac{4\pi\sigma\cos\theta_{i}}{\lambda}\right)^{2} \tag{1.9}$$

l'indice b rappelant que l'on se trouve dans le cas réfléchi (*backward*), tandis que l'introduction du facteur  $\cos \theta_i$  permet de prendre en compte une valeur non nulle de l'angle d'incidence  $\theta_i$ .

Dans le cas transmis, la définition du TIS est tout-à-fait similaire et s'écrit :

$$TIS_f = \frac{P_d}{T_0 P_i} \tag{1.10}$$

l'indice f rappelant ici le terme anglais forward.

La mesure de ce TIS est habituellement faite à l'aide d'un dispositif expérimental utilisant soit une sphère intégrante (ou sphère d'ULBRICHT), soit un hémisphère de COBLENTZ, comme représenté à la Figure 1.3 dans des configurations adaptées au cas réfléchi.



FIGURE 1.3 – Dispositifs expérimentaux de mesure du TIS (à gauche, schéma de principe d'une mesure par sphère d'Ulbricht - à droite, schéma de principe d'une mesure par hémisphère de COBLENTZ)

Considérons tout d'abord le montage utilisant la sphère d'ULBRICHT : le faisceau lumineux incident, de faible divergence, pénètre dans la sphère par une ouverture dédiée de très faible section et illumine l'échantillon que l'on souhaite caractériser. Le faisceau réfléchi par la surface de cet échantillon sort de la sphère par une ouverture identique à celle utilisée en entrée, tandis que la lumière diffusée par ce même échantillon éclaire la paroi interne de la sphère qui est revêtue d'un diffuseur quasi parfait (diffuseur lambertien d'albédo  $\rho_s$  proche de 1 sur l'ensemble du domaine de longueurs d'onde défini par les propriétés spectrales du faisceau incident). On notera également la présence d'un baffle introduit entre détecteur et échantillon et dont la présence vise à empêcher que le détecteur soit en vue directe de la surface de l'échantillon.

Le courant électrique  $I_d$  délivré par le détecteur est donc représentatif de l'éclairement *E* de la paroi interne de la sphère intégrante. Si l'on désigne par *s* la surface utile de ce détecteur et par *a* le rayon de la sphère, on peut écrire :

$$I_d = S\sigma E = S\rho_s \frac{s}{4\pi a^2} P_d \tag{1.11}$$

où S désigne la sensibilité du photodétecteur utilisé (exprimé en A/W).

Il suffit alors de mesurer en parallèle la puissance lumineuse  $P_r$  du faisceau réfléchi (par exemple, à l'aide d'un second photodétecteur placé en regard de l'ouverture de sortie ménagée dans la paroi de la sphère) pour obtenir ainsi une mesure du TIS.

En effet, si  ${\cal I}_r$  désigne le courant délivré par ce détecteur de référence et  $S_R$  sa sensibilité, il vient ;

$$\frac{I_d}{I_r} = \frac{I_d}{S_R P_r} = \frac{S}{S_R} \rho_\lambda \frac{s}{4\pi a^2} \cdot \frac{P_d}{R_0 P_i} = K \cdot \text{TIS}_b \tag{1.12}$$

où K désigne une constante qui peut être déterminée par étalonnage, par exemple en remplaçant l'échantillon par un diffuseur lambertien d'albédo connue.

On notera que la mesure de la puissance du faisceau  $r\acute{e}fl\acute{e}chi$  n'est pas toujours chose aisée, aussi est-il souvent utile de remplacer la mesure du TIS par celle d'un facteur proche, désigné par l'acronyme TS (acronyme de l'expression anglaise *Total Scatter*) et qui est tout simplement le rapport entre la puissance totale diffusée  $P_d$  et le flux incident  $P_i$  [7], soit :

$$TS = \frac{P_d}{P_i} \tag{1.13}$$

Décrivons à présent le principe de fonctionnement du montage utilisant un hémisphère de COBLENTZ [7]. Le faisceau lumineux incident (1), là encore de faible divergence, passe au travers d'une ouverture (4) de faible section ménagée dans la paroi de l'hémisphère et éclaire l'échantillon à caractériser (2) en incidence quasi normale. Le faisceau réfléchi (3) repasse dans la même ouverture, tandis que le faisceau transmis est envoyé dans un piège à lumière. L'échantillon étant placé à faible distance du centre de l'hémisphère, tout rayon diffusé par l'échantillon vers l'arrière passe par son image au travers de l'hémisphère, située en position symétrique par rapport au centre de celui-ci. La paroi interne de l'hémisphère étant habituellement recouverte d'un traitement fortement réfléchissant, le flux diffusé par l'échantillon est très efficacement mesuré par le détecteur (5), si celui-ci est justement confondu avec l'image géométrique de l'élément de surface de l'échantillon qu'éclaire le faisceau incident

Un des avantages importants de ce montage par rapport à ceux utilisant une sphère d'ULBRICHT est justement lié à cette grande efficacité, la sphère intégrante introduisant en effet un terme d'atténuation géométrique égal au rapport entre la surface s du détecteur et celle  $(4\pi a^2)$  de la paroi interne de cette sphère.

L'utilisation d'une platine de translation 2 axes (6) permet de déplacer la zone de l'échantillon éclairée par le faisceau incident et de réaliser ainsi des cartographies du TIS associé à un échantillon donné. Sous réserve d'adjoindre au montage un mécanisme de rotation d'axe approprié, il est possible de renverser l'ensemble du montage par rapport à un plan horizontal [7] et de mesurer ainsi, avec le même montage, les composantes b et f du paramètre TS.

Il ne faut cependant pas perdre de vue qu'un réflecteur sphérique n'est stigmatique qu'en son centre de courbure. L'utilisation hors axe de la sphère induit donc l'apparition d'aberrations géométriques [8], qui peuvent être préjudiciables à la résolution spatiale de ce système de mesure. Le remplacement du réflecteur sphérique par un réflecteur elliptique apporte une solution élégante à ce problème, mais au détriment de la simplicité et de la polyvalence.

#### 1.2.4 ARS

On désigne par l'acronyme anglophone ARS (pour *Angle Resolved Scattering*) une quantité directement liée à la BSDF et définie par la relation :

$$ARS = BSDF \cos \theta_s \tag{1.14}$$

Comme la BSDF, elle s'exprime en sr<sup>-1</sup> et peut en outre être mise sous la forme équivalente suivante :

$$\operatorname{ARS}(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s) = \frac{dL_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s)}{L_i(\theta_i, \phi_i) \cos \theta_i d\Omega_i} \cos \theta_s$$
(1.15)

soit encore, en faisant apparaître l'élément de surface dS de l'échantillon éclairé par le faisceau incident et l'angle solide  $d\Omega_s$  associé au système de détection :

$$\operatorname{ARS}(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s) = \frac{dL_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s)dS \cos \theta_s d\Omega_s}{L_i(\theta_i, \phi_i)dS \cos \theta_i d\Omega_i d\Omega_s} = \frac{dP_s(\theta_i, \phi_i; \theta_s, \phi_s)}{P_i(\theta_i, \phi_i)d\Omega_s}$$
(1.16)

expression qui met en évidence le lien direct entre, d'une part, cette quantité et, d'autre part, le rapport entre l'intensité  $dP_s/d\Omega_s$  diffusée dans l'angle solide de détection et la puissance incidente  $P_i$ .

La mesure de l'ARS est réalisée en faisant pivoter un détecteur autour de l'échantillon, le plus souvent en se limitant au plan incident ( $\phi_s = 0$ ), et en enregistrant l'évolution du signal fourni par ce détecteur au cours de cette rotation. L'ARS trouve donc son succès dans la relation simple qu'il entretient avec des quantités (des puissances optiques), qui sont facilement accessibles à la mesure (la détermination de l'angle solide  $d\Omega_s$  qui apparait dans la formule (1.16) étant en fait réalisée de manière implicite au moment de la calibration).

Notons pour être complet que, par suite de sa définition, l'ARS est aussi appelé BRDF $\cos \theta$ .

#### 1.3 Grandeurs géométriques

#### 1.3.1 Caractéristiques statistiques d'une surface rugueuse

Considérons une surface rugueuse de profil moyen plan et dont les irrégularités sont décrites par une fonction d'écart à ce profil moyen  $z = h(x, y) = h(\vec{r})$ . La valeur quadratique moyenne de cet écart est appelée *rugosité* RMS (pour *root mean square*) et définie de manière tout-à-fait générale par la relation :

$$\delta^2 = \frac{1}{\Sigma} \int_{\Sigma} h^2(\vec{r}) \, d^2 \vec{r} \tag{1.17}$$

où  $\Sigma$  désigne l'aire de la zone étudiée. Il est aussi classique d'introduire la fonction d'autocorrélation  $\Gamma(\vec{r})$  de cette surface, définie par :

$$\Gamma(\vec{r}) = \frac{1}{\Sigma} \int_{\Sigma} h(\vec{r'}) h(\vec{r'} - \vec{r}) d^2 \vec{r'}$$
(1.18)

Cette fonction est liée aux propriétés spatiales de similitude de la surface, dans la mesure où elle compare les profils de celle-ci en  $\vec{r}$  et en  $\vec{r'} - \vec{r}$ . Notons que pour une surface

isotrope, cette fonction est radiale. Enfin, la rugosité RMS est donnée par sa valeur à l'origine :

$$\delta^2 = \Gamma(0,0) \tag{1.19}$$

Il est également d'usage, pour une surface rugueuse à profil aléatoire, de considérer la **longueur d'auto-corrélation** l, qui est la distance pour laquelle la valeur de cette fonction  $\Gamma$  a décru de 1/e, soit :

$$\frac{\Gamma(l)}{\Gamma(0)} = \frac{1}{e} \tag{1.20}$$

Plus le profil de la surface est irrégulier, plus cette distance l est faible.

#### 1.3.2 Spectre de rugosité

Considérons la transformée de Fourier  $\hat{h}$  du profil h de la surface, définie par :

$$\hat{h}(\vec{\nu}) = \int_{\vec{r}} h(\vec{r}) e^{-2i\pi\vec{\nu}.\vec{r}} d^2\vec{r}$$
(1.21)

où  $\vec{\nu} = (\nu_x, \nu_y)$  désigne la fréquence spatiale. La valeur à l'origine de cette transformée de Fourier est proportionnelle à la valeur moyenne du profil de la surface, soit :

$$\hat{h}(0,0) = \int_{\vec{r}} h(\vec{r}) \, d^2 \vec{r} \tag{1.22}$$

La fonction d'auto-corrélation introduite au paragraphe 1.3.1 correspond au produit de convolution de la fonction de profil h par la fonction retournée  $h_-$ , puisque nous avons :

$$\Gamma(\vec{r}) = \frac{1}{\Sigma} [h \star h_{-}](\vec{r}) \tag{1.23}$$

En utilisant les propriétés de la transformation de Fourier, il vient aussitôt :

$$\gamma(\vec{\nu}) = \frac{1}{\Sigma} \left| \hat{h}(\vec{\nu}) \right|^2 \tag{1.24}$$

où  $\gamma$  désigne la transformée de Fourier de la fonction d'auto-corrélation  $\Gamma$ .

Cette fonction  $\gamma(\vec{\nu})$  est habituellement appelée **spectre de puissance de la rugosité**, ou spectre de rugosité de la surface, ou encore PSD, en référence à l'acronyme de l'expression anglaise *Power Spectral Density*. C'est une grandeur clé dans l'analyse des états de surface. En effet, la fonction d'auto-corrélation  $\Gamma$  peut être considérée comme la transformée de Fourier inverse de ce spectre de rugosité, soit :

$$\Gamma(\vec{r}) = \int_{\vec{\nu}} \gamma(\vec{\nu}) e^{2i\pi\vec{\nu}\cdot\vec{r}} d^2\vec{\nu}$$
(1.25)

Or, nous avons montré au paragraphe 1.3.1 que la valeur à l'origine de cette fonction d'auto-corrélation se confondait avec le carré de la rugosité RMS  $\delta$ . En conséquence, il vient :

$$\Gamma(0,0) = \int_{\vec{\nu}} \gamma(\vec{\nu}) d^2 \vec{\nu} = \delta^2$$
(1.26)

Ainsi la rugosité de surface  $\delta^2$  est obtenue par simple intégration du spectre de rugosité  $\gamma(\vec{\nu})$ , dont nous verrons au paragraphe 1.4.7 qu'il est directement proportionnel à l'indicatrice de diffusion désignée par le sigle ARS.

Dans le cas où le profil de la surface considérée est isotrope, cette relation prend la forme particulière suivante :

$$\delta^{2} = \iint \gamma(\nu, \phi) \,\nu d\nu d\phi = 2\pi \int_{\nu} \nu \widetilde{\gamma}(\nu) \,d\nu \quad \text{avec} \quad \nu = \sqrt{\nu_{x}^{2} + \nu_{y}^{2}} \tag{1.27}$$

 $\widetilde{\gamma}$  désignant la moyenne polaire du spectre de rugosité sur l'angle  $\phi$  :

$$\tilde{\gamma}(\nu) = \frac{1}{2\pi} \int_{\phi} \gamma\left(\nu, \phi\right) d\phi \tag{1.28}$$

#### 1.3.3 Bande passante

Nous montrerons au paragraphe 1.4.7 que le spectre de rugosité d'une surface faiblement rugueuse est directement proportionnel à l'indicatrice de diffusion que nous avons définie au paragraphe 1.2.4 sous le sigle ARS.

Nous disposons donc de deux méthodes pour obtenir de manière expérimentale la rugosité RMS  $\delta$ , comme représenté de manière schématique sur la Figure 1.4, l'une basée sur la mesure de la diffusion totale TS et l'autre sur le relevé de l'indicatrice de diffusion ARS.



FIGURE 1.4 – Méthodes de mesure de la rugosité RMS  $\delta$  (d'après [9])

En fait, l'une et l'autre mettent en œuvre un mécanisme d'intégration angulaire, la première en le réalisant de manière purement analogique et la seconde en ayant recours à un procédé numérique.

Toute fois cette intégration ne peut s'effectuer, du point de vue expérimental, que dans un domaine angulaire donné, défini d'un côté, par l'angle limite de 90° et de l'autre, par la présence du faisce au spéculaire : soit  $\theta_{\min}$  l'angle correspondant. Or la fréquence spatiale  $\nu$  associée à une onde plane monochromatique dont le vecteur d'on de fait un angle  $\theta$  avec l'axe du repère est égale à  $\sin \theta / \lambda$ , de sorte que l'intégration du spectre de rugosité est obtenue sur la bande de fréquences spatiales définie par :

$$\frac{\sin \theta_{\min}}{\lambda} \leqslant \nu \leqslant \frac{1}{\lambda} \tag{1.29}$$

Supposons à présent que l'on réalise un relevé topographique de cette même surface rugueuse, par exemple à l'aide d'un profilomètre optique utilisant l'interférométrie en lumière blanche [10, 11]. Serions-nous confrontés à ce même problème de bande passante? La réponse est en fait oui, car, en conformité avec le critère de Shannon/Nyquist, la fréquence maximale accessible est égale à l'inverse du pas d'échantillonnage spatial  $\Delta x$ . Par ailleurs, pour les mêmes raisons, la fréquence minimale accessible est tout simplement égale à 1/L, où  $L^2$  correspond à la surface de la zone d'analyse, supposée ici de forme carrée. En conséquence la bande passante de la mesure de rugosité est définie par :

$$\frac{1}{L} \leqslant \nu \leqslant \frac{1}{\Delta x} \tag{1.30}$$

Cette notion de **bande passante** est donc de portée tout-à-fait générale et une définition claire des bornes d'intégration doit être associée à toute mesure du paramètre de rugosité  $\delta$ , de manière à rendre possible une comparaison pertinente des valeurs obtenues par différentes techniques de mesure.

### 1.4 Modèle électromagnétique de la diffusion

#### 1.4.1 Introduction

L'utilisation d'un modèle électromagnétique pour décrire la diffusion de la lumière par une surface rugueuse [11-16] présente de nombreux avantages :

- Il donne accès à la diffusion angulaire, aussi bien dans le plan d'incidence qu'en dehors de ce plan,
- Il prend en compte les effets de polarisation des faisceaux incidents et diffusés,
- Il permet de relier la répartition angulaire de la lumière diffusée à la topographie de la surface,
- Il peut être étendu à la description de la diffusion angulaire dans des systèmes multicouches.

Notons également que ce modèle a été étendu au cas des volumes diffusants [11, 17–19], même si la diffusion volumique est ici hors de notre propos.

Compte tenu de la qualité des surfaces que nous étudions, le modèle est limité au premier ordre. Cela signifie que son domaine de validité concerne des échantillons dont la diffusion totale est très faible devant les composantes spéculaires (réflexion ou transmission), ce qui correspond à des rugosités très faibles devant la longueur d'onde du rayonnement incident :

$$\frac{\delta}{\lambda} \ll 1 \tag{1.31}$$

De façon plus exacte, il est également indispensable que les pentes des surfaces soient faibles devant l'unité, soit :

$$\left|\overrightarrow{\operatorname{grad}}h\right| \ll 1$$
 (1.32)

Ces deux conditions sont largement remplies en optique de précision, grâce aux techniques de polissage qui permettent aujourd'hui de couramment obtenir, sur des surfaces de verre ou de silicium par exemple, des rugosités inférieures au nanomètre, avec des pentes inférieures au pour-cent. Ceci explique pourquoi l'accord calcul-mesure est en général, pour de tels substrats, quasi-parfait [20,21].

#### 1.4.2 Champs diffusés

Dans le cadre perturbatif défini au paragraphe précédent, on montre que les composantes fréquentielles des champs  $\vec{\mathcal{E}}_d(\vec{r}, z, \omega)$  et  $\vec{\mathcal{H}}_d(\vec{r}, z, \omega)$  diffusés par une surface faiblement rugueuse de profil h(z) sont identiques à celles des champs rayonnés par une surface idéalement plane, mais supportant des courants fictifs tant électrique  $(\vec{\mathcal{J}})$  que magnétique  $(\vec{\mathcal{M}})$ . Ces sources fictives sont définies par les relations suivantes :

$$\begin{cases} \vec{\mathcal{M}} = \overrightarrow{\text{grad}} h \wedge [\vec{\mathcal{E}}_{2,p} - \vec{\mathcal{E}}_{1,p}] - h\vec{z} \wedge \left[ \frac{\partial \vec{\mathcal{E}}_{2,p}}{\partial z} - \frac{\partial \vec{\mathcal{E}}_{1,p}}{\partial z} \right] \\ \vec{\mathcal{J}} = -h\vec{z} \wedge \left[ \frac{\partial \vec{\mathcal{H}}_{2,p}}{\partial z} - \frac{\partial \vec{\mathcal{H}}_{1,p}}{\partial z} \right] \end{cases}$$
(1.33)

où  $\vec{\mathcal{E}}_{j,p}$  et  $\vec{\mathcal{H}}_{j,p}$  désignent les composantes fréquentielles des champs idéaux (i.e. en l'absence de rugosité) dans chacun des deux milieux (j = 1, 2). Ces sources fictives dépendent donc à la fois des discontinuités tangentielles du champ électromagnétique idéal, mais aussi de la topographie de la surface  $[h(\vec{r}), \text{grad} h]$ .

Il est possible de représenter de manière synthétique ces résultats en formulant les équations de Maxwell, non plus au sens des fonctions, mais au sens des distributions, soit :

$$\begin{cases} \overrightarrow{\operatorname{rot}} \, \vec{\mathcal{E}}_d(\vec{r}, z, \omega) = i\omega \tilde{\mu} \vec{\mathcal{H}}_d(\vec{r}, z, \omega) + \vec{\mathcal{M}} \delta(z) \\ \overrightarrow{\operatorname{rot}} \, \vec{\mathcal{H}}_{j,d}(\vec{r}, z, \omega) = -i\omega \tilde{\epsilon} \vec{\mathcal{E}}_d(\vec{r}, z, \omega) + \vec{\mathcal{J}} \delta(z) \end{cases}$$
(1.34)

où  $\delta(z)$  désigne la distribution de DIRAC centrée en z = 0, c'est-à-dire à l'interface entre les deux milieux, supposée ici parfaitement plane, et où  $\vec{\mathcal{M}}$  et  $\vec{\mathcal{J}}$  désignent les courants fictifs précédemment introduits.

On notera que le champ diffusé est ici défini comme la différence entre le champ réel (total)  $\vec{\mathcal{E}}$  et le champ (idéal)  $\vec{\mathcal{E}}_p$  qui correspondrait à une surface parfaitement plane :

$$\vec{\mathcal{E}}_d(\vec{r}, z, \omega) = \vec{\mathcal{E}}(\vec{r}, z, \omega) - \vec{\mathcal{E}}_p(\vec{r}, z, \omega)$$
(1.35)

Ce champ diffusé ne contient donc pas les composants spéculaires en réflexion ou en transmission.

#### 1.4.3 Paquets d'ondes planes associés aux champs diffusés

Nous venons de montrer que le champ électromagnétique diffusé satisfait aux équations de Maxwell (1.34). Chacun des champs diffusés est donc constitué par un paquet d'ondes planes vérifiant, au sens des fonctions, l'équation d'HELMHOLTZ homogène :

$$\Delta \vec{\mathcal{E}}_{j,d}(\vec{r}, z, \omega) + k_j^2 \vec{\mathcal{E}}_{j,d}(\vec{r}, z, \omega) = \vec{0} \quad \text{avec} \quad k_j^2 = \omega^2 \tilde{\mu}_j \tilde{\epsilon}_j \tag{1.36}$$

Pour résoudre cette équation, la méthode utilisée consiste à lui appliquer une transformation de Fourier bidimensionnelle portant sur les coordonnées d'espace  $\vec{r} = (x, y)$ , soit :

$$\vec{\mathbb{E}}_{j,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \int_{\vec{r}} \vec{\mathcal{E}}_{j,d}(\vec{r}, z, \omega) e^{-2i\pi\vec{\nu}\cdot\vec{r}} d^2\vec{r}$$
(1.37)

On obtient aussitôt :

$$\frac{\partial^2 \vec{\mathbb{E}}_{j,d}}{dz^2} + (k_j^2 - \sigma^2) \vec{\mathbb{E}}_{j,d} = \vec{0} \quad \text{avec} \quad \sigma = 2\pi\nu \tag{1.38}$$

On introduit alors les quantités  $\alpha_j(\sigma)$  définies par  $\alpha_j^2(\sigma) = k_j^2 - \sigma^2$ , qui sont donc réelles lorsque  $\sigma \leq k_j$  (ondes propagatives) et imaginaires dans le cas contraire (ondes évanes-centes).

De manière tout-à-fait générale, les solutions de l'équation (1.38) sont alors de la forme :

$$\vec{\mathbb{E}}_{j,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \vec{\mathbb{A}}_{j,d}^+(\vec{\nu}, \omega) e^{i\alpha_j(\sigma)z} + \vec{\mathbb{A}}_{j,d}^-(\vec{\nu}, \omega) e^{-i\alpha_j(\sigma)z}$$
(1.39)

et sont donc constituées, dans le cas propagatif (le seul qui nous intéresse ici), par la superposition d'ondes planes progressives  $(\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^+)$  et rétrogrades  $(\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^-)$ .

Les caractéristiques particulières de notre problème imposent que ces ondes diffusées soient rétrogrades dans le milieu incident et progressives dans le substrat, tous deux supposés semi-infinis. Il vient donc :

$$\begin{cases} \vec{\mathbb{E}}_{1,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \vec{\mathbb{A}}_{1,d}^{-}(\vec{\nu}, \omega)e^{-i\alpha_{1}(\sigma)z} \\ \vec{\mathbb{E}}_{2,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \vec{\mathbb{A}}_{2,d}^{+}(\vec{\nu}, \omega)e^{i\alpha_{2}(\sigma)z} \end{cases}$$
(1.40)

soit encore, en appliquant à ces résultats une transformation de Fourier bidimensionnelle inverse :

$$\begin{cases} \vec{\mathcal{E}}_{1,d}(\vec{r}, z, \omega) = \int_{\vec{\nu}} \vec{\mathbb{A}}_{1,d}^{-}(\vec{\nu}, \omega) e^{i[2\pi\vec{\nu}.\vec{r} - \alpha_{1}(\sigma)z]} d^{2}\vec{\nu} \\ \vec{\mathcal{E}}_{2,d}(\vec{r}, z, \omega) = \int_{\vec{\nu}} \vec{\mathbb{A}}_{2,d}^{+}(\vec{\nu}, \omega) e^{i[2\pi\vec{\nu}.\vec{r} + \alpha_{2}(\sigma)z]} d^{2}\vec{\nu} \end{cases}$$
(1.41)

De la même manière, dans le cas du champ magnétique, nous aurions :

$$\begin{cases} \vec{\mathbb{H}}_{1,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \vec{\mathbb{B}}_{1,d}^{-}(\vec{\nu}, \omega)e^{-i\alpha_1 z} \\ \vec{\mathbb{H}}_{2,d}(\vec{\nu}, z, \omega) = \vec{\mathbb{B}}_{2,d}^{+}(\vec{\nu}, \omega)e^{i\alpha_2 z} \end{cases}$$
(1.42)

puis, en revenant à la dépendance spatio-fréquentielle :

$$\begin{cases} \vec{\mathcal{H}}_{1,d}(\vec{r}, z, \omega) = \int_{\vec{\nu}} \vec{\mathbb{B}}_{1,d}^{-}(\vec{\nu}, \omega) e^{i[2\pi\vec{\nu}.\vec{r} - \alpha_{1}(\sigma)z]} d^{2}\vec{\nu} \\ \vec{\mathcal{H}}_{2,d}(\vec{r}, z, \omega) = \int_{\vec{\nu}} \vec{\mathbb{B}}_{2,d}^{+}(\vec{\nu}, \omega) e^{i[2\pi\vec{\nu}.\vec{r} + \alpha_{2}(\sigma)z]} d^{2}\vec{\nu} \end{cases}$$
(1.43)

#### 1.4.4 Composantes élémentaires des champs diffusés

Pour obtenir l'expression des composantes élémentaires des champs diffusés, il nous faut tenir compte à la fois des relations (1.40) et (1.42) définissant les composantes propagatives des paquets d'ondes associés aux champ diffusés, mais aussi des relations de passage relatives à ces mêmes champs.

Toutefois, ces dernières relations ne sont pas exprimées dans le bon espace de travail, et il nous est donc nécessaire de leur appliquer la même transformation de Fourier bidimensionnelle que celle utilisée pour résoudre l'équation d'HELMHOLTZ. Il vient donc :

$$\vec{z} \wedge [\vec{\mathbb{A}}_{2,d}^+ - \vec{\mathbb{A}}_{1,d}^-] = \vec{\mathbb{M}} \quad \text{et} \quad \vec{z} \wedge [\vec{\mathbb{B}}_{2,d}^+ - \vec{\mathbb{B}}_{1,d}^-] = \vec{\mathbb{J}}$$
(1.44)

où  $\vec{\mathbb{M}}$  et  $\vec{\mathbb{J}}$  correspondent aux transformées de Fourier bidimensionnelles des quantités  $\vec{\mathcal{M}}$ , et  $\vec{\mathcal{J}}$  et sont donc définies par des relations intégrales du type :

$$\vec{\mathbb{M}}(\vec{\nu},\omega) = \int_{\vec{r}} \vec{\mathcal{M}}(\vec{r},0,\omega) e^{-2i\pi\vec{\nu}\cdot\vec{r}} d^2\vec{r}$$
(1.45)

Considérons dans un premier temps la relation relative au champ magnétique. Nous pouvons écrire chaque composante du champ comme la somme d'une composante tangentielle T et d'une composante normale N à l'interface, soit :

$$\vec{\mathbb{B}}_{j,d}^{\pm} = \vec{\mathbb{B}}_{j,d}^{T\pm} + \vec{\mathbb{B}}_{j,d}^{N\pm}$$
(1.46)

puis exprimer les composantes tangentielles des champs  $\vec{\mathbb{B}}_{j,d}^{\pm}$  en fonction de celles des champs  $\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^{\pm}$  et des indices effectifs  $\tilde{n}_j$  des deux milieux, à l'aide de la relation :

$$\vec{\mathbb{B}}_{j,d}^{T\pm} = \pm \tilde{n}_j (\vec{z} \wedge \vec{\mathbb{A}}_{j,d}^{T\pm}) \tag{1.47}$$

avec :

$$\tilde{n}_j = \frac{1}{\eta_0 \mu_{r,j}} \begin{cases} n_j \alpha_j / k_j & \text{en polarisation TE} \\ n_j k_j / \alpha_j & \text{en polarisation TM} \end{cases}$$
(1.48)

où  $\eta_0$  désigne l'impédance du vide et  $\mu_{r,j}$  la perméabilité magnétique relative du milieuj.

On notera que seules sont prises en compte ici les composantes tangentielles de ces champs élémentaires. En effet, notre but étant au final de déterminer l'intensité diffusée par l'interface dans une direction donnée de l'espace, nous serons amenés à calculer la densité surfacique du flux du vecteur de POYNTING au travers de l'élément de surface dS:

$$\frac{d\Phi}{dS} = \frac{1}{2} \Re[(\vec{\mathcal{E}}^* \wedge \vec{\mathcal{H}}) \cdot \vec{z}]$$
(1.49)

expression dont il est facile de montrer qu'elle n'est fonction que de ces seules composantes tangentielles.

L'introduction des relations (1.47) faisant intervenir les indices effectifs dans celles exprimant les conditions de passage nous permet d'obtenir les expressions suivantes :

$$\begin{cases} \vec{\mathbb{A}}_{1,d}^{T-} = -\frac{\vec{\mathbb{J}} - \tilde{n}_2(\vec{z} \wedge \vec{\mathbb{M}})}{\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2} \\ \vec{\mathbb{A}}_{2,d}^{T+} = -\frac{\vec{\mathbb{J}} + \tilde{n}_1(\vec{z} \wedge \vec{\mathbb{M}})}{\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2} \end{cases}$$
(1.50)

Il ne nous reste donc plus qu'à calculer les transformées de Fourier bidimensionnelles  $\vec{\mathbb{J}}$  et  $\vec{\mathbb{M}}$  des courants de surface pour parvenir au résultat recherché.

Toutefois, compte tenu de la complexité des expressions littérales auxquelles ce calcul conduit, nous supposerons désormais que l'onde incidente est monodirectionnelle et que son vecteur d'onde  $\vec{\beta}_i$  fait un angle  $\theta_i$  avec l'axe Z, ce qui se traduit, après un choix convenable des axes X et Y, par :

$$\vec{\mathbb{A}}_{1,p}^{+}(\vec{\nu},\omega) = \vec{\mathbb{A}}_{i}(\omega)\,\delta(\vec{\nu} - \vec{\nu}_{i}) \quad \text{avec} \quad \vec{\beta}_{i} = \begin{vmatrix} \sigma_{i} = 2\pi\nu_{i} = k_{1}\sin\theta_{i} \\ 0 \\ \alpha_{i} = k_{1}\cos\theta_{i} \end{vmatrix}$$
(1.51)

Avec cette hypothèse, les quantités  $\vec{\mathbb{J}}$  et  $\vec{z}\wedge\vec{\mathbb{M}}$  s'écrivent :

$$\vec{\mathbb{J}}(\vec{\nu},\omega) = i \left[ \frac{2\tilde{n}_1(\alpha_2\tilde{n}_2 - \alpha_1\tilde{n}_1)}{\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2} \right]_{\nu_i} \hat{h}(\vec{\nu} - \vec{\nu}_i) \vec{\mathbb{A}}_i^T$$
(1.52)

$$\begin{bmatrix} \vec{z} \wedge \vec{\mathbb{M}} \end{bmatrix} (\vec{\nu}, \omega) = i \begin{bmatrix} \frac{2(\alpha_2 \tilde{n}_1 - \alpha_1 \tilde{n}_2)}{\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2} \end{bmatrix}_{\nu_i} \hat{h} (\vec{\nu} - \vec{\nu}_i) \vec{\mathbb{A}}_i^T - i4\pi^2 \frac{\tilde{\epsilon}_1(\omega) - \tilde{\epsilon}_2(\omega)}{\tilde{\epsilon}_1(\omega)} \begin{bmatrix} 2\tilde{n}_1 \\ \alpha_2(\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2) \end{bmatrix}_{\nu_i} (\vec{\nu}_i \cdot \vec{\mathbb{A}}_i^T) (\vec{\nu} - \vec{\nu}_i) \hat{h} (\vec{\nu} - \vec{\nu}_i) \quad (1.53)$$

En regroupant les relations (1.50), (1.52) et (1.53), nous sommes enfin en mesure de calculer les amplitude des composantes tangentielles du champ diffusé dans le milieu incident et dans le substrat, soit :

$$\vec{\mathbb{A}}_{1,d}^{T-}(\vec{\nu}_{d}) = -\frac{2i}{(\tilde{n}_{1}^{d} + \tilde{n}_{2}^{d})(\tilde{n}_{1}^{i} + \tilde{n}_{2}^{i})} \hat{h}(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i}) \left\{ [\tilde{n}_{1}^{i}(\alpha_{2}^{i}\tilde{n}_{2}^{i} - \alpha_{1}^{i}\tilde{n}_{1}^{i}) - \tilde{n}_{2}^{d}(\alpha_{2}^{i}\tilde{n}_{1}^{i} - \alpha_{1}^{i}\tilde{n}_{2}^{i})] \vec{\mathbb{A}}_{i}^{T} + 4\pi^{2}(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i}) \frac{\tilde{\epsilon}_{1} - \tilde{\epsilon}_{2}}{\tilde{\epsilon}_{1}} \frac{\tilde{n}_{1}^{i}\tilde{n}_{2}^{d}}{\alpha_{2}^{i}} \vec{\nu}_{i} \cdot \vec{\mathbb{A}}_{i}^{T} \right\}$$
(1.54)

$$\vec{\mathbb{A}}_{2,d}^{T+}(\vec{\nu}_{d}) = -\frac{2i}{(\tilde{n}_{1}^{d} + \tilde{n}_{2}^{d})(\tilde{n}_{1}^{i} + \tilde{n}_{2}^{i})} \hat{h}(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i}) \left\{ [\tilde{n}_{1}^{i}(\alpha_{2}^{i}\tilde{n}_{2}^{i} - \alpha_{1}^{i}\tilde{n}_{1}^{i}) + \tilde{n}_{1}^{d}(\alpha_{2}^{i}\tilde{n}_{1}^{i} - \alpha_{1}^{i}\tilde{n}_{2}^{i})] \vec{\mathbb{A}}_{i}^{T} - 4\pi^{2}(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i}) \frac{\tilde{\epsilon}_{1} - \tilde{\epsilon}_{2}}{\tilde{\epsilon}_{1}} \frac{\tilde{n}_{1}^{i}\tilde{n}_{1}^{d}}{\alpha_{2}^{i}} \vec{\nu}_{i} \cdot \vec{\mathbb{A}}_{i}^{T} \right\}$$
(1.55)

où l'on a omis de rappeler la dépendance en  $\omega$  des différentes quantités intervenant dans ces deux relations pour plus de lisibilité.

#### 1.4.5 Influence de l'état de polarisation de la lumière

Le calcul complet des expressions (1.54) et (1.55) nécessite de définir l'état de polarisation des ondes incidente et diffusée.

L'onde incidente monodirectionnelle peut être soit de polarisation s (ou TE), soit de polarisation p (ou TM). La composante élémentaire du champ incident a dans chacun de ces cas pour coordonnées :

$$\vec{\mathbb{A}}_{i,S} = \begin{bmatrix} 0\\ \mathbb{A}_i\\ 0 \end{bmatrix} \quad \text{en polarisation S} \quad ; \quad \vec{\mathbb{A}}_{i,P} = \begin{bmatrix} \mathbb{A}_i \cos \theta_1^i\\ 0\\ -\mathbb{A}_i \sin \theta_1^i \end{bmatrix} \quad \text{en polarisation P} \quad (1.56)$$

Dans le plan xOy, la composante tangentielle de la pulsation spatiale  $\vec{\sigma}_d$  associée au flux diffusé a d'autre part pour coordonnées :

$$\vec{\sigma}_d = \begin{bmatrix} k_j \sin \theta_j^d \cos \phi \\ k_j \sin \theta_j^d \sin \phi \end{bmatrix}$$
(1.57)

tandis que son état de polarisation peut être, comme précédemment, soit de type s, soit de type p. Nous avons donc quatre cas distincts à considérer, que l'on a coutume de désigner par les sigles SS, SP, PS et PP.

#### 1.4.5.1 Cas SS

Il vient :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_{1,d}^{T,SS}(\theta_1^i;\theta_1^d,\phi) = \frac{2ik_1\cos\theta_1^i(n_1\cos\theta_1^i - n_2\cos\theta_2^i)}{n_1\cos\theta_1^d + n_2\cos\theta_2^d} \,\mathbb{A}_i\cos\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \\ \mathbb{A}_{2,d}^{T,SS}(\theta_1^i;\theta_2^d,\phi) = \frac{2ik_1\cos\theta_1^i(n_1\cos\theta_1^i - n_2\cos\theta_2^i)}{n_1\cos\theta_1^d + n_2\cos\theta_2^d} \,\mathbb{A}_i\cos\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \end{cases}$$
(1.58)

avec  $\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i = (k_j \sin \theta_j^d \cos \phi - k_j \sin \theta_j^i) \vec{x} + k_j \sin \theta_j^d \sin \phi \ \vec{y} \ (j = 1, 2).$ 

Il est important de rappeler ici que les angles d'incidence dans les deux milieux sont liés par les relations de SNELL-DESCARTES, soit :

$$n_1 \sin \theta_1^d = n_2 \sin \theta_2^d \quad \text{et} \quad n_1 \sin \theta_1^i = n_2 \sin \theta_2^i \tag{1.59}$$

#### 1.4.5.2 Cas PP

De la même manière :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_{1,d}^{T,PP}(\theta_1^i;\theta_1^d,\phi) = -\frac{2i(n_1^2 - n_2^2)k_1}{\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^d}\right)\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^i}\right)} \mathbb{A}_i \left[\cos\phi - \frac{\sin\theta_1^i\sin\theta_1^d}{\cos\theta_2^i\cos\theta_2^d}\right] \hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \\ \mathbb{A}_{2,d}^{T,PP}(\theta_1^i;\theta_2^d,\phi) = \frac{2i(n_1^2 - n_2^2)k_1}{\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^d}\right)\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^i}\right)} \mathbb{A}_i \left[\cos\phi + \frac{\sin\theta_1^i\sin\theta_2^d}{\cos\theta_2^i\cos\theta_1^d}\right] \hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \end{cases}$$
(1.60)

#### 1.4.5.3 Cas SP

On obtient ici :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_{1,d}^{T,SP}(\theta_1^i;\theta_1^d,\phi) = -\frac{2ik_1\cos\theta_1^i(n_1\cos\theta_1^i - n_2\cos\theta_2^i)}{(\frac{n_1}{\cos\theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^d})} \mathbb{A}_i\sin\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \\ \mathbb{A}_{2,d}^{T,SP}(\theta_1^i;\theta_2^d,\phi) = \frac{2ik_1\cos\theta_1^i(n_1\cos\theta_1^i - n_2\cos\theta_2^i)}{(\frac{n_1}{\cos\theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^d})} \mathbb{A}_i\sin\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \end{cases}$$
(1.61)

#### 1.4.5.4 Cas PS

Dans ce dernier cas, il vient :

$$\begin{cases} \mathbb{A}_{1,d}^{T,PS}(\theta_1^i;\theta_1^d,\phi) = \frac{-2ik_1(n_1^2 - n_2^2)}{\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^i}\right)(n_1\cos\theta_1^d + n_2\cos\theta_2^d)} \,\mathbb{A}_i\sin\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \\ \mathbb{A}_{2,d}^{T,PS}(\theta_1^i;\theta_2^d,\phi) = \frac{2ik_1(n_1^2 - n_2^2)}{\left(\frac{n_1}{\cos\theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos\theta_2^i}\right)(n_1\cos\theta_1^d + n_2\cos\theta_2^d)} \,\mathbb{A}_i\sin\phi\,\hat{h}(\vec{\nu}_d - \vec{\nu}_i) \end{cases}$$
(1.62)

#### 1.4.6 Puissances diffusées, Indicatrices de diffusion

#### 1.4.6.1 Généralités

La puissance totale diffusée dans le milieu j est donnée, en fonction de la composante tangentielle des champs, par la formule générale suivante :

$$\Phi_{j,d} = \int_{\vec{\nu}} \frac{1}{2} \Re\{\tilde{n}_j(\nu)\} |\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^T(\vec{\nu})|^2 d^2 \vec{\nu}$$
(1.63)

Comme l'on s'intéresse uniquement ici à des ondes propagatives, les indices effectifs sont des réels, de sorte que la relation précédente peut être mise, moyennant le changement de variable  $(\nu_x, \nu_y) \rightarrow (\nu, \phi)$ , sous la forme équivalente suivante :

$$\Phi_{j,d} = \int_{\nu,\phi} \frac{1}{2} \tilde{n}_j(\nu) |\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^T(\nu,\phi)|^2 \nu \, d\nu \, d\phi \tag{1.64}$$

On rappelle que la fréquence spatiale  $\nu$  est, de manière générale, définie par la relation  $2\pi\nu = k_j \sin \theta_j$ , ce qui nous permet d'écrire :

$$d\nu = \frac{k_j}{2\pi} \cos \theta_j d\theta_j \tag{1.65}$$

La densité spectrale de flux diffusée dans la direction  $(\theta_j^d, \phi)$  a donc pour expression :

$$d\Phi_{j,d} = \frac{1}{2}\tilde{n}_j(\nu_d) |\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^T(\nu_d, \phi)|^2 \frac{k_j^2}{4\pi^2} \cos\theta_j^d \sin\theta_j^d \, d\theta_j^d \, d\phi \tag{1.66}$$

On en déduit aussitôt la densité spectrale de flux par unité d'angle solide diffusée dans le milieu j :

$$\frac{d\Phi_{j,d}}{d\Omega_d} = \frac{1}{2} \left( \frac{k_j^2}{4\pi^2} \right) \tilde{n}_j(\nu_d) \cos\theta_j^d \, |\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^T(\nu_d,\phi)|^2 \tag{1.67}$$

En utilisant les relations (1.51) et (1.63), il nous est également possible de calculer le flux total associé à l'onde monodirectionnelle incidente, soit :

$$\Phi_i = \frac{1}{2} \tilde{n}_1(\nu_i) |\vec{\mathbb{A}}_i^T|^2 \tag{1.68}$$

Ceci nous donne accès à la quantité introduite au paragraphe 1.2.4 et que nous avions désignée par l'acronyme ARS :

$$\operatorname{ARS}(\theta_i, 0; \theta_j^d, \phi) = \frac{1}{\Phi_i} \frac{d\Phi_{j,d}}{d\Omega_d} = \left(\frac{k_j^2}{4\pi^2}\right) \frac{\tilde{n}_j(\nu_d)}{\tilde{n}_1(\nu_i)} \cos\theta_j^d \frac{|\vec{\mathbb{A}}_{j,d}^T(\nu_d, \phi)|^2}{|\vec{\mathbb{A}}_i^T|^2} = \operatorname{BSDF} \, \cos\theta_j^d \quad (1.69)$$

expression qui dépend à l'évidence de l'état de polarisation de l'onde incidente et de celui de l'onde diffusée.

Au paragraphe 1.4.3, nous avions fait l'hypothèse que les deux milieux considérés, milieu incident et substrat, étaient semi-infinis.

Pour rester cohérent avec cette hypothèse initiale, nous considèrerons donc que l'angle  $\theta_1^d$  est ici susceptible de varier entre 0° et 90°, tandis que l'angle  $\theta_2^d$  a une plage de variations restreinte à  $[0, \theta_2^l]$ , où  $\theta_2^l$  désigne l'angle limite de réfraction dans le substrat  $(n_1 = n_2 \sin \theta_2^l)$ .

#### 1.4.6.2 Cas SS

De manière à simplifier l'écriture et à faire ressortir les éléments communs aux deux indicatrices de diffusion (milieu incident et substrat), on pose :

$$Q_{\rm SS}(\theta_1^i, \theta_1^d) = \frac{(n_1 \cos \theta_1^i - n_2 \cos \theta_2^i)^2}{(n_1 \cos \theta_1^d + n_2 \cos \theta_2^d)^2} \tag{1.70}$$

ce qui permet d'exprimer la dépendance angulaire de ces deux indicatrices sous la forme suivante :

$$\operatorname{ARS}_{j}^{SS}(\theta_{i};\theta_{j}^{d},\phi) = \left(\frac{k_{j}^{3}k_{1}}{\pi^{2}}\right)\cos^{2}\theta_{j}^{d}\cos^{2}\phi\,\cos\theta_{1}^{i}\,Q_{\mathrm{SS}}\,\gamma(\vec{\nu}_{d}-\vec{\nu}_{i})$$
(1.71)

où nous avons remplacé le module au carré de la transformée de Fourier du profil h(x, y) de la surface par son spectre de rugosité  $\gamma$ .

#### 1.4.6.3 Cas PP

Cette fois-ci, on pose :

$$Q_{\rm PP}(\theta_1^i, \theta_1^d) = \frac{(n_1^2 - n_2^2)^2}{(\frac{n_1}{\cos \theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos \theta_2^d})^2 (\frac{n_1}{\cos \theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos \theta_2^i})^2}$$
(1.72)

ce qui conduit à l'expression suivante pour les indicatrices de diffusion :

$$\operatorname{ARS}_{j}^{PP}(\theta_{i};\theta_{j}^{d},\phi) = \left(\frac{k_{j}^{3}k_{1}}{\pi^{2}}\right) \left[\cos\phi - R_{j}\right]^{2} \frac{Q_{\mathrm{PP}}}{\cos\theta_{1}^{i}} \gamma(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i})$$
(1.73)

avec :

$$R_1 = \frac{\sin \theta_1^i \sin \theta_1^d}{\cos \theta_2^i \cos \theta_2^d} \quad ; \quad R_2 = -\frac{\sin \theta_1^i \sin \theta_2^d}{\cos \theta_2^i \cos \theta_1^d} \tag{1.74}$$

#### 1.4.6.4 Cas SP

Le coefficient Q a ici pour expression :

$$Q_{\rm SP}(\theta_1^i, \theta_1^d) = \frac{(n_1 \cos \theta_1^i - n_2 \cos \theta_2^i)^2}{(\frac{n_1}{\cos \theta_1^d} + \frac{n_2}{\cos \theta_2^d})^2}$$
(1.75)

tandis que les dépendances angulaires des indicatrices de diffusion sont décrites par les relations :

$$\operatorname{ARS}_{j}^{SP}(\theta_{i};\theta_{j}^{d},\phi) = \left(\frac{k_{j}^{3}k_{1}}{\pi^{2}}\right)\sin^{2}\phi\,\cos\theta_{1}^{i}\,Q_{\mathrm{SP}}\,\gamma(\vec{\nu}_{d}-\vec{\nu}_{i}) \tag{1.76}$$

#### 1.4.6.5 Cas PS

Dans cette dernière configuration, nous avons :

$$Q_{\rm PS}(\theta_1^i, \theta_1^d) = \frac{(n_1^2 - n_2^2)^2}{(\frac{n_1}{\cos \theta_1^i} + \frac{n_2}{\cos \theta_2^i})^2 (n_1 \cos \theta_1^d + n_2 \cos \theta_2^d)^2}$$
(1.77)

et :

$$\operatorname{ARS}_{j}^{PS}(\theta_{i};\theta_{j}^{d},\phi) = \left(\frac{k_{j}^{3}k_{1}}{\pi^{2}}\right)\cos^{2}\theta_{j}^{d}\sin^{2}\phi \frac{Q_{\mathrm{PS}}}{\cos\theta_{1}^{i}}\gamma(\vec{\nu}_{d}-\vec{\nu}_{i})$$
(1.78)

#### 1.4.6.6 Représentations graphiques

Les Figures 1.5 et 1.6 présentent la dépendance angulaire des indicatrices de diffusion calculées à l'aide des formules détaillées aux paragraphes précédents dans les cas SS et PP. Les courbes désignées par le sigle BRDF correspondent au cas j = 1 (diffusion vers le milieu incident), tandis que celles désignées par le sigle BTDF sont relatives au cas j = 2 (diffusion vers le substrat).

Le spectre de rugosité utilisé pour ce calcul correspond à celui d'une **surface optique isotrope**, dont la fonction d'auto-corrélation  $\Gamma(\vec{r})$  est définie par :

$$\Gamma(\vec{r}) = \Gamma(r) = \delta_e^2 e^{-r/L_e} + \delta_g^2 e^{-(r/L_g)^2} \quad \text{avec} \quad r = \sqrt{x^2 + y^2}$$
(1.79)

les paramètres caractéristiques qui interviennent dans cette formule étant définis comme suit :  $\delta_e = 1$  nm,  $L_e = 2000$  nm,  $\delta_g = 0.5$  nm et  $L_g = 200$  nm.

Nous nous sommes en outre placés à la longueur d'onde de 600 nm, et avons utilisé des valeurs d'indice correspondant respectivement à de l'air (milieu incident,  $n_1 = 1$ ) et à de la silice (substrat,  $n_2 = 1,476148$ ).

#### 1.4.6.7 Cas particulier important

Ce cas particulier important correspond à celui de la lumière naturelle, en incidence quasi normale ( $\theta_1^i \approx 0$ ), lorsque le relevé de l'indicatrice de diffusion (ARS) est fait dans le plan x0z (plan d'incidence).



FIGURE 1.5 – Dépendance angulaire des indicatrices de diffusion enregistrées dans le plan d'incidence (angle d'incidence nul)



FIGURE 1.6 – Dépendance angulaire des indicatrices de diffusion enregistrées dans le plan d'incidence (angle d'incidence égal à  $45^\circ)$ 

Dans ce cas, les contributions des polarisations croisées (SP et PS) sont nulles ( $\phi = 0$ ) et les expressions relatives aux polarisations corrélées (SS et PP) se simplifient, de sorte que l'on a, en lumière naturelle :

$$\operatorname{ARS}(\theta_j^d) = \left(\frac{k_j^3 k_1}{2\pi^2}\right) (n_1 - n_2)^2 \left[\frac{\cos^2 \theta_j^d}{(n_1 \cos \theta_1^d + n_2 \cos \theta_2^d)^2} + \frac{1}{(\frac{n_1}{\cos \theta_1} + \frac{n_2}{\cos \theta_2})^2}\right] \gamma(n_j \sin \theta_j^d / \lambda)$$
(1.80)

#### 1.4.7 Extraction du spectre de rugosité

Quels que soient les états de polarisation des ondes incidente et diffusée, nous pouvons mettre l'expression décrivant l'intensité diffusée par une surface sous la forme générale suivante :

$$ARS^{\pm}(\vec{\nu}_{d}, \vec{\nu}_{i}) = C^{\pm}(\vec{\nu}_{d}, \vec{\nu}_{i}) \gamma(\vec{\nu}_{d} - \vec{\nu}_{i})$$
(1.81)

où les symboles + et - sont respectivement relatifs aux flux diffusés vers l'avant (i.e. vers le substrat) et vers l'arrière (i.e. vers le milieu incident).

En conséquence, si l'on est capable de mesurer, dans le plan d'incidence, l'évolution de l'intensité diffusée en fonction de l'angle  $\theta_d$ , si l'on fait en outre l'hypothèse d'un comportement isotrope de la surface, et si l'on détermine, par calcul, la valeur théorique du coefficient  $C^{\pm}$ , il est alors possible d'en déduire le spectre de rugosité moyen à l'aide de la relation :

$$\tilde{\gamma}(\theta_d) = \frac{\text{ARS}^{\pm}(\theta_d)}{C^{\pm}(\theta_d, \theta_i)}$$
(1.82)

Or nous avons montré au paragraphe 1.3.2 que le carré de la rugosité RMS  $\delta$  est égale à l'intégrale de ce spectre de rugosité. Ceci nous permet d'écrire :

$$\delta^2(\lambda, \theta_{\min}, \theta_{\max}) = 2\pi \left(\frac{n_1}{\lambda}\right)^2 \int_{\theta_{\min}}^{\theta_{\max}} \frac{\text{ARS}^{\pm}(\theta_d)}{C^{\pm}(\theta_d, \theta_i)} \sin \theta_d \cos \theta_d \, d\theta_d \tag{1.83}$$

La rugosité RMS s'obtient donc, par intégration, à partir du résultat expérimental de la mesure de la dépendance angulaire de l'intensité diffusée. On notera que nous avons assorti l'expression du paramètre  $\delta$  des quantités  $\lambda$ ,  $\theta_{\min}$  et  $\theta_{\max}$  afin de souligner le fait que la valeur obtenue dépend de la bande passante effective de la mesure. Lorsque l'échantillon est éclairé sous incidence normale, l'intégrale est calculée sur une fenêtre de fréquences spatiales définie par :

$$\nu_{\min} = \frac{n_1 \sin \theta_{d,\min}}{\lambda} \leqslant \nu \leqslant \frac{n_1}{\lambda} = \nu_{\max} \tag{1.84}$$

où  $\theta_{d,\min}$  désigne l'angle minimal de mesure de la diffusion, et  $\lambda$  la longueur d'onde utilisée pour cette mesure. Ceci explique les efforts qui sont souvent déployés pour réduire la valeur de cet angle minimum, dans le but d'augmenter la bande passante de mesure. Par ailleurs, on retrouve dans cette dernière expression la limite de résolution caractéristique de l'optique, la plus haute fréquence spatiale étant fixée par l'inverse de la longueur d'onde.

Les appareils développés pour effectuer la mesure de la dépendance angulaire de cette intensité diffusée sont habituellement désignés sous les appellations génériques de *dif-fusomètre* ou de *scattéromètre*. L'échantillon est éclairé par un faisceau lumineux sous

incidence normale ou légèrement oblique. Un détecteur monté sur un bras mobile en rotation tourne autour de l'échantillon en restant dans le plan d'incidence et capte ainsi la lumière diffusée dans les différentes directions. Malgré sa simplicité conceptuelle, la réalisation pratique d'un diffusomètre est en réalité délicate. En effet les composants destinés à l'optique de précision affichent des performances ultimes en terme de diffusion (valeur totale intégrée du flux diffusé de l'ordre de quelques millionièmes du flux incident), ce qui amène à concevoir des instruments présentant à la fois une dynamique très élevée et un très faible niveau de lumière parasite, dont la dépendance angulaire est souvent désigné sous le terme de *signature* de l'instrument et correspond à sa réponse en l'absence d'échantillon.

De façon plus précise, il faut parvenir à détecter des flux diffusés par unité d'angle solide et normés au flux incident, de quelques  $10^{-8}$  dans chaque direction de l'espace. On notera que ce problème n'a pas pour solution d'augmenter la puissance de la source d'éclairement, car c'est essentiellement la lumière parasite qui impose la détectivité, et celle-ci est proportionnelle au flux incident. La limite ultime de détectivité est donnée par la diffusion Rayleigh par l'air ambiant (qui présente une signature fonction de l'état de polarisation de la lumière), mais il faut aussi veiller à réduire les phénomènes de diffraction générés par tous les éléments optiques du montage, notamment au voisinage des faibles angles de diffusion.

Pour toutes ces raisons, les diffusomètres performants sont souvent peu compacts et utilisent des lasers comme sources lumineuses d'illumination des échantillons. Quelques instruments font appel à plusieurs raies laser de façon à disposer d'informations multispectrales, mais aucun d'eux ne permet de balayer continûment la longueur d'onde dans un large domaine spectral en conservant les performances requises. Nous reviendrons sur ce point qui constitue le cœur de notre travail de doctorat, car l'étude des filtres interférentiels rend indispensable l'analyse spectrale des phénomènes de diffusion dans les systèmes multicouches, à la présentation desquels va être consacré le chapitre suivant.

# Chapitre 2

# Phénomènes de diffusion dans les filtres optiques interférentiels

#### Sommaire

<b>2.1</b>	Prol	Problématique						
<b>2.2</b>	Extension du modèle électromagnétique de la diffusion au							
	cas	des systèmes multicouches	<b>27</b>					
<b>2.3</b>	3 Exemples d'indicatrices de diffusion							
	2.3.1	Substrat	30					
	2.3.2	Miroir quart d'onde	31					
2.4 Influence de la complexité des empilements								

## 2.1 Problématique

Lorsque nous éclairons un empilement de couches minces déposées à la surface d'un substrat plan, la lumière diffusée trouve son origine dans deux phénomènes [16]:

- la diffusion volumique, qui est générée par les faibles variations aléatoires d'indice de réfraction au sein des différentes couches constitutives de l'empilement,
- la diffusion de surface, qui est provoquée par la rugosité de chaque interface de ce même empilement.

Avec les techniques de dépôt énergétiques utilisées aujourd'hui, telles que l'IAD (*Ion Assisted Deposition*), la DIBS (*Dual Ion Beam Sputtering*) ou encore le PARMS (*Plasma Assisted Reactive Magnetron Sputtering*), les couches minces réalisées présentent une densité proche de celle du matériau massif et sont très homogènes en volume, de sorte que la diffusion de surface constitue le phénomène dominant.

La rugosité de chaque interface est constituée de la réplication de celle du substrat, et d'un effet propre au matériau et à la technologie qui a été utilisée pour son dépôt. Il faut donc s'intéresser à l'origine de la rugosité de chaque interface, et contrôler non seulement les effets de réplication qui vont se propager dans la totalité de l'empilement, mais aussi l'ajout d'une contribution propre à chaque interface.

Un schéma de la diffusion dans un multicouche est présenté à la figure 2.1. Chaque interface émet son propre diagramme de diffusion, qui émerge, après interaction avec l'empilement, dans les demi-espaces supérieurs (BRDF, diffusion vers l'arrière) et inférieurs (BTDF, diffusion vers l'avant).



 ${\rm Figure}~2.1-{\rm Diffusion}~{\rm angulaire}~{\rm dans}~{\rm les}~{\rm couches}~{\rm minces}~{\rm en}~{\rm incidence}~{\rm oblique}$ 

L'application du modèle électromagnétique de la diffusion à l'étude des milieux stratifiés, tels que ceux rencontrés dans les filtres optiques interférentiels, a été menée par plusieurs équipes, essentiellement entre 1977 et 1994 [12–14, 16, 22, 23]. Le paragraphe qui fait suite va être consacré à la présentation des principaux résultats établis par ces travaux théoriques.

## 2.2 Extension du modèle électromagnétique de la diffusion au cas des systèmes multicouches

Le multicouche que nous avons représenté de manière schématique à la Figure 2.1 comprend p couches, les interfaces étant numérotées de 0 à p depuis le milieu incident, et les indices des matériaux étant quant à eux désignés par  $n_i$ , avec i = 0 pour le milieu extérieur et i = p + 1 pour le substrat.

Nous avons montré au paragraphe 1.4.2 qu'un dioptre rugueux était équivalent à un dioptre plan chargé de courants fictifs électrique et magnétique. En conséquence le multicouche représenté à la Figure 2.1 est équivalent à un multicouche plan chargé de courants à chacune de ses interfaces.

Par ailleurs, en raison du principe de superposition applicable aux équations de Maxwell, le champ diffusé  $\vec{\mathcal{E}}_d$  résultant de cet ensemble de courants est la somme des champs élémentaires  $\vec{\mathcal{E}}_{d,j}$  générés par chaque courant pris séparément dans l'empilement. On peut donc écrire :

$$\vec{\mathcal{E}}_d = \sum_{i=0}^p \vec{\mathcal{E}}_{d,i} \tag{2.1}$$

Les relations établies au paragraphe 1.4.5 dans le cas d'une surface faiblement rugueuse nous ont montré qu'il était possible d'exprimer les composantes des champs diffusés élémentaires  $\mathcal{E}_{d,i}$  sous la forme générale suivante :

$$\mathcal{E}_{d,i}(\vec{\nu},\vec{\nu}_0) = D_i(\vec{\nu},\vec{\nu}_0)\,\hat{h}_i(\vec{\nu}-\vec{\nu}_0) \tag{2.2}$$

En conséquence, pour un multicouche, il vient :

$$\mathcal{E}_d = \sum_{i=0}^p D_i(\vec{\nu}, \vec{\nu}_0) \, \hat{h}_i(\vec{\nu} - \vec{\nu}_0) \tag{2.3}$$

La quantité de lumière diffusée dans une direction  $\theta$  de l'espace sera directement proportionnelle au module au carré de ce champ résultant, soit :

$$I(\theta) = K \left| \mathcal{E}_d \right|^2 = K \left| \sum_{i=0}^p D_i(\vec{\nu}, \vec{\nu}_0) \, \hat{h}_i(\vec{\nu} - \vec{\nu}_0) \right|^2 \quad \text{avec} \quad \nu = \frac{n \sin \theta}{\lambda} \tag{2.4}$$

On peut aussi écrire le module au carré de cette somme sous la forme :

$$I(\theta) = K \sum_{i=0}^{p} |D_i|^2 |\hat{h}_i|^2 + 2K \Re \left\{ \sum_{i < j} D_i D_j^* \hat{h}_i \hat{h}_j^* \right\}$$
(2.5)

Nous avions introduit au paragraphe 1.3 le spectre de rugosité d'une interface unique à l'aide de la relation :

$$\gamma_i = \frac{1}{\Sigma} |\hat{h}_i|^2 \tag{2.6}$$

Dans le cas multicouche, il est d'usage d'introduire à ce niveau les coefficients d'intercorrélation entre interfaces, notés  $\alpha_{ij}$  et définis par :

$$\gamma_{ij} = \frac{1}{\Sigma} \hat{h}_i \hat{h}_j^* = \alpha_{ij} \gamma_j \tag{2.7}$$
La quantité  $\gamma_{ij}$  est donc directement proportionnelle à la transformée de Fourier du produit d'intercorrélation entre le profil des interfaces i et j, soit :

$$\gamma_{ij} = \frac{1}{\Sigma} \mathrm{TF}[h_i \star h_j^-]$$
(2.8)

où  $h_j^-$  désigne la fonction  $h_j$  retournée  $(h_j^-(\vec{r}) = h_j(-\vec{r}))$ . Les coefficients  $\alpha_{ij}$  expriment donc en quelque sorte le degré de ressemblance entre les deux deux surfaces i et j.

Le résultat final s'écrit donc sous la forme :

$$I(\theta) = \sum_{i=0}^{p} |C_i|^2 \gamma_i + 2\Re \left\{ \sum_{i < j} C_i C_j^* \alpha_{ij} \gamma_j \right\}$$
(2.9)

Considérons tout d'abord le cas des surfaces décorrélées ( $\alpha_{ij} = 0$ ). La relation précédente prend la forme simplifiée suivante :

$$I(\theta) = \sum_{i=0}^{p} |C_i|^2 \gamma_i = I_0$$
(2.10)

Dans ce cas, l'intensité diffusée est une somme de termes positifs, qu'il ne sera pas réellement possible de réduire en choisissant la formule de l'empilement. On dira ici qu'il n'y pas d'interférences entre les ondes diffusées par les différentes interfaces, de sorte que  $I_0$ est appelée **composante incohérente** du phénomène de diffusion.

A l'inverse, le cas corrélé ( $\alpha_{ij} = 1$ ) fait intervenir des interférences. Considérons pour cela des surfaces toutes identiques ( $\gamma_{ij} = \gamma$ ). La relation (2.9) s'écrit alors :

$$I = \left[\sum_{i=0}^{p} |C_i|^2 + 2\Re\left\{\sum_{i< j} C_i C_j^*\right\}\right] \gamma$$
(2.11)

On voit qu'un spectre unique est ici en facteur du terme somme, et que ce terme somme associe à la composante incohérente déjà observée dans le cas décorrélé une **composante cohérente qui peut être négative**. En conséquence rien n'interdit que la diffusion soit réduite, voire même annulée, en raison des phénomènes d'interférence qui prennent naissance entre les ondes diffusées. C'est ce que l'on appelle l'**effet anti-diffusant** [24, 25], qui a fait l'objet de démonstrations expérimentales dans plusieurs cas de mise en œuvre.

On retiendra ici que les coefficients d'intercorrélation décrivent la cohérence mutuelle entre les sources de diffusion. Ce sont eux qui pilotent les interférences entre les sources de lumière diffusée par chaque interface. Mais il est également possible de leur donner une interprétation phénoménologique. Considérons en effet le substrat avec son profil spatial  $h_p$ . Lorsqu'une couche est déposée sur cette surface, le profil qui en résulte peut être décrit comme :

$$h_{p-1} = h_p \star a_{p-1} + g_{p-1} \tag{2.12}$$

où le premier terme décrit la réplication plus ou moins parfaite du profil du substrat et où le deuxième terme représente une rugosité additionnelle apportée par le matériau qui a été déposé. A partir de cette relation (2.12), on peut relier les coefficients d'intercorrélation aux fonctions de réplication, ainsi qu'à l'effet du matériau [26].

Toutefois il faut savoir que l'effet de réplication est pratiquement toujours parfait, compte tenu de la très grande homogénéité des couches réalisées. Par ailleurs, il faut remarquer, que, dans le cas des applications visible ou infrarouge, l'épaisseur des couches minces est faible devant la période des réseaux responsables de la diffusion aux angles modérés où les pertes sont majoritaires. En effet, si nous considérons la surface rugueuse comme la superposition d'une infinité de réseaux, la période p responsable de la diffusion à l'angle  $\theta$  s'écrit comme :

$$p = \frac{\lambda}{n_0 \sin \theta} \tag{2.13}$$

Cette relation montre que la lumière diffusée aux petits angles provient de périodes spatiales bien plus grandes que la longueur d'onde, et donc que l'épaisseur des couches minces (qui sont en général quart d'onde). Ceci devient naturellement moins vrai aux grands angles.

On retiendra de façon générale que la valeur du coefficient d'intercorrélation résulte d'une compétition entre la réplication du substrat (l'effet substrat) et la rugosité intrinsèque apportée par le matériau (l'effet matériau). Les expériences ont montré que lorsque la rugosité du substrat est égale à 0,5 nm, l'effet substrat domine l'effet matériau, de sorte que les surfaces sont très bien corrélées. A l'inverse, pour des rugosités de substrat de l'ordre de 0,1 nm, l'influence du matériau commence à se faire sentir. Dans tous les cas, l'analyse par diffusion lumineuse permet d'identifier et de quantifier tous ces phénomènes [26].

## 2.3 Exemples d'indicatrices de diffusion

La répartition spatiale et angulaire de la lumière diffusée par un filtre optique interférentiel dépend donc de nombreux paramètres tels que la formule de l'empilement, la rugosité du substrat, ou la topographie effective de chacune des interfaces.

Comme indiqué au paragraphe 2.2, l'intensité I du champ diffusé par un multicouche dans la direction  $\theta$  est décrite par la relation générale (2.9), dans laquelle les coefficients  $C_i$  dépendent non seulement de la transmission de l'empilement partiel situé entre le milieu incident et la couche n°i considérée, mais aussi de celle de l'empilement partiel situé entre cette même couche et le milieu final (milieu incident dans le cas BRDF, substrat dans le cas BTDF). Chacune de ces transmissions fait intervenir les admittances complexes des interfaces des empilements partiels considérés et donc les indices effectifs de l'ensemble des couches traversées tant par la lumière incidente que par la lumière diffusée.

Si l'on se remémore la complexité des formules établies de manière littérale au Chapitre 2 dans le cas d'une interface unique entre deux milieux semi-infinis, on comprendra aisément que la détermination théorique de la lumière diffusée par un empilement multicouche ne puisse être réalisée de manière littérale, mais impose le recours à un logiciel de modé-lisation. Ce logiciel a fait l'objet de travaux importants au sein de l'équipe CONCEPT de l'Institut Fresnel, et la version qui sera utilisée dans cette thèse a été finalisée par Myriam Zerrad, et associe des modules de calcul écrits en langage C++ et des modules de traitement et d'affichage écrits sous Matlab<sup>®</sup>.

Les indicatrices de diffusion présentées dans les paragraphes qui vont suivre ont été calculées à l'aide de ce logiciel de modélisation, y compris dans le cas du premier de ces exemples, à savoir un substrat nu.

#### 2.3.1 Substrat

Le premier constituant de tout composant optique de filtrage est le substrat sur lequel il est déposé. Nous allons donc considérer, pour l'ensemble de ces exemples, un substrat de silice de qualité de polissage P4, et dont le spectre de rugosité a été mesuré sur la bande passante d'intérêt par interférométrie en lumière blanche (ZYGO NewView 7300).

L'indicatrice de diffusion (ARS) calculée pour ce substrat à la longueur d'onde de 633 nm est représentée à la Figure 2.2 pour les deux états de polarisation S et P, tandis que la Figure 2.3 présente une cartographie de l'évolution de ces mêmes quantités en fonction de l'angle de diffusion et de la longueur d'onde d'éclairement.



FIGURE 2.2 – Indicatrices de diffusion calculées pour un substrat de silice de qualité de polissage P4 en polarisation S et P



FIGURE 2.3 – Dépendances spectrale et angulaire des indicatrices de diffusion d'un substrat de silice de qualité de polissage P4 en réflexion (0°< $\theta$ <90°) et en transmission (90°< $\theta$ <180°) pour les polarisations S et P (à gauche, polarisation S - à droite, polarisation P; le code de couleurs utilisé correspond au logarithme de l'intensité diffusée)

On peut voir que l'évolution angulaire des indicatrices de diffusion est ici continument décroissante et que leur évolution spectrale suit celle des coefficients de réflexion et de transmission du substrat. L'ensemble des empilements étudiés dans la suite de ce chapitre seront supposés avoir été déposés sur un tel substrat, que nous noterons désormais S1. On pourra ainsi apprécier l'effet de chaque empilement en comparant l'indicatrice qui lui sera associée à celle du substrat nu.

### 2.3.2 Miroir quart d'onde

L'une des fonctions optiques les plus classiques réalisables à l'aide de couches minces optiques est très certainement le miroir quart d'onde.

On peut voir à la Figure 2.4 un exemple de réponse spectrale spéculaire (transmission en rouge, réflexion en bleu) obtenue pour un miroir comprenant 17 couches quart d'onde et de formule

Substrat S1 / H 
$$(BH)^8$$
 / Air

où H désigne une couche haut indice (ici du pentoxyde de tantale  $Ta_2O_5$ ), quart d'onde à la longueur d'onde de centrage du miroir (633 nm) et B une couche bas indice (ici de la silice SiO<sub>2</sub>), également quart d'onde à cette même longueur d'onde.

Ces réponses spectrales spéculaires ont été calculées lorsque le miroir est éclairé en incidence normale sur l'ensemble de la gamme [400 nm - 1000 nm], gamme que nous assimilerons au domaine de sensibilité d'un capteur CCD de type silicium.



FIGURE 2.4 – Dépendance spectrale des coefficients de transmission et de réflexion d'un miroir M17 centré à  $633~\rm{nm}$ 

Pour ce même empilement, nous avons représenté aux Figures 2.5 et 2.6 les indicatrices de diffusion en fonction de l'angle de diffusion  $\theta$  et de la longueur d'onde d'éclairage  $\lambda$ , pour chacune des deux polarisations S et P. Nous avons supposé ici que les interfaces étaient fortement corrélées entre elles et que l'échantillon était éclairé par une onde plane.

Comme on peut le voir, les indicatrices de diffusion présentent de fortes variations angulaires et spectrales qui sont également dépendantes de la polarisation.



FIGURE 2.5 – Dépendances spectrale et angulaire des indicatrices de diffusion d'un miroir quart d'onde M17 centré à 633 nm (à gauche, polarisation S - à droite, polarisation P; le code de couleurs utilisé correspond au logarithme de l'intensité diffusée)



 $\label{eq:FIGURE 2.6-Dépendances spectrale et angulaire de l'indicatrice de diffusion d'un miroir quart d'onde M17 en lumière naturelle$ 

Si on souhaite maintenant analyser ces indicatrices de manière plus quantitative, on peut s'intéresser, dans un premier temps, aux variations angulaires de l'intensité diffusée par ce miroir, par exemple à sa longueur d'onde de centrage.

On trace donc Figure 2.7 la BRDF  $\cos \theta$  calculée pour ce miroir à cette longueur d'onde en polarisations S et P, ainsi qu'en lumière naturelle. On notera que l'allure générale des variations angulaires enregistrées est très proche de celle obtenue pour le substrat nu, même si le niveau global d'intensité diffusée est augmenté dans le rapport des coefficients de réflexion des deux structures.

On peut également analyser les variations spectrales de l'intensité diffusée à un angle donné : on peut ainsi voir, Figure 2.8, que celles-ci restent très proches de celles du coefficient de réflexion, lorsque l'angle de diffusion est relativement faible, et qu'elles s'en écartent de manière sensible lorsque la valeur de celui-ci augmente.



FIGURE 2.7 – BRDF  $\cos \theta$  calculée pour un miroir M17 à sa longueur d'onde de centrage (633 nm)



FIGURE 2.8 – Évolution spectrale de l'intensité diffusée par le miroir M17 en lumière naturelle aux angles  $\theta = 2^{\circ}$ , 40° et 65° (courbe cyan, coefficient de réflexion - courbe rouge, intensité diffusée; à gauche, angle de diffusion égal à 2° - au centre, 40° - à droite, 65°)



 $\label{eq:FIGURE 2.9-Evolution spectrale du TS du miroir M17 calculé en lumière naturelle dans le demi-espace réfléchi$ 

Ce constat est confirmé par la comparaison (Figure 2.9) entre la courbe donnant l'évolution spectrale de la diffusion totale (TS) dans le demi espace réfléchi et celle correspondant au coefficient de réflexion.

La majorité des fonctions optiques de filtrage faisant appel à un nombre relativement réduit de couches (typiquement moins de 50) suit la même logique de comportement. Celle-ci a d'ailleurs fait l'objet par le passé de confirmations expérimentales et numériques avec un excellent accord entre calculs et mesures [19, 27, 28].

De nombreux travaux ont en outre été menés à l'Institut Fresnel pour la gestion de la lumière parasite générée par diffusion dans les composants optiques [16, 18, 21, 24, 24, 29–40], ce qui en fait l'un des cœurs de métiers du laboratoire.

Cette thématique a toutefois connu un réel renouveau ces dernières années avec l'évolution des technologies de fabrication qui autorisent désormais le dépôt maitrisé et répétable de filtres à grand nombre couches (typiquement entre 100 et 150). On a alors constaté lors de l'utilisation de ces filtres des phénomènes de diffusion nouveaux propres à cette catégorie de composants.

## 2.4 Influence de la complexité des empilements

Pour une fonction de filtrage donnée, la formule choisie lors de la synthèse de l'empilement peut présenter une complexité qui va croitre avec le niveau d'exigence spécifié sur certaines de ses performances. Celles-ci concernent notamment le niveau demandé de réjection hors bande et la pente tolérée sur la chute de transmission entre partie passante et partie bloquante.

On peut illustrer cet effet on considérant un filtre bande étroite centré à 633 nm et dont la largeur de bande est de 20 nm.



FIGURE 2.10 – Fonctions de transmission de filtres passe bande centrés à 633 nm et présentant un niveau croissant de complexité (à gauche, 14 couches - au centre, 60 couches - à droite, 110 couches)

On présente, en Figure 2.10, 3 fonctions de filtrage qui répondent à cette définition avec un niveau de performances croissant : un Fabry-Perot simple cavité (14 couches) noté F1, un Fabry-Perot multicavités (60 couches) noté F2, et enfin, un Fabry-Perot multicavités avec ajout de filtres bloqueurs pour augmenter la largeur spectrale de la zone de réjection (110 couches). Ce dernier filtre sera noté F3.

Ces fonctions de filtrage sont classiques dans les composants optiques de pointe et les réponses spéculaires des composants effectivement réalisés présentent en général un excellent accord entre la performance synthétisée et les coefficients spéculaires mesurés.

Intéressons-nous maintenant à la réponse en diffusion de chacune de ces fonctions de filtrage. Pour ce faire, nous allons calculer la dépendance spectrale et angulaire des indicatrices de diffusion correspondant à ces différents filtres en supposant que ceux-ci ont été déposés sur le même substrat S1 que précédemment et que les interfaces qui les constituent sont toutes fortement corrélées. Ces indicatrices sont tracées en polarisation S (Figure 2.11) et en polarisation P (Figure 2.12).



 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 2.11-Modélisation de la répartition angulaire et spectrale de l'intensité diffusée par les filtres F1, F2 et F3 en polarisation S \end{array}$ 



FIGURE 2.12 – Modélisation de la répartition angulaire et spectrale de l'intensité diffusée par les filtres F1, F2 et F3 en polarisation P

Ces quelques modélisations mettent en évidence le fait que, pour des fonctions de filtrage dites simples (typiquement moins de 40 couches), la dépendance spectrale de l'intensité diffusée suit la logique décrite dans le cas des composants classiques. La dépendance angulaire est continument décroissante avec une forme générale imposée par le spectre de rugosité du substrat. A l'inverse, lorsque la formule de l'empilement se complexifie, les indicatrices de diffusion ne sont plus angulairement monotones et ne suivent pas directement la réponse spectrale spéculaire. En conséquence, sur les structures à nombre d'interfaces élevé, la répartition des pertes par diffusion lumineuse est très complexe et présente des exaltations angulaires ou spectrales appelées lobes de diffusion.

On peut voir à la Figure 2.13 un exemple de lobe angulaire de diffusion qui apparait aux grands angles à la longueur de centrage du filtre (c'est-à-dire dans sa partie passante).



 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 2.13-Dépendance angulaire des indicatrices de diffusion des filtres passe bande} \\ \mbox{F1, F2 et F3 calculées à 633 nm (polarisation S, polarisation P et lumière} \\ \mbox{naturelle)} \end{array}$ 

Ce type de remontée aux grands angles est particulièrement problématique dans le cas de composants microstructurés puisqu'il est potentiellement générateur de diaphoties (ou de *crosstalks*, pour utiliser la terminologie anglaise). En effet, comme illustré Figure 2.14 par une modélisation de la répartition spatiale tridimensionnelle de la lumière diffusée à différentes longueurs d'onde, les lobes de diffusion enregistrés aux grands angles sont susceptibles de venir éclairer les pixels adjacents et d'en parasiter ainsi la mesure.



FIGURE 2.14 – Indicatrice de diffusion 3D calculées pour des filtres passe bandes à différentes longueurs d'onde – Mise en évidence du phénomène de diaphotie

Ce phénomène de diaphotie peut également être spectral. En effet, si on calcule, pour chacun des trois filtres, la valeur du TS dans le demi-espace transmis comparé au coefficient de transmission spéculaire, on peut voir que dans la bande de réjection du filtre, le niveau de lumière diffusée est supérieur à celui de la lumière transmise, ce qui soulève des interrogations sur l'utilisation pratique d'un tel filtre, et ce, dès le filtre F2.



 $\label{eq:FIGURE 2.15-Évolution spectrale comparée du TS calculé dans le demi-espace transmis et du coefficient de transmission spéculaire pour les 3 filtres passebande F1, F2 et F3.$ 

A la vue du résultat de ces modélisations numériques, on comprend bien l'enjeu qui réside dans une meilleure compréhension des phénomènes de diffusion dans les filtres interférentiels complexes. Cet intérêt est particulièrement fort dans le cas des applications spatiales, car ce secteur est l'un des plus exigeants en termes de performances opérationnelles, notamment en ce qui concerne le niveau de lumière parasite toléré.

Les quelques exemples que nous venons de présenter ont permis de mettre en évidence la complexité des dépendances spectrale et angulaire de ces indicatrices de diffusion. Pour pouvoir espérer à terme en maitriser la structure, il est donc nécessaire de développer une métrologie adaptée à ce type de problématique et dont on puisse garantir la précision avant de pouvoir envisager de l'utiliser pour rétroagir sur les choix de fabrication. Le développement d'un tel moyen optique de caractérisation constitue le cœur de notre travail de thèse, et c'est à la description détaillée de sa structure que sera consacré le prochain chapitre.

Compte tenu de l'objectif général assigné à ce montage (enregistrement des variations de l'intensité diffusée par un filtre optique interférentiel en fonction de l'angle de diffusion et de la longueur d'onde d'éclairage), nous le désignerons désormais sous l'acronyme générique SALSA, pour **S**pectral and **A**ngular **L**ight **S**cattering characterization **A**pparatus.

## Chapitre 3

# SALSA : un diffusomètre spectralement et angulairement résolu

#### Sommaire

3.1 Définition des spécifications métrologiques 40				
<b>3.2</b> Pré-définition de l'instrument				
3.3 Description des éléments clés de l'instrument 42				
3.3.1	Sous-ensemble de détection			
3.3.2	Sous-ensemble d'éclairage			
3.3.3	Collimateurs à miroirs et fibres optiques de liaison $\ldots \ldots \ldots 49$			
3.4 Mor	ntage SALSA 1			
3.4.1	Présentation générale			
3.4.2	Présentation détaillée			
3.4.3	Principe général de fonctionnement			
3.4.4	Qualification métrologique de l'instrument SALSA 1 71			
3.5 Montage SALSA 2				
3.5.1	Diaphotie spectrale			
3.5.2	Introduction d'un étage additionnel de filtrage			
3.5.3	Description du montage SALSA 2			
3.5.4	Qualification métrologique de l'instrument SALSA 2 101			
3.6 Mesures de diffusion				
3.6.1	Calibration			
3.6.2	Signature de l'instrument			
3.6.3	Exemples de mise en œuvre sur des composants simples $\ . \ . \ . \ 112$			

## 3.1 Définition des spécifications métrologiques

Les deux chapitres précédents nous ont d'ores et déjà permis d'identifier un certain nombre d'exigences métrologiques auxquelles ce diffusomètre devra répondre, tels que la détectivité, la sélectivité angulaire ou le domaine spectral de fonctionnement. Il sera également nécessaire de pouvoir qualifier les performances de ce montage d'un point de vue photométrique, ce qui va nous conduire à mesurer les réponses spéculaires, en transmission ou en réflexion, de filtres optiques interférentiels de formules connues. Enfin, on souhaite disposer de la meilleure résolution spectrale possible sans que le respect de cette exigence ne pénalise de manière significative la détectivité.

Les principales spécifications métrologiques de notre instrument sont donc les suivantes :

- Détectivité meilleure que la limite imposée par la diffusion Rayleigh dans l'air, soit  $10^{-8}~{\rm sr}^{-1}$ 

Cette spécification fixe le niveau minimal du rapport entre puissance diffusée détectée dans l'angle solide de réception du montage et puissance incidente sur l'échantillon. Nous pouvons en effet traduire cette spécification de la manière suivante :

$$ARS \leqslant 10^{-8} \text{ sr}^{-1} \quad \Rightarrow \quad \frac{dP_s}{P_i d\Omega_s} \leqslant 10^{-8} \text{ sr}^{-1}$$
(3.1)

#### - Sélectivité angulaire $\delta \theta$ meilleure que le degré

Cette spécification a pour objet de permettre la mesure des flux diffusés le plus prés possible des directions spéculaires. Elle fixe donc la valeur de l'angle solide de détection :

$$d\Omega_s = 2\pi (1 - \cos \delta\theta) \sim \pi (\delta\theta)^2 \leqslant 10^{-3} \text{ sr}$$
(3.2)

• Dynamique *D* autorisant la mesure des flux transmis et réfléchis Cette dynamique est définie comme le rapport entre le plus grand et le plus petit flux mesurés et a donc ici pour valeur :

$$D = \frac{P_{\max}}{P_{\min}} = \frac{T_{\max}P_i}{dP_s} \ge 10^{11}$$
(3.3)

#### - Résolution spectrale $\delta\lambda$ de l'ordre du nanomètre

Compte tenu de la complexité de la dépendance spectrale des indicatrices de diffusion associées à des filtres interférentiels à grand nombre de couches, il serait naturellement intéressant de pouvoir les enregistrer avec une résolution spectrale proche de 0,1 nm, mais ce souhait ne saurait constituer ici une exigence formelle, compte tenu des valeurs de dynamique recherchée (>  $10^{11}$ ).

• Domaine spectral  $\Delta \lambda$  couvert correspondant à la bande de sensibilité du Silicium, soit typiquement entre 400 nm et 1000 nm.

Avant de nous préoccuper des conséquences pratiques de ce jeu de spécifications métrologiques sur la définition de notre instrument, il semble nécessaire de situer notre démarche par rapport aux performances des appareillages existants.

Le développement de diffusomètres angulairement résolus à éclairage monochromatique a fait l'objet de nombreuses études ces dernières décennies et est aujourd'hui maitrisé par la communauté internationale dans les trois grandes gammes de longueurs d'onde que sont

l'ultraviolet [41–43], le visible [16, 40, 44–48] et l'infrarouge [49, 50]. Certains dispositifs dits *multiraies* couvrent l'ensemble de la plage optique de manière discrète, via le recours à plusieurs sources lasers et à des détecteurs adaptés à chaque domaine spectral [37].

On notera à ce stade que les performances définies par les 3 premiers points de notre cahier des charges correspondent à celles des meilleurs diffusomètres laser de l'État de l'Art. Le dernier point demande de conserver ces performances sur l'intégralité de la bande CCD tout en ayant un choix arbitraire de la longueur d'onde d'illumination, ce qui constitue un réel challenge en termes de métrologie. En effet, les quelques diffusomètres spectraux développés à ce jour l'ont essentiellement été pour des applications demandant une dynamique de mesure modérée telles que la colorimétrie. Il s'agit de systèmes qui associent un éclairage large bande à source halogène à un détecteur de type spectrophotomètrique. Les détectivités accessibles sont de l'ordre de  $10^{-4}$  sr<sup>-1</sup> dans le visible.

## 3.2 Pré-définition de l'instrument

Il ressort du jeu de spécifications définies au paragraphe 3.1 que la densité spectrale de puissance émise par la source est directement reliée à la puissance minimale détectable  $dP_s$  par la relation suivante :

$$\frac{dP_i}{d\lambda}\delta\lambda = P_i = D \cdot dP_s \tag{3.4}$$

Le choix du détecteur et de la source sont donc intimement liés. Pour fixer les idées, si la source utilisée présente une densité spectrale de puissance de l'ordre de 1 mW/nm, alors la puissance minimale détectable ne devra pas excéder 10 fW, ce qui est à l'évidence extrêmement exigeant et en pratique difficilement accessible à des photodiodes utilisées en régime photoconducteur.

Or des études précédentes menées au sein de l'équipe CONCEPT ont permis de montrer la très grande sensibilité de **caméras CCD scientifiques** pour lesquelles le bruit thermique est négligeable (typiquement 0,001 électrons par pixel et seconde) et les bruits de lecture et de numérisation limités à quelques photo-électrons [40]. De tels détecteurs fonctionnent en régime d'intégration parfaite et accumulent avec une grande fidélité les photo-électrons dans des puits de grande capacité (typiquement 100 000 photo-électrons). Ils associent donc sensibilité et dynamique de manière quasi unique.

Si l'on conserve ces 10 fW comme objectif de sensibilité au niveau détection, les densités spectrales de puissance mentionnées plus haut correspondent en fait à des **sources à supercontinuum**, dont les propriétés ont souvent été décrites de manière concise par la sentence anglaise *broad as a lamp, bright as a laser*. La génération d'un supercontinuum correspond à la création d'un spectre large et continu par une impulsion laser lorsque celleci se propage dans un milieu non linéaire. Les effets non linéaires mobilisés comprennent notamment l'auto-modulation de phase (SPM, *Self Phase Modulation*) et la diffusion Raman. Grâce à leur cohérence spatiale et à leur grande qualité de faisceau, ces sources peuvent être aisément couplées à l'intérieur de fibres optiques, que celles-ci soient de structure monomode ou multimode. Leur faible étendue géométrique permet donc de respecter la contrainte de sélectivité angulaire en associant à ces fibres de transport une **optique de mise en forme de type catoptrique** (le grand domaine spectral couvert impose en effet l'utilisation exclusive de miroirs).

Pour satisfaire la condition de résolution spectrale définie au paragraphe 3.1, il nous faut adjoindre à notre montage un élément de filtrage, susceptible d'isoler dans un spectre continu une raie de faible largeur spectrale et dont la longueur d'onde centrale peut être continument accordée entre 400 nm et 1000 nm. Il est évidemment crucial que la transmission de cet élément de filtrage soit la plus élevée possible, afin de n'avoir pas de conséquences trop négatives sur la dynamique ou la détectivité. Notre choix s'est donc porté sur un **filtre accordable** construit autour d'un réseau holographique de volume, car c'est la technologie qui garantit les plus faibles niveaux de pertes en excès (transmission de l'ordre de 60%).

## 3.3 Description des éléments clés de l'instrument

#### 3.3.1 Sous-ensemble de détection

#### 3.3.1.1 Caméra CCD scientifique faible bruit

La caméra CCD scientifique faible bruit que nous avons sélectionnée est proposée par la société ROPER SCIENTIFIC sous la référence PIXIS 1024B (Figure 3.1).



FIGURE3.1- Caméra CCD scientifique faible bruit PIXIS $1024\mathrm{B}$ 

Ses principales caractéristiques utiles sont les suivantes :

- 1024 x 1024 pixels de 13 x 13  $\mu \mathrm{m}^2$
- Taux de remplissage : 100%
- Bruit de lecture de la trame (*CCD read noise*) :  $\sigma_{\text{CCD RN}} = 2 \text{ e}^-$
- Bruit de numérisation (System read noise) :

 $\sigma_{\text{System RN}} = \begin{cases} 3, 6 \text{ e}^{-@} \text{ 100 kHz de fréquence d'échantillonnage} \\ 9 \text{ e}^{-@} \text{ 2 MHz de fréquence d'échantillonnage} \end{cases}$ 

- Capacité du puits associé à chaque pixel : 100 000  $e^-$
- Courant d'obscurité :  $I_{\rm DC} = 0,001 \text{ e}^-/\text{s}$  par pixel, soit 1,6.10<sup>-22</sup> A/pixel
- Dynamique de numérisation : 16 bits @ 100 kHz et 2 MHz de fréquence d'échantillonnage
- Gain de conversion : 1 2 4 e<sup>-</sup>/coup
- *Binning* : 2 x 2, 4 x 4
- Temps d'intégration minimal : 50 ms



FIGURE 3.2 – Dépendance spectrale de l'efficacité quantique du détecteur matriciel de la caméra PIXIS 1024B

- Refroidissement par effet PELTIER (température minimale : -70°C)
- Efficacité quantique : voir Figure 3.2, Courbe rouge Basic BroadBand

Compte tenu de l'ensemble de ces spécifications, il est possible de faire une première évaluation de la détectivité de cette caméra CCD en calculant l'écart type du bruit de détection en l'absence de signal, noté  $\sigma_e$ . Les sources de bruit étant toutes indépendantes, nous pouvons écrire :

$$\sigma_e^2 = I_{\rm DC}\tau + \sigma_{\rm CCD\ RN}^2 + \sigma_{\rm System\ RN}^2 \tag{3.5}$$

où  $\tau$  désigne le temps d'intégration de la caméra CCD. Pour convertir ce résultat en puissance optique, il faut tenir compte de la relation entre nombre moyen  $\bar{m}$  de photo-électrons détectés et nombre moyen  $\bar{n}$  de photons reçus, soit :

$$\bar{m} = \eta(\lambda)\,\bar{n} \tag{3.6}$$

où  $\eta(\lambda)$  désigne l'efficacité quantique du capteur CCD. Le nombre moyen de photons détectés est relié à la puissance optique P par la relation suivante :

$$\bar{n} = \frac{P\tau}{h\nu} = \frac{P\tau}{hc}\lambda\tag{3.7}$$

où h désigne la constante de PLANCK et c la vitesse de la lumière dans le vide. On en déduit aussitôt l'écart-type  $\sigma_0$  de la puissance équivalente au bruit de ce détecteur CCD :

$$\sigma_0 = \frac{hc}{\lambda\tau} \frac{1}{\eta(\lambda)} \sqrt{I_{\rm DC}\tau + \sigma_{\rm CCD\ RN}^2 + \sigma_{\rm System\ RN}^2}$$
(3.8)

Nous avons représenté à la Figure 3.3 la variation de cet écart-type  $\sigma_0$  avec le temps d'intégration  $\tau$  en unités log-log. La pente de cette variation est égale à -1, ce qui montre que la contribution du courant d'obscurité est toujours négligeable lorsque le temps d'intégration reste inférieur à 100 secondes. En outre, le niveau de puissance équivalente au bruit est inférieur au femtoWatt dans toute la gamme de temps d'intégration considérée (50 ms - 100 s), ce qui valide le choix de notre détecteur.



FIGURE 3.3 – Évolution de l'écart-type de la puissance équivalente au bruit du détecteur CCD en fonction du temps d'intégration

#### 3.3.1.2 Interface optique de détection

Compte tenu de la très grande sensibilité de notre détecteur et des faibles niveaux de lumière que nous pourrons être conduits à mesurer, il est indispensable que la partie sensible de la caméra soit uniquement éclairée par le flux utile correspondant à ces mesures. Pour ce faire, nous avons choisi de récupérer le flux réfléchi, transmis ou diffusé par notre échantillon dans une fibre optique et de connecter l'une de ses extrémités à un bouchon métallique directement vissé sur la monture C de la caméra de détection. La partie centrale de ce bouchon comprend un ensemble optique constitué de deux objectifs montés tête-bêche, à savoir :

- un objectif de collimation THORLABS de référence F220SMA-B (focale  $f_1 = 10,99$  mm, ouverture numérique 0,25) et équipé d'une embase de connexion fibre de type SMA,
- un objectif de focalisation THORLABS de référence AC127-025-B-ML (focale  $f_2 = 25 \text{ mm}$ , diamètre utile CA<sub>2</sub> = 12,7 mm).

Ces deux objectifs forment donc une image de l'extrémité de la fibre raccordée à l'embase SMA du premier d'entre eux. Le grandissement  $\gamma_{\text{FOS}}$  de cet ensemble est donné par le rapport des focales des deux éléments constitutifs, soit :

$$\gamma_{\rm FOS} = \frac{f_2}{f_1} = 2,275 \tag{3.9}$$

Les fibres optiques que nous utilisons ont des dimensions de cœur comprises entre 70 et 200  $\mu$ m. La dimension transverse de l'image au niveau de la matrice CCD sera donc comprise entre 160 et 455  $\mu$ m, et couvrira donc une zone incluant entre 150 et 1000 pixels. Le résultat de notre mesure sera donc constituée par la sommation des signaux délivrés par tous ces pixels, ce qui permettra de réduire, par effet de moyenne, l'influence relative des bruits associés.

#### 3.3.2 Sous-ensemble d'éclairage

#### 3.3.2.1 Source à supercontinuum

Nous avons sélectionné comme source d'éclairage le laser à supercontinuum NKT Photonics EXB-6 (cf. Figure 3.4), qui émet 600 mW dans le visible et plus de 3W sur l'ensemble de sa gamme de fonctionnement (400 nm - 2  $\mu$ m). Le signe EXB est un acronyme de la dénomination anglaise *EXtreme Blue* et le chiffre 6 est relatif à la puissance émise dans le visible.



FIGURE 3.4 – Laser à supercontinuum NKT EXB-6

Comme le qualificatif *Blue* le laisse supposer, ce type de source présente un fonctionnement optimisé dans la partie bleue du spectre, c'est-à-dire typiquement entre 400 et 450 nm. La densité spectrale de puissance, exprimée en mW/nm, est donnée Figure 3.5 pour une utilisation à 80% de la puissance maximale.



FIGURE 3.5 – Densité spectrale de puis sance émise par le laser à supercontinuum NKT EXB-6

Le faisceau délivré par cette source est un faisceau gaussien dont le diamètre de *waist* est d'environ 1 mm à 530 nm et varie de manière directement proportionnelle à la longueur d'onde. Par conséquent, la divergence de ce faisceau est la même à toute longueur d'onde  $(\theta = \lambda/\pi w_0)$  et de l'ordre de 0,35 mrad. La stabilité de pointage du faisceau est meilleure

que 50  $\mu$ rad, ces deux éléments garantissant une grande efficacité de couplage dans tout type de fibre, même monomode (couplage garanti supérieur à 70%).

#### 3.3.2.2 Filtre accordable

La source et le détecteur choisis étant tous les deux large bande, il nous faut donc ajouter sur le trajet de la lumière un élément nous permettant de sélectionner la longueur d'onde d'éclairage, autrement dit un filtre passe bande accordable. Comme nous tenons à conserver la plus grande densité spectrale de puissance possible au niveau de l'échantillon, nous avons choisi un système utilisant comme élément de filtrage un réseau de Bragg en volume, car il bénéficie d'un avantage d'étendue très net par rapport aux solutions à réseaux de diffraction classiques.

Un réseau de Bragg en volume (VBG, Volume Bragg Grating) est un composant de filtrage qui utilise une modulation périodique de l'indice de réfraction dans tout le volume d'un matériau photosensible. Si  $\Lambda$  désigne la période de cette modulation d'indice,  $n_0$  la valeur moyenne de l'indice de réfraction du matériau photosensible, la longueur d'onde  $\lambda_{\rm B}$  sélectionnée par le réseau est celle qui satisfait, en transmission, la relation :

$$\lambda_{\rm B} = 2n_0 \Lambda \sin \theta \tag{3.10}$$

où  $\theta$  désigne l'angle d'incidence sur le réseau de volume. La sélectivité spectrale de ce type de composant est essentiellement pilotée par l'épaisseur du matériau photosensible et l'amplitude de la modulation d'indice. Pour des raisons de mise en œuvre pratique, la configuration le plus souvent utilisée correspond à un fonctionnement en réflexion et en double passage, le réglage de la longueur d'onde filtrée étant obtenu au travers d'une rotation contrôlée du réseau de Bragg en volume.

Le composant que nous avons sélectionné est proposé par Photon Etc sous la dénomination LLTF Contrast VIS (LLTF, *Laser Line Tunable Filter*). Ses principales spécifications sont les suivantes :

- Domaine spectral de fonctionnement : 400 nm 1000 nm
- --Bande passante de filtrage : entre 1 nm et 2,5 nm
- Diamètre d'ouverture : 5 mm
- Divergence maximale du faisceau entrant : 0,5 mrad
- Stabilité de pointage du faisceau sortant : meilleure que le miliradian
- Efficacité maximale : 65%

#### 3.3.2.3 Caractérisation du sous-ensemble d'éclairage

Pour qualifier de manière préliminaire les performances du sous-ensemble d'éclairage constitué par l'association NKT EXB-6/LLTF VIS, nous avons réalisé, à différentes longueurs d'onde, des mesures du spectre du faisceau filtré après recouplage dans une fibre optique.

La Figure 3.6 présente un exemple des profils spectraux enregistrés pour trois longueurs d'onde différentes de filtrage ( $\lambda_1 = 670$  nm,  $\lambda_2 = 780$  nm,  $\lambda_3 = 910$  nm). De manière à

éviter l'emploi de composants d'atténuation, ces enregistrements ont été réalisés à 12% de la puissance maximale et en ne cherchant pas optimiser le couplage dans la fibre optique utilisée pour raccorder le sous-ensemble d'éclairage à l'analyseur optique de spectre ANDO 6315A utilisé. Les puissances crêtes obtenues ne sont donc pas représentatives d'un fonctionnement nominal.



FIGURE 3.6 – Spectre du flux lumineux délivré par le sous-ensemble d'éclairage pour trois longueurs d'onde différentes affichées sur le filtre accordable ( $\lambda_1 = 670 \text{ nm}, \lambda_2 = 780 \text{ nm}, \lambda_3 = 910 \text{ nm}$ )

En normalisant ces enregistrements et en les recentrant sur la longueur d'onde définie par le filtre accordable, on obtient les graphes présentés à la Figure 3.7. Ils montrent que, pour les trois longueurs d'onde utilisées, la largeur spectrale à mi-hauteur en sortie de filtre est de l'ordre de 2 nm.



FIGURE 3.7 – Profil spectral du flux lumineux délivré par le sous-ensemble d'éclairage pour trois longueurs d'onde différentes affichées sur le filtre accordable ( $\lambda_1 = 670 \text{ nm}, \lambda_2 = 780 \text{ nm}, \lambda_3 = 910 \text{ nm}$ )

Si l'on remplace les échelles linéaires de puissance utilisées jusqu'ici par des échelles logarithmiques et si l'on augmente la puissance de la source (par exemple en se plaçant à 80% de sa puissance nominale), on constate la présence de pics parasites situées dans la bande spectrale d'intérêt lorsque les longueurs d'ondes de filtrage choisies sont situées en bord de ce même domaine. La Figure 3.8 permet de visualiser leur intensité et leur position, lorsque la longueur d'onde de filtrage  $\lambda_0$  est respectivement égale à 450 nm et 950 nm.



FIGURE 3.8 – Densité spectrale normalisée du faisceau enregistrée à la sortie du filtre accordable LLTF, source à 80% de la puissance maximale (courbe bleue,  $\lambda_0 = 450$  nm - courbe rouge,  $\lambda_0 = 950$  nm)

Lorsque la longueur d'onde de filtrage  $\lambda_0$  est égale à 450 nm, on constate la présence d'un pic parasite de faible intensité ( $10^{-4}$  en relatif) centré à 900 nm, c'est-à-dire à  $2\lambda_0$ . Lorsque cette même longueur d'onde de filtrage est égale à 950 nm, on constate à nouveau la présence d'un pic parasite, d'intensité plus forte ( $10^{-1}$  en relatif), mais centré cette fois à 475 nm, c'est-à-dire à  $\lambda_0/2$ .

Le premier pic parasite  $(2\lambda_0)$  est généré par la non linéarité résiduelle de la modulation d'indice de réfraction du matériau photosensible. Quant au second  $(\lambda_0/2)$ , il correspond au deuxième ordre de la fonction de filtrage. Ces deux pics parasites sont en fait présents quelle que soit la longueur d'onde de filtrage considéré, mais nous ne les observons pas au même instant, car notre gamme spectrale de fonctionnement est limité à 2,5 octaves (1000/400).

La présence de pics parasites dans le spectre de la lumière filtrée va empêcher une mesure correcte des signaux de diffusion. En effet, si plusieurs longueurs d'onde sont simultanément envoyées sur un échantillon, la détection sommera les intensités diffusées à ces différentes longueurs d'onde et considèrera l'intensité totale mesurée comme l'intensité de la lumière diffusée par cet échantillon à la seule longueur d'onde  $\lambda_0$ . Or, comme les signaux de diffusion attendus présentent de fortes variations spectrales, la présence de ces pics parasites peut fortement affecter le résultat de notre mesure. Pour pallier ce problème, nous avons donc décidé d'ajouter des filtres trieurs d'ordre à la définition de notre sous-ensemble d'éclairage. Compte tenu de l'extension de notre domaine spectral (400 nm à 1000 nm), la plage spectrale associée aux pics en  $2\lambda_0$  correspond à la gamme 800 nm - 2000 nm, que l'on peut restreindre à 800 nm - 1300 nm, si l'on tient compte de la sensibilité spectrale de notre détecteur. De la même manière, celle associée aux pics en  $\lambda_0/2$  correspond à la gamme 200 nm - 500 nm, que l'on peut restreindre à la gamme 350 nm - 500 nm si l'on tient à nouveau compte du filtrage lié au détecteur.

La transmission spectrale des filtres trieurs d'ordre que nous avons sélectionnés est représentée à la Figure 3.9. Il s'agit d'un filtre passe-bas (FESH0700, en bleu sur le graphe) et d'un filtre passe-haut (FELH0600, en rouge sur le graphe). Ils seront placés en sortie du filtre accordable et montés dans un dispositif bistable permettant de choisir lequel est inséré sur le faisceau lumineux. Lorsque la longueur d'onde  $\lambda_0$  de mesure sera inférieure à 650 nm, on utilisera le filtre passe bas, et dans le cas contraire, le filtre passe haut sera mis en place. Cette méthode nous permet de supprimer de manière relativement simple la totalité des pics parasites, quelle que soit leur origine.



 $\label{eq:FIGURE 3.9-Transmission des filtres trieurs d'ordre utilisés pour la suppression des pics parasites introduits par le filtre accordable$ 

## 3.3.3 Collimateurs à miroirs et fibres optiques de liaison

Dans un montage comme le notre, l'utilisation de fibres optiques présente le double avantage de limiter les sources de lumière parasite et de simplifier la gestion des interfaces optiques entre partie fixe et partie mobile. Nous avons donc choisi d'utiliser des fibres optiques pour déporter le sous-ensemble d'éclairage et le sous-ensemble de détection. Seuls 2 collimateurs resteront sur la table optique, le collimateur d'éclairage (TRC), situé en position fixe, et le collimateur de reprise (RRC), placé sur un bras tournant. Ceci permet de dégager au maximum la zone de mesure tout en l'isolant optiquement du reste du montage, mais soulève deux questions critiques qui sont le choix des **fibres** et celui des **systèmes optiques** chargés de l'injection de la lumière dans ces fibres ou de la collimation du flux lumineux en sortie de celles-ci.

Le faisceau lumineux délivré par le sous-ensemble d'éclairage étant un faisceau gaussien monomode d'environ 1 mm de *waist*, il est nécessaire d'utiliser un premier système optique (noté ORC) pour le focaliser dans une fibre (notée FOL1) dont le diamètre de cœur doit permettre de disposer de tolérances d'alignement aisément accessibles, compatibles avec les stabilités de pointé du faisceau d'éclairage, tout en conservant à celui-ci une étendue géométrique aussi faible que possible. Cette fibre sera ensuite reliée au collimateur d'éclairage TRC évoqué plus haut et la lumière transmise, réfléchie ou diffusée par l'échantillon sera récupérée par le système optique de réception RRC au foyer duquel sera placée l'extrémité d'une seconde fibre optique (notée FOL2), dont la sortie sera raccordée à l'interface optique du sous-ensemble de détection.

Les trois systèmes optiques utilisés (ORC, TRC et RRC) doivent être exempts d'aberrations géométriques et présenter un fonctionnement achromatique sur l'ensemble de la gamme spectrale d'intérêt [400 nm - 1000 nm]. Pour couvrir une plage spectrale d'une telle largeur, il est indispensable d'avoir recours à des systèmes optiques de type catoptrique (c'est-à-dire n'utilisant que des miroirs). Il est en effet difficile, sauf à se tourner vers des objectifs de microscope de coût très élevé, de trouver des systèmes optiques présentant à la fois, sur une telle plage de longueurs d'onde, une ouverture numérique comparable à celle de fibres optiques standard (soit de l'ordre de 0,22), une qualité optique satisfaisante, une transmission élevée (en pratique supérieure ou égale à 80%) et un faible chromatisme axial.

Les collimateurs réflectifs que nous avons retenus sont fabriqués par la société THOR-LABS et commercialisés sous la référence générique RCxxSMA-P01 et RCxxFC-P01, les initiales RC correspondant à *Reflective Collimator*, les initiales SMA ou FC au type de connexion à fibre utilisée et la lettre P à celle du traitement réfléchissant apposé sur les miroirs, à savoir une argenture protégée. Le mot numérique désigné par la notation xx peut prendre pour valeur 02, 04, 08 ou 12 en fonction de celle du diamètre du faisceau collimaté exprimé en millimètres et que délivre le composant lorsqu'il est utilisé avec une fibre optique d'ouverture numérique 0,13. Une photographie du collimateur à miroir de référence RC12SMA-P01 est placée pour illustration à la partie gauche de la Figure 3.10.

Sur la partie droite de cette même Figure 3.10, nous avons placé un schéma de principe du fonctionnement de ce collimateur : il utilise un miroir parabolique hors d'axe dont le foyer se trouve positionné dans le plan d'accostage du connecteur à fibre employé.

La dépendance spectrale du coefficient de réflexion du traitement argent protégé apposé sur le miroir parabolique est donnée à la Figure 3.11, pour une incidence de 45° (moyenne des coefficients de réflexion des deux états de polarisation TE et TM).

La technologie étant choisie, il reste maintenant à définir précisément chaque type de collimateur et de fibre optique utilisés.



FIGURE 3.10 – Collimateur à miroir THORLABS RC12SMA-P01



FIGURE 3.11 – Dépendance spectrale du coefficient de réflexion du miroir parabolique à argenture protégée

#### 3.3.3.1 Collimateur de couplage ORC et fibre de liaison FOL1

Pour choisir le type de collimateur utilisé pour focaliser le flux lumineux filtré dans la fibre optique de liaison FOL1, nous devons évidemment prendre en compte les caractéristiques de cette fibre, mais également les exigences photométriques associées au transport du flux lumineux entre le sous-ensemble d'éclairage et celui chargé de l'illumination de l'échantillon sous un angle d'incidence fixe.

La Table 3.1 regroupe les caractéristiques utiles des montages que l'on est susceptible de créer à l'aide des 4 variantes disponibles de collimateurs fibrés à miroirs.

Collimateur	$F_c$ (mm)	$egin{array}{c} m{D}_{m{u}} \ (mm) \end{array}$	$ON_c$	$oldsymbol{D}_{oldsymbol{w}}$ $(\mu m)$	${ m sin} heta_c$
RC02SMA-P01	7	7,5	0,47	9	0,13
RC04SMA-P01	15	11	0,34	20	0,06
RC08SMA-P01	33	11	$0,\!16$	43	0,03
RC12SMA-P01	$50,\!8$	22	0,21	66	0,02

 TABLE 3.1 – Dimensionnement Collimateur réflectif de couplage ORC

La quantité  $F_c$  désigne la distance focale (*Effective Focal Length*) du miroir parabolique,  $D_u$  le diamètre utile de sa pupille (*Clear Aperture*) et l'acronyme  $ON_c$  son ouverture numérique, calculée à l'aide de la relation générique :

$$ON_c = \sin(\arctan\left[\frac{D_u}{2F_c}\right]) \tag{3.11}$$

Le terme  $D_w$  désigne le diamètre du disque encerclant 99,9% de la puissance focalisée au foyer du collimateur. Sa valeur découle directement de la nature gaussienne des faisceaux et peut être calculée à l'aide de la relation suivante :

$$D_w = \sqrt{6\ln 10} F_c \theta \tag{3.12}$$

où  $\theta$  désigne la divergence du faisceau émergeant du filtre accordable (0,35 mrad). De la même manière, l'ouverture numérique sin  $\theta_c$  du faisceau convergent au foyer du miroir parabolique est définie par la relation approchée suivante :

$$\sin \theta_c \approx \frac{w_0(\lambda)}{F_c} = \frac{\lambda}{\pi \theta F_c} \tag{3.13}$$

Les valeurs figurant dans la Table 3.1 correspondent au cas pire, soit  $\lambda = 1000$  nm.

De manière à maximiser la luminance au niveau de l'échantillon, nous avons intérêt à utiliser une fibre susceptible de conserver au niveau de sa sortie une ouverture numérique comparable à celle du faisceau utilisé à l'injection, c'est-à-dire présentant une faible dégradation du nombre d'ouverture à la propagation (FRD, pour *Focal Ratio Degradation*). D'après nos analyses, deux types de fibre présentent ce type de propriété, à savoir :

- les fibres fabriquées par la société POLYMICRO TECHNOLOGIES et distribuées par la société MOLEX sous la référence FBP,
- les fibres à cœur carré fabriquées par la société CERAMOPTEC et distribuées par cette même société sous la référence générique Optran NCC UV/WF (NCC, Non Circular Core).

Un bon compromis semblerait donc ici atteint par l'association entre un collimateur réflectif THORLABS de référence **RC04SMA-P01** et une fibre de faible diamètre de cœur, pouvant être choisie parmi l'une de ces références :

- 1. MOLEX/POLYMICRO TECHNOLOGIES FBP050070085 (cœur circulaire de 50  $\mu$ m de diamètre et 0,22 d'ouverture numérique),
- 2. CERAMOPTEC SQ-WF 70x70/115 N (cœur carré de 70  $\mu{\rm m}$  de côté et 0,22 d'ouverture numérique).

Ces fibres sont caractérisées l'une et l'autre par un cœur de silice présentant une faible teneur en radicaux hydroxyles (*Low-OH*). La variation spectrale de leur atténuation linéïque  $\alpha(\lambda)$  est donc similaire à celle présentée à la Figure 3.12. Cette atténuation n'excède donc pas 40 dB/km, ce qui garantit des transmissions supérieures à 95% sur quelques mètres et montre que la longueur de ces fibres ne constitue par un paramètre dimensionnant dans le cas de notre montage.



FIGURE 3.12 – Dépendance spectrale de l'atténuation linéïque d'une fibre optique de silice Low-OH

#### 3.3.3.2 Collimateur d'émission TRC

Des contraintes liées à la définition mécanique du banc et à l'encombrement des pièces qui le constituent nous imposent une distance typique de 700 mm entre la pupille de sortie des systèmes optiques utilisés et la surface de l'échantillon. Par ailleurs, pour tous les dimensionnements qui vont suivre, nous nous placerons dans le cas pire où l'ouverture numérique du faisceau émergeant de la fibre FOL1 est égale à celle de cette fibre (soit 0,22), et non à celle définie par son FRD et par l'ouverture numérique du faisceau utilisé à l'injection.

Nous avons placé à la Figure 3.13 une représentation schématique de la propagation des faisceaux lumineux entre la face de sortie de la fibre FOL1 et le plan de l'échantillon.



 $\label{eq:FIGURE 3.13} \mbox{--} Représentation schématique de la propagation des faisceaux lumineux} \\ entre la face de sortie de la fibre FOL1 et le plan de l'échantillon$ 

On constate que l'image du champ lointain de la fibre se trouve située dans le plan focal image du collimateur et que la répartition d'éclairement à la surface de l'échantillon est constituée d'une image agrandie de l'extrémité de la fibre à chaque point de laquelle est associé un disque à éclairement quasi uniforme de diamètre  $D_{\rm FF}$  défini par :

$$D_{\rm FF} \sim 2F_c \sin\theta \tag{3.14}$$

La dimension transverse caractéristique de l'image agrandie de l'extrémité de la fibre est quant à elle donnée par :

$$D_{\rm NF} = 2a \frac{d}{F_c} \tag{3.15}$$

où 2*a* désigne ici soit le diamètre de la fibre à cœur circulaire (50  $\mu$ m), soit la diagonale de la fibre à cœur carré (100  $\mu$ m).

La valeur critique de la focale pour laquelle ces deux diamètres caractéristiques sont identiques est définie par la relation :

$$F_0 = \sqrt{\frac{ad}{\sin\theta}} \tag{3.16}$$

soit environ 13 mm pour la fibre SQ à cœur carré et 9 mm pour la fibre CC à cœur circulaire. Si la valeur de la focale est grande devant cette valeur critique, le profil d'éclairement reçu par l'échantillon sera similaire à celui du champ lointain de la fibre, tandis qu'il ressemblera à son champ proche dans le cas contraire. Dans tous les cas, on pourra considérer que la dimension caractéristique D de la zone éclairée est définie en première approximation par :

$$D = \sqrt{D_{\rm FF}^2 + D_{\rm NF}^2} \tag{3.17}$$

Les variations de cette quantité en fonction du choix de la fibre FOL1 et de celui du collimateur d'émission TRC sont regroupées dans la table 3.2.

Collimateur	$F_c (\mathrm{mm})$	$D_{\rm fibre\ CC}\ (\rm mm)$	$D_{\rm fibre \ SQ} \ (\rm mm)$
RC02SMA-P01	7	$5,\!9$	10,5
RC04SMA-P01	15	7,0	8,1
RC08SMA-P01	33	$14,\! 6$	14,7
RC12SMA-P01	50,8	22,4	22,4

 $\label{eq:table_$ 

On pourrait être tenté de sélectionner un collimateur de courte focale de manière à reproduire le champ proche de la fibre et à disposer ainsi d'une répartition d'éclairage la plus homogène possible au niveau de l'échantillon. Toutefois d'autres éléments doivent être pris en compte au moment de ce choix. Il s'agit de la dimension effective de la zone éclairée et de la sélectivité angulaire de notre montage.

Les échantillons que nous utilisons le plus souvent lors de nos mesures de diffusion sont des lames circulaires de 25 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur. Il est donc souhaitable que la dimension transverse de la zone éclairée que nous venons d'évaluer avec ce modèle simplifié ne dépasse pas la moitié de ce diamètre nominal de 25 mm. Cela nous conduit à écarter le collimateur RC12, mais également RC08, surtout si l'on tient compte dans ce dernier cas de la faible valeur de son ouverture numérique (0,16 - cf. Table 3.1).

La sélectivité angulaire de notre montage dépend bien évidemment des caractéristiques combinées des collimateurs d'émission et de réception. Il est donc encore un peu tôt pour conclure sur ce point, mais un premier élément d'analyse est évidemment constitué par la divergence intrinsèque du faisceau d'éclairage, qui varie entre  $0,2^{\circ}$  pour l'association Fibre CC/Collimateur RC04 et  $0,8^{\circ}$  pour l'association Fibre SQ/Collimateur RC02.

Comme la dimension de la zone éclairée n'a pas d'impact sur le bilan global de flux à partir du moment où le système optique de reprise n'introduit aucune diaphragmation de champ, nous sélectionnerons donc le collimateur qui apporte la plus faible divergence angulaire et utiliserons la remarque précédente comme guide lors du choix du collimateur de réception.

#### 3.3.3.3 Collimateur de réception RRC et fibre de liaison FOL2

Le plus simple ici consiste à utiliser comme système optique de réception le même collimateur à miroir que celui utilisé en émission (RC04SMA-P01), en plaçant à son foyer une fibre de même ouverture numérique que celle utilisée en émission et dont les dimensions transverses du cœur sont supérieures à celles de cette même fibre.

Au cours de nos expériences, 3 types de fibre ont été utilisés comme liaison FOL2, à savoir :

- 1. CERAMOPTEC SQ-WF 70x70/115 N (cœur carré de 70  $\mu{\rm m}$  de côté et 0,22 d'ouverture numérique),
- 2. CERAMOPTEC SQ-WF 140x140/115 N (cœur carré de 140  $\mu{\rm m}$  de côté et 0,22 d'ouverture numérique),
- 3. THORLABS FG200LEA (cœur circulaire de 200  $\mu {\rm m}$  de diamètre et 0,22 d'ouverture numérique).

Dans tous les cas, la sélectivité angulaire de notre montage peut être évaluée en première approximation à l'aide de la relation :

$$\delta\theta = \frac{a_1 + a_2}{F_c} \tag{3.18}$$

soit par exemple  $0.8^\circ$  dans le cas de l'association entre une fibre SQ-WF 70x70 en émission et et une fibre SQ-WF 140x140 en réception.

## 3.4 Montage SALSA 1

## 3.4.1 Présentation générale

Maintenant que sont définis les 4 sous-ensembles clés de notre montage (réception, éclairage, systèmes optiques et fibres de liaison), nous pouvons présenter un schéma global de celui-ci dans une structure qui correspond en fait à sa première variante de réalisation et que nous désignerons sous l'appellation SALSA 1. Nous verrons en effet que des problèmes de diaphotie spectrale nous conduiront à en développer une seconde (SALSA 2).

On retrouve donc dans le schéma de la Figure 3.14 les éléments constitutifs du sousensemble d'éclairage (source laser à supercontinuum NKT EXB-6, Filtre accordable LLTF, Filtre trieur d'ordre OSD) ainsi que ceux du sous-ensemble de détection (Interface optique de détection FOC, Caméra scientifique faible bruit PIXIS 1024B).

On voit également apparaitre sur ce schéma les différents collimateurs à miroir définis au paragraphe 3.3.3 (ORC, TRC, RRC), le dernier étant monté sur un bras mobile en rotation, ainsi que les fibres optiques qui les relient (FOL1, FOL2).



FIGURE 3.14 – Schéma du montage SALSA 1

NKT EXB-6 : Laser à supercontinum ; LLTF : Filtre accordable ; OSD : Filtres trieurs d'ordre commutables ; SH : Obturateur externe ; BS : Cube séparateur ; OD\_R : Densité voie Référence ; RC\_R, ORC, TRC, RRC : Collimateurs à miroir ; FOL\_R : Fibre optique de liaison voie Référence ; FEMTO OE-200-SI : Photorécepteur à gain ajustable ; ODF1, ODF2 : Densités commutables ; ODFW : Roue à densités ; FOL1, FOL2 : Fibres optiques de liaison voie Mesure ; TFF : Échantillon ; MRS : Platine de rotation motorisée ; FOC : Interface optique de détection ; PIXIS 1024B : caméra CCD



FIGURE 3.15 – Vue 3D du banc optique

La Figure 3.15 présente en outre une vue 3D du banc optique sur lequel n'apparaissent pas le sous-ensemble d'éclairage (localisé sous le marbre optique) et le sous -ensemble de détection (situé sur ce marbre optique, mais non représenté).

On remarquera sur cette vue 3D que les collimateurs d'émission TRC et de réception RRC sont munis de baffles coniques de couleur noire, afin de réduire encore l'influence possible de la lumière parasite (cf. Figure 3.16).



FIGURE 3.16 – Représentation 3D du système de réception incluant le collimateur, le baffle et les platines de positionnement associés  $(X, Z, \theta, \phi)$ 

On notera enfin qu'apparaissent sur le schéma de la Figure 3.14 des éléments dont les fonctions n'ont pas encore été définies. Il s'agit de la **voie Référence** (BS, OD\_R, RC\_R, FOL\_R, FEMTO OE-200-SI, du **jeu de densités optiques** commutables (ODF1, ODF2, ODFW) et de l'**obturateur externe** SH.

#### 3.4.2 Présentation détaillée

#### 3.4.2.1 Voie Référence

Les lasers à supercontinuum sont des sources aux performances inégalables en terme de densité spectrale de puissance, mais elles ne présentent pas des stabilités comparables à celles d'une lampe à halogène. Ce sont en effet des sources pulsées (durée d'impulsion de l'ordre de 5 ps) fonctionnant à de fortes cadences de répétition (dans notre cas, 40 MHz). En outre, comme indiqué au paragraphe 3.2, elles font appel à des processus non linéaires qui sont susceptibles d'amplifier les fluctuations de puissance du laser de pompe.

On notera par ailleurs que se rajoutent à ces fluctuations d'intensité enregistrées à une longueur d'onde fixe les variations importantes de puissance émise à l'intérieur du domaine spectral de fonctionnement, comme présenté au paragraphe 3.3.2.1.

il est donc nécessaire d'avoir une mesure en temps réel des variations du niveau de signal lumineux envoyé sur l'échantillon. Pour ce faire, on prélève, via un cube séparateur (BS), 10 % du flux lumineux disponible en sortie du filtre trieur d'ordre et après lui avoir fait traverser une densité optique de faible valeur (OD\_R), on le focalise sur l'entrée d'une fibre optique toute silice de 50  $\mu$ m de diamètre de cœur à l'aide d'un collimateur à miroir identique à celui utilisé sur la voie de mesure (RC04SMA-P01). La sortie de cette fibre optique est directement raccordé à une embase FC solidaire d'un photorécepteur de grande qualité (c'est-à-dire caractérisé par un faible bruit et une grande linéarité) et de grande dynamique (de manière à pouvoir s'adapter aisément aux variations du flux mesuré). Le photorécepteur que nous avons sélectionné est proposé par la société allemande FEMTO sous la référence OE-200-SI. Il est construit autour d'une photodiode au silicium de 1,2 mm de diamètre, fonctionnant en régime photoconducteur (sensibilité 0,6 A/W @ 850 nm). Son courant d'obscurité est de l'ordre de 2 pA et sa sortie en courant est couplée à un amplificateur de transimpédance dont le gain peut être ajusté à l'aide de commandes TTL entre  $10^3$  et  $10^{11}$  V/W. La précision du gain est meilleure que le pour cent pour tous les calibres et la fréquence de coupure du photorécepteur est supérieure à 50 kHz pour toutes les valeurs de gain utilisées.



FIGURE 3.17 – Dépendance spectrale de la sensibilité de la photodiode utilisée dans la voie Référence



FIGURE 3.18 – Dépendance spectrale de la tension délivrée par le photorécepteur de la voie Référence

La dépendance spectrale de la sensibilité de la photodiode est présentée à la Figure 3.17, tandis que celle correspondant à la tension enregistrée en sortie du photorécepteur est donnée par la Figure 3.18.

La tension de sortie du photorécepteur étant limitée à 10 Volts (au-delà, l'amplificateur de transimpédance sature), on est conduit à vérifier, à chaque mesure, que le signal utile est bien compris entre 0,9 Volts et 9 Volts et à ajuster la valeur du gain, à la hausse (signal inférieur à 0,9 Volts) ou à la baisse (Signal supérieur à 9 Volts), si ce n'est pas le cas.

#### 3.4.2.2 Jeu de densités optiques

La dynamique recherchée pour notre montage est d'au moins 11 décades, comme indiqué au paragraphe 3.1. Or celle de la caméra PIXIS 1024B, malgré ses grandes performances, est limitée à environ 5 décades. Pour avoir accès à plus de 6 décades supplémentaires, nous avons choisi d'insérer sur le trajet du faisceau lumineux correspondant à la voie de mesure un jeu de densités optiques réparties en 3 étages disposés en série, chaque étage pouvant être configuré de manière indépendante.

Les deux premiers étages (ODF1 et ODF2) sont constitués chacun par une densité optique de 3, montée dans un ensemble mécanique bistable similaire à celui utilisé au niveau des filtres trieurs d'ordre (suivant l'état de la commande, la densité est insérée ou non dans le faisceau). Le troisième étage est construit autour d'une roue motorisée à temps de commutation rapide comprenant 6 logements dont 3 sont équipés avec des densités optiques respectivement égales à 1, 2 et 3 et un quatrième laissé vide (densité 0). L'utilisation conjointe de ces trois systèmes disposés en série permet d'insérer sur le faisceau de mesure une densité optique équivalente choisie arbitrairement entre 0 et 9 par pas de 1. Ceci permet également d'éviter le recours à des densités optiques de valeurs supérieures ou égales à 4, dont il est difficile de réaliser une caractérisation précise sur un aussi large domaine spectral.



FIGURE 3.19 – Dépendance spectrale de la transmission des 5 densités optiques utilisées

Toutes ces densités optiques sont fabriquées par dépôt sur une lame de verre d'un traitement absorbant de type métal/diélectrique et la dépendance spectrale de leurs transmissions a été mesurée à l'aide du spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050 dont est doté l'Institut FRESNEL. Les résultats obtenus sont donnés Figure 3.19 et seront utilisés pour corriger le résultat de la mesure du flux transmis par l'échantillon.

#### 3.4.2.3 Obturateur externe

Cet obturateur électromécanique est proposé par la société THORLABS sous la référence SH1. Il utilise la rotation rapide d'un volet pour obturer en quelques millisecondes une ouverture circulaire de 25 mm de diamètre.

Les caractéristiques temporelles comparées de la tension de pilotage et de la réponse de cet obturateur sont définies par la Table 3.3 et la Figure 3.20.

Symbole	Définition	Valeur
TI	Délai entre application de la tension de pilotage et début de	$8 \mathrm{ms}$
	l'ouverture de l'obturateur	
ТО	Temps mis par l'obturateur pour passer de 20 $\%$ à 80 $\%$ d'ou-	3  ms
	verture	
TD/R	Délai entre suppression de la tension de pilotage et début de	13  ms
	la fermeture de l'obturateur	
TC	Temps mis par l'obturateur pour passer de $80\%$ à $20\%$ d'ou-	4 ms
	verture	
MOP	Durée minimale de l'impulsion de tension de pilotage	10  ms
MSOP	Durée minimale d'ouverture de l'obturateur lorsque celui-ci	$27 \mathrm{ms}$
	est activée par une impulsion de durée MOP	

 ${\rm TABLE} \ 3.3 - {\rm Caract{\'e}ristiques temporelles de fonctionnement de l'obturateur}$ 



FIGURE 3.20 – Chronogramme du fonctionnement de l'obturateur

En pratique, les durées d'ouverture de cet obturateur électromécanique seront comprises entre 40 ms et 600 s.

#### 3.4.3 Principe général de fonctionnement

#### 3.4.3.1 Description synthétique de l'instrument

Le sous-ensemble d'éclairage défini précédemment nous permet donc de disposer d'un flux collimaté de haute luminance, de faible largeur spectrale (2 nm) et dont la longueur d'onde centrale  $\lambda$  peut être continument ajustée entre 400 nm et 1000 nm. Une faible partie de ce flux (10%) est prélevée par un cube séparateur non polarisant et envoyée vers un photorécepteur de manière à rendre possible une mesure de la puissance instantanée émise par cette source accordable. Ceci constitue la voie de référence de notre montage. La partie restante  $[P(\lambda)]$  de ce flux lumineux quasi monochromatique traverse un jeu de densités commutables OD dont la valeur effective peut être choisie entre 0 et 9 par calibre de 1.

Le flux ainsi préparé  $[10^{-\text{OD}(\lambda)}P(\lambda)]$  est alors couplé dans une fibre optique de faible diamètre de cœur dont l'extrémité est placée au foyer d'un collimateur à miroir qui délivre un flux collimaté de faible divergence dont la direction définit l'origine des angles dans le repère du laboratoire. Ce flux éclaire l'échantillon dont on souhaite caractériser les propriétés spectrales de transmission  $[T(\lambda)]$ , de réflexion  $[R(\lambda)]$  ou de diffusion  $[\text{ARS}(\theta, \lambda)]$ . L'orientation angulaire  $\theta_0$  de la normale à cet échantillon peut être réglée entre 0° (incidence normale) et 90° (incidence rasante), la valeur la plus couramment utilisée étant égale à 5°.



FIGURE 3.21 – Diffusometre spectralement et angulairement résolu (SALSA 1) installé en salle blanche classe ISO 6 de l'Espace Photonique



FIGURE 3.22 – Bloc Source en configurations ouverte (à gauche) et fermée (à droite)

Un système optique de réception associant un collimateur à miroir et une fibre optique est monté sur un bras tournant motorisé dont la position angulaire  $\theta$  peut être continument ajustée entre 0° et 215° par pas de 0,01°. Cet ensemble permet donc de récupérer le flux diffusé par l'échantillon dans le plan d'incidence sous l'angle  $\theta_d = \theta - \theta_0$ . On notera à ce stade que ce collimateur de reprise pourra être positionné avec grande précision sur l'axe des faisceaux réfléchi et transmis et permettre ainsi une mesure des coefficients de réflexion ( $\theta = 2\theta_0$ ) et de transmission ( $\theta = 180^\circ$ ) spéculaires en complément de la mesure de diffusion. Le flux récupéré par ce système optique de réception est enfin envoyé vers le sous-ensemble de détection précédemment décrit.

L'ensemble de cet instrument est placé dans la salle blanche classe ISO 6 de l'Espace Photonique depuis l'ouverture de celui-ci début 2015. L'ensemble des appareils constitutifs du Bloc Source (Sous-ensemble d'éclairage, Obturateur, Voie Référence, Jeu de densités commutables, Collimateur de couplage) ont été déportés sous le marbre optique (cf. photo Figure 3.22, afin que sur ce dernier ne soit présent que le cœur du diffusomètre constitué du collimateur d'éclairage, de la potence et du porte-échantillon associé, de la platine de rotation et du bras mobile support du collimateur de reprise ainsi que de la caméra CCD (cf. photo Figure 3.21).

#### 3.4.3.2 Fonctionnement de la voie Mesure

Nous avons vu précédemment que la détection été faite par une matrice CCD sur laquelle on image la face de sortie de la fibre ayant collecté le signal diffusé. Le nombre de photo-électrons accumulés dans le puits associé à chaque pixel de l'image durant le temps d'intégration  $\tau_c$  de la caméra comprend :

- une partie Signal directement proportionnelle au nombre de photons reçus par ce pixel pendant ce temps d'intégration  $\tau_c$ ,
- une partie *Bruit* correspondant au courant d'obscurité du pixel considéré.

Le signal numérique associé aux pixels de la matrice CCD situés loin de l'image de la fibre ne comprend donc *a priori* que la composante de bruit, à laquelle vient s'ajouter une valeur aléatoire, positive ou négative, générée par les processus de lecture et de numérisation. Nous avons déjà indiqué au paragraphe 3.3.1.1 que le courant d'obscurité de la caméra CCD était ici négligeable. De manière à garantir une numérisation fidèle de ces niveaux de bruit, le système de numérisation de la caméra rajoute une tension d'offset constante, correspondant à environ 700 LSB (*Least Significant Bit*), à l'ensemble des signaux numérisés. Il est donc nécessaire de retirer la totalité de cette contribution pour accéder à la partie *Signal*.

Nous avons placé à la Figure 3.23 une représentation en fausses couleurs du signal numérisé délivré par la caméra CCD lorsque la fibre de réception est une fibre à cœur carré de 140  $\mu$ m de côté. On reconnait clairement au centre l'image de l'extrémité de la fibre, la couleur orange de codage correspondant approximativement à 40 000 niveaux. On rappelle que le signal est ici numérisé sur 16 bits, soit 65 536 niveaux. Sur cette même Figure 3.23, nous avons fait apparaitre, en blanc, centré sur l'image de la fibre, un carré de 400 pixels de côté à l'intérieur duquel se trouve inscrit un cercle de même diamètre.

Pour retirer au résultat de la mesure le niveau numérisé délivré par la caméra en l'absence de signal, on commence par calculer la valeur moyenne des valeurs enregistrées dans la zone de couleur blanche apparaissant à la Figure 3.23. Puis on soustrait le résultat obtenu aux valeurs de l'ensemble des pixels situés dans le cercle central, avant d'en faire la somme. On peut noter ici que le disque sur lequel cette somme est calculé a été choisi suffisamment large pour être certain de prendre en compte l'intégralité des pixels éclairés, tout en restant insensible aux changements de diamètre de coeur de la fibre ou à de légères défocalisations de l'image de celui-ci, tels que ceux que pourraient induire le chromatisme axial de l'interface optique de détection ou des modifications de la température ambiante.

La valeur  $S_m$  ainsi obtenue est proportionnelle au nombre des photons collectés par le collimateur de reprise pendant le temps d'intégration de la caméra, qui est ici défini par le temps d'ouverture  $\tau_c$  de son système d'obturation (valeur minimale 50 ms). Or, la caméra PIXIS 1024B est doté d'un obturateur mécanique qui présente un temps d'ouverture et de fermeture de 15 ms, temps pendant lesquels l'exposition sur la caméra n'est pas


FIGURE 3.23 – Image numérisée enregistrée par la caméra CCD, avec visualisation, en blanc, de la zone utilisée pour le calcul de la réponse de cette caméra en l'absence de signal

uniforme, à cause de la cinématique de passage du volet de fermeture devant la matrice de photodiodes. Or ceci met en péril la qualité de la mesure de la puissance effective délivrée par le sous-ensemble d'éclairage à laquelle est dédiée la voie de référence.

C'est pour remédier à ce problème que nous avons mis en place l'obturateur externe SH en amont du cube séparateur BS, de manière à rendre possible une **synchronisation passive** des acquisitions faites par les voies mesure et référence. Bien évidemment, cela va supposer que le créneau d'ouverture de l'obturateur interne de la caméra englobe complètement celui d'ouverture de cet obturateur externe. De manière annexe, cela permettra d'abaisser le temps de pose minimal à 27 ms, qui est la valeur limite fixée par les performances de cet obturateur externe.

## 3.4.3.3 Fonctionnement de la voie Référence

La tension analogique délivrée par le photorécepteur de la voie de référence est numérisée sur 15 bits signés à l'aide d'un module d'acquisition NATIONAL INSTRUMENTS USB-6211 cadencé à 200 kHz.

Le chronogramme général d'une acquisition placé à la Figure 3.24 permet de comprendre comment est déclenchée et arrêtée l'acquisition de ce signal de référence.

A réception d'une demande d'acquisition, le PC chargé du pilotage de l'instrument et du pré-traitement des données acquises envoie à la caméra un ordre d'ouverture de son obturateur interne. Cette caméra dispose d'une sortie analogique qui renseigne sur l'état de cet obturateur. Le front montant (Ouverture OI) de cette sortie analogique est alors



FIGURE3.24 – Chronogramme d'une acquisition élémentaire réalisée par l'instrument SALSA

utilisé pour déclencher, avec un temps de réaction de 6 ms, la numérisation de la tension délivrée par le photorécepteur de la voie de référence, puis 100 ms plus tard, l'ouverture de l'obturateur externe pour une durée  $\tau$ . Au bout du temps  $\tau$ , l'obturateur externe se ferme (Fermeture SH), la numérisation de la tension du photorécepteur étant continuée jusqu'à détection du front descendant de la sortie analogique de la caméra (Fermeture OI). Cette fermeture fait suite à un ordre envoyé à la caméra par le PC de contrôle environ 100 ms après celle de l'obturateur externe.

On notera à ce stade que l'utilisation d'un obturateur externe change radicalement la logique du processus de mesure puisque c'est désormais la voie d'éclairage qui est active pendant le temps  $\tau$  alors que le temps d'activation de la voie de détection n'est absolument plus critique.

La Figure 3.25 représente l'allure temporelle du signal enregistré par la voie Référence en accord avec ce chronogramme lorsque la durée d'ouverture  $\tau$  de l'obturateur externe est fixée à 180 ms.



FIGURE 3.25 – Évolution temporelle du signal de la voie de référence lorsque la durée d'ouverture  $\tau$  de l'obturateur externe est égale à 180 ms

Les parties de ce signal enregistrées lorsque l'obturateur externe est fermé sont représentatives de la réponse du photorécepteur en l'absence de flux lumineux. On utilise donc les 20 premières et les 20 dernières millisecondes de cet enregistrement pour calculer la valeur moyenne du courant d'obscurité du photorécepteur. Cette valeur est ensuite soustraite à l'ensemble des données numérisées, avant d'en faire la somme.

Les similitudes qui apparaissent entre le traitement des données de cette voie de référence et celui réalisé sur la voie de mesure ne sont pas fortuites, elles sont voulues. Dans le cas de la voie mesure, le processus d'intégration analogique du flux reçu est temporel, tandis que les processus de soustraction du bruit et de calcul du signal global sont de nature spatiale. A l'inverse, dans le cas de la voie référence, le processus d'intégration analogique du flux reçu est spatial, tandis que les processus de soustraction du bruit et de calcul du signal global sont de nature temporelle. De ce fait, les résultats numériques associés à la mesure de ces deux voies correspondent aux intégrales temporelle et spatiale des flux qu'elles reçoivent pendant toute la durée d'une acquisition. Leur rapport ne dépend donc pas du temps  $\tau$  d'ouverture de l'obturateur externe et est même indépendant du profil temporel exact associé à son ouverture et à sa fermeture. C'est la raison pour laquelle nous avions utilisé le terme de **synchronisation passive** pour qualifier le processus de mesure associé à l'utilisation de cet obturateur externe.

### 3.4.3.4 Asservissement de niveau et gestion de la dynamique

Le signal de mesure  $S_M(\lambda)$  obtenu à l'issue d'une acquisition réalisée à la longueur d'onde  $\lambda$  a donc pour expression générale :

$$S_M(\lambda) = K_M(\lambda)\tau 10^{-\text{OD}(\lambda)}R(\lambda)P(\lambda)$$
(3.19)

où  $K_M(\lambda)$  désigne un coefficient de proportionnalité caractéristique de la voie Mesure,  $R(\lambda)$  la réponse en transmission, réflexion ou diffusion de l'échantillon et  $10^{-\text{OD}(\lambda)}P(\lambda)$ la puissance utile disponible en sortie du sous-ensemble d'éclairage après traversée du jeu de densités ajustables. De la même manière, le signal de référence  $S_R(\lambda)$  est décrit par la relation suivante :

$$S_R(\lambda) = K_R(\lambda)\tau P(\lambda) \tag{3.20}$$

Le résultat d'une mesure est obtenu en formant le rapport entre ces deux quantités, soit :

$$\frac{S_M(\lambda)}{S_R(\lambda)} = \frac{K_M(\lambda)}{K_R(\lambda)} \, 10^{-\text{OD}(\lambda)} \cdot R(\lambda) \tag{3.21}$$

Pour accéder au paramètre d'intérêt  $R(\lambda)$ , il faut connaitre la valeur effective de la densité optique utilisée (les mesures présentées à la Figure 3.19 nous y donnent accès), mais aussi le rapport entre les coefficients de proportionnalité  $K_M$  et  $K_R$ . Ceci sera l'objet des opérations de calibration sur lesquelles nous serons conduits à revenir.

Comme annoncé, ce résultat est indépendant du temps d'ouverture  $\tau$  de l'obturateur externe. A quoi va donc réellement servir ce paramètre? Il va en fait nous permettre d'ajuster de manière fine le niveau de flux enregistré par chaque pixel de la caméra, le changement d'une densité ne permettant de le faire que par calibres de 10. Nous ferons donc en sorte que le nombre de photo-électrons détectés par ces pixels soit toujours le même, quelle que soit la valeur du paramètre d'intérêt  $R(\lambda)$ , ce qui augmentera la précision absolue de notre mesure, en diminuant l'influence de la non linéarité résiduelle de la caméra de détection.

Il nous reste à choisir la valeur de ce nombre de photo-électrons. Nous la prendrons égale à 70% ± 12,5% de la capacité de remplissage des puits (FWC) de la caméra PIXIS, soit environ 45 000 en terme de niveau de numérisation. Cela nous permet de maximiser le rapport signal à bruit et à faire en sorte que le bruit de mesure soit en pratique limité par le bruit quantique de la détection. Ceci aura pour conséquence quelque peu paradoxale que la mesure de faibles coefficients de transmission (en pratique de l'ordre de  $10^{-6}$ ) sera réalisée en régime de *forts flux*. Toutefois, lorsque les valeurs mesurées de transmission seront inférieures à ce seuil, il nous faudra, pour conserver des temps de mesure raisonnables, mettre à profit la dynamique intrinsèque de la caméra et renoncer à la mise en œuvre de cet asservissement de niveau.

La gestion de la dynamique mettra donc en œuvre un algorithme dédié dont l'organigramme est schématisé à la Figure 3.26. Les termes utilisés dans cet organigramme sont définis dans le tableau 3.4.

Lorsqu'on réalise la première acquisition pour une nouvelle valeur de la longueur d'onde ou d'angle, on utilise les mêmes conditions opératoires que celles définies, après optimisation, pour la valeur précédente. Si le signal S ainsi mesuré n'est pas compris entre les niveaux minimal  $S_{min}$  et maximal  $S_{max}$ , on ajuste alors la densité ou le temps d'intégration.

Le lecteur pourra être à juste titre surpris par les valeurs élevées choisies pour ces deux paramètres (respectivement  $3, 5 \times 10^7$  et  $4, 5 \times 10^7$ ), mais il faut se souvenir qu'ils tiennent compte du nombre de pixels N situés dans l'image de la fibre. Le grandissement effectif de l'interface optique de détection étant de 2,75, cela signifie que l'image d'une fibre à cœur carré de 140  $\mu$ m de côté englobe environ 875 pixels, pour lesquels on cherche à atteindre un niveau de signal numérisé d'environ 45 000/pixel, soit un signal optimal  $S_0$  de 39 375 000, arrondi ici à 40 000 000. L'application de la tolérance de 12,5% conduit aux deux valeurs mentionnées plus haut. Ces bornes de fonctionnement sont donc tributaires du type de fibre optique FOL2 utilisée.



FIGURE 3.26 – Algorithme d'optimisation du signal enregistré par la caméra CCD

Symbole	Définition	Valeur
$S_0$	Signal optimal	$4 \times 10^7$
$S_m$	Signal mesuré	
$S_{minOD}$	Signal minimal dans le cas où $OD \neq 0$	$3,5 \times 10^7$
$S_{min}$	Signal minimal dans le cas où $OD=0$	$3 \times 10^6$
$S_{max}$	Signal maximal	$4,5 \times 10^7$
$ au_i$	Durée initiale d'ouverture de l'obturateur SH	
$ au_{i+1}$	Durée d'ouverture SH mise à jour	
$ au_{min}$	Durée d'ouverture SH minimale	$0{,}04~{\rm s}$
$ au_{max}$	Durée d'ouverture SH maximale	$600 \mathrm{\ s}$
$ au_{maxOD}$	Durée d'ouverture SH maximale dans le cas où $OD \neq 0$	$2 \mathrm{s}$
$T_i$	Transmission de la densité OD initiale	
$T_{i+1}$	Transmission de la densité OD après mise à jour	

TABLE 3.4 – Definition des termes de l'organigramme	TABLE 3.4 -	Définition	des	termes	de	l'organigramme
---	-------------	------------	-----	--------	----	----------------

Enfin, afin de conserver des temps de mesure raisonnables, nous avons choisi de mettre en œuvre deux limitations additionnelles :

- si OD > 0, la durée maximale d'ouverture de l'obturateur  $\tau_{max,OD}$  est fixée à 2 s,
- si OD = 0, la durée maximale d'ouverture de l'obturateur  $\tau_{max}$  est fixée à 600 s.

Lorsque le nombre de points de mesure est particulièrement important (enregistrement des dépendances spectrale et angulaire d'une indicatrice de diffusion, par exemple), cette dernière valeur pourra être ramenée à 100 s.

## 3.4.3.5 Interface Homme/Machine

L'ensemble des informations nécessaires au pilotage de l'instrument et à la vérification de son bon fonctionnement sont regroupés dans un écran unique dont la structure est représentée par la copie d'écran placée à la Figure 3.27.



FIGURE 3.27 – Interface Homme/Machine du logiciel de pilotage et de traitement des données du diffusomètre SALSA 1

## 3.4.3.6 Choix de la cadence de numérisation

Comme on peut le voir sur le chronogramme de la Figure 3.24, le temps mis par la caméra pour effectuer la conversion numérique du signal vidéo analogique délivré par la matrice de photodiodes est susceptible d'avoir une importance non négligeable sur la durée totale de la mesure. Or, la caméra PIXIS offre le choix entre 2 cadences de numérisation, à savoir 100 kHz et 2 MHz. D'autre part, il est également possible de définir des régions d'intérêt (ROI, *region of interest*) à la surface du capteur et de ne numériser que les signaux des pixels se trouvant dans cette zone.

Pour choisir la configuration optimale, il a donc été nécessaire d'évaluer l'influence de ces deux paramètres sur la précision et sur la durée de conversion analogique/numérique du

signal. Pour ce faire, nous avons effectué une série de mesures pour différents niveaux de signal en utilisant les deux cadences possibles et deux régions d'intérêt de taille différentes (500 x 500 pixels et 1024 x 1024 pixels). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 3.28 où est tracé l'écart-type normé obtenu sur une série de mesures identiques consécutives. Cette valeur chiffre la précision de la mesure. Les durées de la conversion analogique numérique de chacune des configurations de mesure testées sont données Table 3.5.



FIGURE 3.28 – Evolution de l'écart-type normé du résultat de la mesure en fonction du niveau de signal pour différentes conditions de numérisation (Dimensions de la région d'intérêt et cadence de numérisation)

Dimensions ROI	$500\ge500$	$500\ge500$	$1024 \ge 1024$	$1024 \ge 1024$
Cadence de numérisation	$100 \mathrm{~kHz}$	2 MHz	100  kHz	2 MHz
Durée de conversion AN (s)	2,5	0,13	10	$0,\!58$

TABLE 3.5 – Évolution du temps de conversion analogique/numérique en fonction des<br/>dimensions de la zone d'intérêt et de la valeur de la cadence de numérisation

Les résultats obtenus montrent que les mesures les plus précises sont obtenues dans le cas où la zone d'intérêt correspond à la totalité de la matrice CCD et que la cadence de numérisation est fixée à 100 kHz (ROI 1024/100 kHz). En utilisant cette configuration, nous pourrions gagner environ 0.7% en termes de précision. Cependant, le temps de conversion analogique/numérique est alors de 10 s, ce qui est 5 fois supérieur à la durée maximale d'ouverture de l'obturateur SH si la densité optique est supérieure à 0. Les trois autres configurations sont, quant à elles, équivalentes en termes de durée.

Nous considère rons donc l'ensemble du capteur CCD comme région d'intérêt (ROI  $1024\times1024$ ) et les mesures seront réalisées avec une cadence de numérisation de 2 MHz.

# 3.4.4 Qualification métrologique de l'instrument SALSA 1

Cette qualification métrologique portera sur 5 paramètres principaux, à savoir la résolution angulaire, le rapport Signal à Bruit, puis la dynamique et enfin, la justesse de la mesure. L'ensemble de ses caractérisations sera réalisée en configuration de mesure de transmission (angle d'orientation du bras tournant voisin de 180°). En effet, il est relativement simple de disposer dans ce cas de données théoriques permettant d'évaluer la qualité des mesures sur l'ensemble de la dynamique de fonctionnement, ce qui est beaucoup plus compliqué dans le cas de mesures de diffusion.

### 3.4.4.1 Résolution angulaire

Pour déterminer expérimentalement cette résolution angulaire, on réalise, en l'absence de tout échantillon, un enregistrement de l'évolution du signal acquis lorsque l'angle du bras tournant parcourt la gamme comprise entre 170° et 180°, soit  $\pm$  10° autour de la référence angulaire définie par la direction du faisceau d'éclairage. La longueur d'onde de fonctionnement est prise ici égale à 633 nm et les fibres utilisées sont de type SQ 70x70 en émission et SQ 140x140 en réception. Sur une zone de  $\pm$  2° autour de l'axe du faisceau d'éclairage, le pas de mesure est de 0,1°, alors qu'il est porté à 1° en dehors de cette zone.



FIGURE 3.29 – Réponse angulaire du banc SALSA

On peut voir sur la Figure 3.29 que le faisceau est bien symétrique de part et d'autre de la position centrale et que sa largeur totale à mi-hauteur est de  $0,7^{\circ}$  (à comparer aux  $0,8^{\circ}$  prévus par l'approche théorique simplifiée présentée au paragraphe 3.3.3.3).

Cette mesure a également été utilisée pour faire des tests de **répétabilité du positionnement du bras tournant** et nous avons pu montrer que celle-ci était meilleure que 0,01° en toutes circonstances (c'est-à-dire après des déplacements d'amplitudes variées réalisés avec des pas de valeurs différentes).

Nous connaissons donc maintenant la résolution angulaire  $\delta\theta$  (0,7°, soit 0,012 radians) et la résolution spectrale  $\delta\lambda$  (2 nm) de notre diffusomètre. Or angle  $\theta$  et longueur d'onde  $\lambda$ 

sont parties prenantes du seul paramètre pertinent ici, qui est la composante tangentielle de la pulsation spatiale, c'est-à-dire la quantité  $\sigma$  définie par :

$$\sigma = \frac{2\pi}{\lambda}\sin\theta \tag{3.22}$$

Les mesures de diffusion que nous effectuerons avec le banc SALSA seront donc spontanément moyennées sur un intervalle  $\delta\sigma$  défini par :

$$\delta\sigma = \left|2\pi\sin\theta \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda^2}\right| + \left|\frac{2\pi}{\lambda}\cos\theta \cdot \delta\theta\right| = \delta\sigma_\lambda |\sin\theta| + \delta\sigma_\theta |\cos\theta| \tag{3.23}$$

avec :

$$\delta\sigma_{\lambda} = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \frac{\delta\lambda}{\lambda} \quad \text{et} \quad \delta\sigma_{\theta} = \frac{2\pi}{\lambda}\delta\theta$$

Dans l'ensemble du domaine spectral couvert par le banc SALSA (400 nm - 1000 nm), le terme lié à la divergence angulaire reste, malgré la faiblesse intrinsèque de celle-ci, prépondérant devant le terme lié à la largeur spectrale de la source. Ainsi à 600 nm,  $\delta \sigma_{\lambda}$ = 3,5 × 10<sup>-5</sup> nm<sup>-1</sup> et  $\delta \sigma_{\theta} = 1,25 \times 10^{-4}$  nm<sup>-1</sup>.

### 3.4.4.2 Rapport Signal à Bruit

Avant de présenter et de commenter les résultats de mesure relatifs à ce paramètre, il est utile d'en faire d'abord une présentation théorique qui permette de mieux saisir l'importance et l'impact des différentes sources de bruit.

### 3.4.4.2.1 Analyse théorique

**3.4.4.2.1.1 Voie Mesure** Le principe de fonctionnement de la voie Mesure décrit au paragraphe 3.4.3.2 montre que le signal  $S_M$  qu'elle délivre, après optimisation des valeurs de densité et de temps d'intégration, peut être représenté par l'expression générale suivante :

$$S_M(T) = \begin{cases} S_0 & \text{si } T \ge T_c \\ \frac{T}{T_c} S_0 & \text{si } T \le T_c \end{cases}$$
(3.24)

où  $S_0$  désigne le niveau de signal optimal défini au paragraphe 3.4.3.4, T la transmission de l'échantillon et  $T_c$  la valeur la plus faible de cette transmission pour laquelle l'asservissement de niveau reste encore possible (OD = 0 et  $\tau = \tau_{max}$ ).

Par ailleurs, la prise en compte du fonctionnement intégrateur du capteur CCD permet de relier le nombre moyen de photo-électrons  $\overline{m}$  accumulés par un pixel élémentaire se trouvant dans l'image de la fibre à la transmission T de l'échantillon au travers de la relation suivante :

$$\bar{m} = \frac{\alpha_M(\lambda)\eta_M(\lambda)P(\lambda)}{Nh\nu} \times 10^{-\text{OD}(\lambda)}\tau T$$
(3.25)

où  $\eta_M(\lambda)$  désigne l'efficacité quantique de la caméra CCD PIXIS 1024B,  $\alpha_M(\lambda)$  un coefficient décrivant la transmission de l'ensemble des éléments de la voie Mesure,  $P(\lambda)$  la puissance du faisceau en sortie du sous-ensemble d'éclairage et  $h\nu$  l'énergie d'un photon unique à la longueur d'onde  $\lambda$  ( $h\nu = hc/\lambda$ ). On en déduit aussitôt une expression du signal  $S_M$  qui prend maintenant en compte les caractéristiques du détecteur utilisé, à savoir :

$$S_M(T) = N \frac{2^{16}}{\text{FWC}} \bar{m} = \frac{2^{16}}{\text{FWC}} \frac{\alpha_M(\lambda)\eta_M(\lambda)P(\lambda)}{h\nu} \times 10^{-\text{OD}(\lambda)} \tau T$$
(3.26)

Nous supposerons désormais, dans cette analyse théorique des sources de bruit, que l'asservissement est réalisé de manière parfaite, c'est-à-dire sans mettre en œuvre la tolérance de  $\pm 12,5\%$  qui est effectivement employée.

Dans le cas correspondant à l'enregistrement de la ligne de base (c'est-à-dire sans échantillon), la transmission est égale à 1 à toute longueur d'onde, ce qui permet d'écrire :

$$S_0 = \frac{2^{16}}{\text{FWC}} \frac{\alpha_M(\lambda)\eta_M(\lambda)P(\lambda)}{h\nu} \times 10^{-\text{OD}_{\text{LB}}(\lambda)} \tau_{\text{LB},\lambda}$$
(3.27)

et donc, en injectant ce résultat dans la relation (3.26):

$$S_M(T) = S_0 \frac{10^{-\text{OD}(\lambda)} \tau_{\lambda}}{10^{-\text{OD}_{\text{LB}}(\lambda)} \tau_{\text{LB},\lambda}} T$$
(3.28)

où nous avons affecté le temps d'ouverture  $\tau$  d'un indice  $\lambda$  pour rappeler que sa valeur est effectivement fonction de la longueur d'onde. On en déduit la valeur de la transmission critique  $T_c(\lambda)$  en dessous de laquelle l'asservissement de niveau ne pourra plus être mis en œuvre, soit :

$$T_c(\lambda) = 10^{-\text{OD}_{\text{LB}}(\lambda)} \frac{\tau_{\text{LB},\lambda}}{\tau_{max}}$$
(3.29)

Une fois traité le côté *Signal*, nous pouvons maintenant aborder les aspects *Bruit*. La variance du bruit total résultant, exprimée en nombre d'électrons, est définie par la relation générale suivante (cf. paragraphe 3.3.1.1) :

$$\sigma_m^2 = \bar{m} + I_{DC}\tau_\lambda + \sigma_{\text{CCD RN}}^2 + \sigma_{\text{System RN}}^2 = \bar{m} + \sigma_0^2$$
(3.30)

où le premier terme désigne le bruit de photons, le deuxième, le bruit quantique associé au courant d'obscurité, le troisième, le bruit de lecture du capteur CCD et le quatrième, le bruit de numérisation de la caméra PIXIS 1024B.

La variance du signal  $S_m$  calculé à partir des mesures fournies par la caméra CCD est donc définie par :

$$\sigma^2(S_M) = \left(\frac{2^{16}}{FWC}\right)^2 \left[N\bar{m} + N_c\sigma_0^2\right]$$
(3.31)

où  $N_c$  désigne le nombre de pixels situés dans le cercle de diamètre 400 pixels défini au paragraphe 3.4.3.2 ( $N_c \approx 125\ 000$ ).

Le rapport signal sur bruit de la voie Mesure, ou  $SNR_M$  (signal to noise ratio) a donc pour expression générale :

$$SNR_M = \frac{S_M}{\sigma(S_M)} = \frac{N\bar{m}}{\sqrt{N\bar{m} + N_c \sigma_0^2}} = \frac{[FWC/2^{16}]S_M(T)}{\sqrt{[FWC/2^{16}]S_M(T) + N_c \sigma_0^2}}$$
(3.32)

avec :

- $\sigma_0^2 = I_{DC} \tau_{\lambda} + \sigma_{RN}^2 \approx \sigma_{RN}^2$  quelque soit la valeur du temps d'ouverture  $\tau$  de l'obturateur dans la gamme  $[\tau_{min}, \tau_{max}]$ ,
- $\sigma_{\text{RN}}^2 = \sigma_{\text{CCD RN}}^2 + \sigma_{\text{System RN}}^2 = 2^2 + 9^2 = 85$  à 2 MHz de fréquence de numérisation.

Lorsque la transmission de l'échantillon est suffisamment élevée pour que l'asservissement de niveau puisse être réalisé, alors le rapport signal à bruit est de l'ordre de 7 000, indépendant de la longueur d'onde et, comme attendu, limité par le bruit de photons.

**3.4.4.2.1.2 Voie Référence** La tension instantanée V délivrée par le photorécepteur FEMTO OE-200-SI utilisé sur la voie Référence est définie par :

$$V = \frac{G}{S}[I_{\rm DC} + S\alpha_R P] = \frac{G}{S}[I_{\rm DC} + SP_R] = \frac{G}{S}[I_{\rm DC} + I] \quad \text{avec} \quad S = \frac{e\eta_R}{h\nu}$$
(3.33)

où G désigne le gain de conversion de l'amplificateur de transimpédance exprimé en V/W,  $I_{\rm DC}$  le courant d'obscurité de la photodiode (typiquement 2 pA),  $\eta_R$  son efficacité quantique, S sa sensibilité (typiquement 0,6 A/W @ 850 nm),  $\alpha_R$  le coefficient de transmission de l'ensemble des éléments optiques présents sur le trajet de la lumière mesurée par la voie de référence et  $P_R$  la puissance optique effectivement vue par le photorécepteur. Le gain G est ajusté de manière à ce que cette tension V soit constamment comprise entre 0,9 volts et 9 volts, comme expliqué au paragraphe 3.4.2.1.

Les fluctuations de cette tension sont caractérisées par une variance  $\sigma_V^2$  définie par :

$$\sigma_V^2 = \frac{G^2}{S^2} \sigma_I^2 = \frac{G^2}{S^2} [2eIB + S^2 \text{NEP}^2 B + S^2 \text{RIN} P_R^2]$$
(3.34)

où le premier terme correspond au bruit de photons, le second au bruit en l'absence de signal et le dernier au bruit d'intensité de la source. L'acronyme NEP désigne la puissance équivalente au bruit (*Noise Equivalent Power*) du photorécepteur (typiquement 800 fW/ $\sqrt{\text{Hz}}$  pour un gain G de 10<sup>5</sup> V/W), B la bande passante de détection et l'acronyme RIN le bruit relatif d'intensité de la source (*Relative Intensity Noise*). On pourrait s'interroger sur l'apparition de ce dernier terme dans la liste des sources de bruit susceptibles d'affecter la quantification du flux de référence alors qu'il n'apparaissait pas dans celle utilisée pour la voie Mesure. C'est que le mécanisme d'intégration temporelle réalisée par la caméra nous permettait de nous en affranchir, alors que ce n'est plus possible dans le cas de la voie Référence, où le signal est échantillonné à une cadence f de 100 kHz.

En accord avec le description du fonctionnement de la voie Référence présentée au paragraphe 3.4.3.3, le signal numérique  $S_R$  associé à cette voie est définie par :

$$S_R = N_R (V - V_{\rm DC}) = f \tau_\lambda \frac{G}{S} I = f \tau_\lambda G P_R$$
(3.35)

où  $N_R$  désigne le nombre d'échantillons acquis pendant la durée d'ouverture  $\tau_{\lambda}$  de l'obturateur SH.

On en déduit aussitôt la variance de ce signal, soit :

$$\sigma^{2}(S_{R}) = N_{R}\sigma_{V}^{2} = f\tau_{\lambda}\frac{G^{2}}{S^{2}}[2eIB + S^{2}\text{NEP}^{2}B + S^{2}\text{RIN}P_{R}^{2}]$$
(3.36)

puis l'expression du rapport signal sur bruit de la voie Référence :

$$SNR_R = \frac{S_R}{\sigma(S_R)} = \frac{V\sqrt{f\tau_\lambda}}{\sqrt{\frac{2eGB}{S}V + G^2NEP^2B + RIN.V^2}}$$
(3.37)

où nous avons fait apparaitre la tension V de manière à rendre l'expression plus lisible. De manière à se fixer les idées, évaluons l'importance des différents facteurs apparaissant dans la racine carrée du dénominateur dans un cas réaliste de fonctionnement (V = 5 V,  $G = 10^5$  V/W, S = 0.6 A/W, B = 400 kHz) correspondant à l'enregistrement présenté à la Figure 3.25. L'amplitude crête-crête des fluctuations de la tension V est de l'ordre de 0.6 V, de sorte que le RIN peut être estimé à  $4, 5 \times 10^{-4}$ . Le premier terme, qui correspond au bruit de photons, est donc de l'ordre de  $10^{-7}$  V<sup>2</sup>, alors que le second, qui rend compte du bruit en l'absence de signal est d'environ  $1, 6 \times 10^{-3}$  V<sup>2</sup>. Quant au troisième (bruit d'intensité), il est légèrement supérieur à  $10^{-2}$  V<sup>2</sup>, de sorte que la mesure du flux de référence sera en fait dominée par le bruit d'intensité de la source. Le rapport signal à bruit instantané est simplement de 45, mais il est porté à environ 6 000 par l'effet de moyenne sur les 180 millisecondes de l'acquisition.

**3.4.4.2.1.3** Mesure de transmission Comme indiqué au paragraphe 3.4.3.4, la détermination de la dépendance spectrale de la transmission  $T(\lambda)$  d'un échantillon nécessite de réaliser deux séries de mesure :

- la première en l'absence d'échantillon (*Ligne de Base*), durant laquelle sont acquis les signaux  $S_M^{LB}(\lambda)$  et  $S_R^{LB}(\lambda)$ ,
- la seconde en présence de l'échantillon (*Mesure*), durant laquelle sont acquis les signaux  $S_M(\lambda)$  et  $S_R(\lambda)$ .

La transmission  $T(\lambda)$  est obtenue en formant le rapport des signaux de mesure corrigés des signaux de référence, soit :

$$T(\lambda) = \frac{[S_M(\lambda)/S_R(\lambda)]}{[S_M^{LB}(\lambda)/S_R^{LB}(\lambda)]}$$
(3.38)

rapport qui permet de s'affranchir à la fois des variations de puissance de la source et de la valeurs des transmissions de l'ensemble des éléments figurant tant dans la voie mesure que dans la voie référence.

En terme de précision relative, nous avons bien évidemment :

$$\frac{\sigma_T}{T} = \frac{\sigma(S_M)}{S_M} + \frac{\sigma(S_M^{LB})}{S_M^{LB}} + \frac{\sigma(S_R^{LB})}{S_R^{LB}} + \frac{\sigma(S_R)}{S_R}$$
(3.39)

ce qui montre que l'on peut espérer atteindre une répétabilité de l'ordre du pour mille en configuration *Ligne de Base*.

### 3.4.4.2.2 Résultats expérimentaux

THÈSE SIMONA LIUKAITYTE

**3.4.4.2.2.1 Transmission critique** La première détermination expérimentale que nous avons réalisée est celle de la transmission critique  $T_c(\lambda)$  de notre montage, c'est-àdire la transmission en dessous de laquelle l'asservissement de niveau ne peut plus être réalisé. Dans la configuration de mesure utilisée, la fibre de liaison FOL2 était une fibre à cœur circulaire de 200  $\mu$ m de diamètre ( $N \approx 1400$ ). Le résultat obtenu est présenté à la Figure 3.30.



FIGURE 3.30 – Dépendance spectrale de la transmission critique du montage SALSA 1

**3.4.4.2.2.2 Bruit d'intensité** La détermination de la dépendance spectrale de ce second paramètre a été obtenue en enregistrant, pour chaque longueur d'onde, les valeurs maximale et minimale de la tension V délivrée par le photorécepteur lors de la mesure d'une ligne de base (cf. Figure 3.31).



FIGURE 3.31 – Dépendance spectrale des valeurs maximale et minimale de la tension de référence

On notera l'importance des fluctuations enregistrées dans la partie bleue du spectre d'émission de la source à supercontinuum (typiquement entre 400 et 450 nm).

On fera ici l'hypothèse que ce bruit d'intensité est de nature gaussienne, de sorte que l'on puisse écrire, en première approximation :

$$\sigma_V = \frac{\Delta V_{\rm PTV}}{6V_{\rm mov}} = \frac{V_{\rm max} - V_{\rm min}}{3(V_{\rm max} + V_{\rm min})} \tag{3.40}$$

la Figure 3.32 montrant la dépendance spectrale du RIN que l'on peut en déduire ( $\sigma_V^2 = \text{RIN}.V^2$ ).



FIGURE 3.32 – Dépendance spectrale du bruit d'intensité de la source à supercontinuum

**3.4.4.2.2.3** Évolution du rapport signal à bruit en fonction de la transmission Si nous visualisons le résultat des mesures de réponse angulaire du banc SALSA présentées au paragraphe 3.4.4.1 en unités logarithmiques (cf. Figure 3.33), nous constatons qu'un désalignement progressif du collimateur de réception (entre 0 et 10°) permet de balayer 11 décades de transmission.



FIGURE3.33 – Dynamique du banc SALSA 1

C'est cette propriété qui a été mise à profit pour effectuer de manière simple une détermination expérimentale de l'évolution du rapport signal à bruit (S/B) sur une large gamme de densités optiques (de 0 à 11). Pour différentes positions du bras tournant de réception, nous avons mesuré à 10 reprises la transmission apparente du montage à 5 longueurs d'onde particulières régulièrement réparties dans la gamme de fonctionnement (450, 550, 650, 750 et 850 nm). La Figure 3.34 présente le résultat de ces mesures expérimentales à 450 nm (cercles bleus) et à 650 nm (losanges rouges), ces deux longueurs d'onde étant celles pour lesquelles le rapport signal à bruit est respectivement minimal et maximal.



FIGURE 3.34 – Évolution du rapport signal à bruit en fonction de la transmission de l'échantillon - Mesures expérimentales [cercles bleus : 450 nm; losanges rouges : 650 nm; trait bleu (resp. rouge) : Modèles empiriques de comportement]

Les traits de couleur apparaissant sur ce graphe correspondent à des modèles empiriques de comportement associant :

- une valeur constante correspondant à la moyenne du rapport signal à bruit pour toutes les valeurs de transmission de l'échantillon qui sont supérieures à la transmission critique du montage à la longueur d'onde correspondante,
- une dépendance linéaire en unités logarithmiques pour les valeurs de transmission inférieures à cette même valeur critique.

Ces résultats sont-ils globalement conformes à ce que prédit l'analyse théorique présentée au paragraphe 3.4.4.2.1? L'expression théorique complète de ce rapport signal à bruit  $T/\sigma_T$  est obtenue en combinant les relations (3.32), (3.37) et (3.39), soit :

$$\frac{\sigma_T}{T} = \frac{\sqrt{[FWC/2^{16}]S_M(T) + N_c \sigma_0^2}}{[FWC/2^{16}]S_M(T)} + \frac{\sqrt{[FWC/2^{16}]S_0 + N_c \sigma_0^2}}{[FWC/2^{16}]S_0} + \frac{\sqrt{\frac{2eGB}{S}V + G^2 NEP^2 B + RIN.V^2}}{V\sqrt{f\tau_\lambda}} + \left[\frac{\sqrt{\frac{2eGB}{S}V + G^2 NEP^2 B + RIN.V^2}}{V\sqrt{f\tau_\lambda}}\right]_{LB} (3.41)$$

Les deux premiers termes sont relatifs à la voie Mesure et sont simples à calculer, car les seules quantités variables sont ici la transmission effective T de l'échantillon et la transmission critique  $T_c(\lambda)$  à la longueur d'onde du test. Les deux derniers décrivent la contribution de la voie Référence, et dépendent d'un nombre important de variables (tension effective V, gain de conversion G, durée d'ouverture de l'obturateur  $\tau_{\lambda},...$ ), de sorte que leur calcul est beaucoup plus complexe. Nous avons donc choisi d'effectuer le calcul de ce rapport signal à bruit  $T/\sigma_T$  pour chacune des valeurs de transmission effectivement utilisées lors des mesures expérimentales et en adoptant les valeurs des différents paramètres employées par le programme d'acquisition. Le résultat de ces modélisations théoriques est présenté à la Figure 3.35.



FIGURE 3.35 – Évolution du rapport signal à bruit en fonction de la transmission de l'échantillon - Modélisations théoriques [cercles bleus : 450 nm; losanges rouges : 650 nm; trait bleu (resp. rouge) : Modèles de comportement]

On notera, comme constaté expérimentalement :

- la présence de fluctuations de ces rapports S/B autour d'une valeur moyenne lorsque la transmission de l'échantillon est supérieure à la valeur critique (ceci est dû à la structure complexe du bruit associant bruit de photons sur la voie mesure et bruit d'intensité sur la voie référence)
- la décroissance de ces SNR pour des transmissions inférieures à cette même valeur critique, les pentes étant en fait identiques à celles des modèles empiriques de comportement utilisés pour décrire le résultat des mesures expérimentales et présentés à la Figure 3.34.

La principale différence entre résultats expérimentaux et prédictions théoriques concerne la valeur maximale de ces rapports S/B, comme synthétisé dans la Table 3.6.

$\lambda$	SNR Exp.	SNR Theor.
450 nm	420	2540
650 nm	720	3590

TABLE 3.6 – Comparaison entre valeurs expérimentales et théoriques des rapports S/B aux longueurs d'onde de 450 nm et de 650 nm

Même si l'écart entre mesures expérimentales et prédictions théoriques est significatif (rapport compris entre 5 et 6) et, pour être honnête, difficile à expliquer, il n'en reste pas moins vrai que les valeurs effectivement obtenues nous garantissent, pour des **transmissions supérieures à**  $10^{-9}$ , une précision relative meilleure que le pour cent sur la totalité de la gamme spectrale de fonctionnement.

## 3.4.4.3 Dynamique

La mesure de ce paramètre conduit à enregistrer la **signature** de l'instrument, c'est-à-dire sa réponse en présence d'un échantillon de densité optique infinie. Celui-ci était constitué en pratique par un disque métallique de dimensions identiques à celles d'un échantillon standard (diamètre 25 mm). Le résultat obtenu de manière expérimentale est présenté à la Figure 3.36, où il est comparé à la signature théorique du montage (SNR = 1).



FIGURE 3.36 – Signature spectrale de l'instrument

Les deux courbes présentent un accord satisfaisant et montrent la capacité de l'instrument à mesurer des coefficients de transmission pouvant atteindre  $10^{-11}$  ou  $10^{-12}$  sur l'ensemble du domaine spectral 400 nm - 1000 nm. Il est important de noter ici que la signature expérimentale intègre l'effet de la **lumière parasite** résiduelle (certes très faible, mais non rigoureusement nulle), ce que ne fait évidemment pas la modélisation théorique.

## 3.4.4.4 Justesse

Pour évaluer la justesse de notre montage, il nous faut mesurer la transmission d'un filtre qui couvre une large gamme de densités (typiquement entre 0 et 12) et présente de rapides variations spectrales (de manière à ce que cette qualification soit représentative de l'usage final).

Nous avons sélectionné dans ce but un filtre passe bande réalisé par l'équipe Couches Minces Optiques de l'Institut Fresnel et que nous appellerons désormais  $F_1$ . Il s'agit d'un empilement de 93 couches alternées de silice et de pentoxyde de niobium déposé à l'aide de la machine HELIOS 4" dont est dotée cette équipe. Ce filtre est centré à 780 nm et présente une bande passante de 15 nm. La transmission théorique de ce composant est donnée à la Figure 3.37 en unités linéaires et à la Figure 3.38 en unites logarithmiques (courbes vertes). Dans les parties bloquantes qui entourent la partie passante, ce filtre présente des taux de réjection particulièrement élevés (densité optique égale à 10,6 à 707 nm et à 9 à 864 nm), et rapidement variables. Il constitue donc un très bon candidat pour juger de la qualité métrologique de notre montage.



 $\begin{array}{l} \mbox{FIGURE 3.37 - Transmission spectrale du filtre $F_1$ (échelle linéaire)} \\ & [Transmission théorique (courbe verte); Transmission mesurée avec SALSA 1 (points bleus); \\ & Transmission mesurée avec un PERKIN-ELMER Lambda 1050 (points violets)] \end{array}$ 



 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 3.38-Transmission spectrale du filtre $F_1$ (échelle logarithmique)} \\ & [Transmission théorique (courbe verte); Transmission mesurée avec SALSA 1 (points bleus); \\ & Transmission mesurée avec un PERKIN-ELMER Lambda 1050 (points violets)] \end{array}$ 

La dépendance spectrale de la transmission du filtre  $F_1$  mesurée avec le montage SALSA 1 est tracée en points bleus sur la Figure 3.37, où elle est comparée à une mesure réalisée avec un spectromètre commercial PERKIN-ELMER Lambda 1050 (points violets). Comme on peut le voir, les mesures réalisés avec les deux instruments présentent entre elles un excellent accord et reproduisent très fidèlement la courbe théorique définie par le design de ce filtre.

Si on regarde maintenant le résultat de ces mêmes mesures avec une échelle logarithmique (cf. Figure 3.38), on constate :

- que les mesures réalisées avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050, l'un des meilleurs actuellement sur le marché, présentent un excellent accord avec les valeurs fournies par notre instrument lorsque le niveau de transmission du filtre reste typiquement supérieur à 10<sup>-6</sup>. Ce résultat n'est pas réellement une surprise, car ce niveau de transmission constitue la limite de fonctionnement de ce type de spectrophotomètre, mais il est très satisfaisant, car il atteste de la qualité de notre métrologie.
- que notre instrument permet même d'atteindre des niveaux plus bas (typiquement  $10^{-8}$ ), sans parvenir toutefois à reproduire les zones où la densité théorique est comprise entre 8 et 11. En outre, le profil spectral de la partie passante du filtre se trouve élargie de manière sensible dès que la densité effective excède 4.

Or, ce niveau *plancher* de  $10^{-8}$  est de 4 à 5 décades supérieur à celui défini par la signature de l'instrument SALSA 1 (courbe en points noirs de la Figure 3.38). L'écart entre le résultat de la mesure et la valeur théorique du coefficient de transmission ne s'explique donc *a priori* pas par un défaut de détectivité de notre montage. Pour s'assurer de ce point, nous avons réalisé la même mesure de transmission après avoir rajouté devant le filtre  $F_1$  une densité optique de 4. Le résultat est présenté Figure 3.39.



FIGURE 3.39 – Transmissions spectrales des filtres  $F_1$  et  $F_1$  + OD4 mesurées avec SALSA 1 (échelle logarithmique) [Filtre  $F_1$  seul (points bleu clair); Densité optique OD4 (points bleu foncé); Filtre  $F_1$  + Densité optique OD4 (points roses); Valeurs résultant du calcul de la transmission de l'association  $F_1$  + OD4 (cercles noirs)]

Les coefficients de transmission mesurés pour le filtre  $F_1$  et l'ensemble filtre + densité OD4 sont tracés sur cette figure, respectivement sous la forme de points bleu clair et de points roses. La transmission spectrale de la densité a été mesurée de manière indépendante à l'aide d'un analyseur de spectre ANDO 6315A et le résultat de cette mesure est également présenté dans cette même figure (points bleu sombre). Si on calcule maintenant le produit des deux fonctions de transmission respectivement associées au filtre  $F_1$  et à la densité OD4, on obtient la courbe en cercles noirs, courbe qui est parfaitement superposée à la mesure de l'ensemble.

Ce résultat nous prouve que l'écart entre la mesure des coefficients de transmission mesuré et calculé pour des valeurs inférieures à  $10^{-6}$  n'est pas du à un défaut de détectivité de l'instrument. Il nous reste donc à déterminer l'origine de cet écart et à trouver les moyens d'y remédier. Cela va nous conduire au développement de l'instrument SALSA 2.

# 3.5 Montage SALSA 2

Comme indiqué à la fin du paragraphe précédent, le développement de cette nouvelle variante du banc SALSA trouve son origine dans le souci de s'affranchir des limitations de mesure constatées à l'occasion de la caractérisation du filtre  $F_1$ . Nous allons montrer que ces limitations sont liées à un problème de diaphotie spectrale et que l'emploi d'un second étage de filtrage permet d'y remédier. Puis nous décrirons la structure finalement retenue pour le montage SALSA 2 et donnerons quelques résultats relatifs à sa qualification métrologique.

## 3.5.1 Diaphotie spectrale

Le problème rencontré nous a conduit à analyser de manière plus fine le profil spectral du flux émis par le sous-ensemble d'éclairage. Cette mesure a été réalisée à l'aide de l'analyseur de spectre ANDO 6315A et son résultat est présenté à la Figure 3.40 en échelle logarithmique (points bleu vert). Cette mesure montre que la largeur totale à mi-hauteur de la raie transmise par le filtre accordable LLTF est bien de 2 nm, mais que cette raie présente des *pieds* dont l'amplitude relative dépasse encore  $10^{-6}$  à 25 nm de son centre. Un tel profil peut conduire à détecter non seulement le flux transmis par l'échantillon à la longueur d'onde centrale du filtre accordable, mais également celui transmis par ce même échantillon sur l'ensemble des longueurs d'onde adjacentes. A titre d'exemple, si le filtre est bloquant à la longueur d'onde centrale définie par le filtre accordable ( $T < 10^{-6}$  @  $\lambda_0$ ) et passant à 25 nm de cette même longueur d'onde centrale ( $T \approx 1$  à  $\lambda_0 + 25$  nm), le résultat de la mesure sera totalement erronée.

Dans le but de confirmer cette hypothèse, nous avons réalisé une simulation de la réponse du montage prenant en compte la transmission théorique du filtre  $F_1$  et une fonction mathématique rendant compte de la mesure expérimentale du profil spectral du flux délivré par notre sous-ensemble d'éclairage. On désignera par  $P(\lambda, \lambda_0)$  cette fonction mathématique lorsque la longueur centrale du filtre accordable est égale à  $\lambda_0$ , avec :

$$P(\lambda, \lambda_0) = P(\lambda_0) \cdot [F_{\lambda_0} \star \Pi_{\Delta\lambda}](\lambda)$$
(3.42)

où  $\star$  désigne le produit de convolution,  $\Pi_{\Delta\lambda}$  une fonction créneau (ou porte) de largeur



FIGURE 3.40 – Profil spectral de la raie émise par le sous-ensemble d'éclairage [Mesure expérimentale, points bleu vert; Modèle, ligne bleue]

 $\Delta \lambda = 1,2$  nm et où  $F_{\lambda_0}$  a pour expression :

$$F_{\lambda_0} = \frac{\operatorname{sinc}^2[1, 16(\lambda - \lambda_0)]}{1 + [0, 59(\lambda - \lambda_0)]^2}$$
(3.43)

 $\lambda$  et  $\lambda_0$  étant exprimés en nanomètres. La courbe continue de couleur bleue placée à la Figure 3.40 correspond à la dépendance spectrale de cette fonction  $P(\lambda, \lambda_0)$  et illustre la qualité de l'accord entre modèle et mesures expérimentales.

Une simulation complète de l'effet de ce profil spectral sur la réponse du montage nécessite le calcul d'un signal de mesure en présence du filtre  $F_1$ :

$$S_M(\lambda_0) = K_M(\lambda_0) \int_{\lambda} \frac{\eta_M(\lambda)\lambda}{hc} P(\lambda,\lambda_0) T_{F_1}(\lambda) \, d\lambda$$
(3.44)

puis celui de l'équivalent d'une ligne de base :

$$S_M^{\rm LB}(\lambda_0) = K_M(\lambda_0) \int_{\lambda} \frac{\eta_M(\lambda)\lambda}{hc} P(\lambda,\lambda_0) \, d\lambda \tag{3.45}$$

et enfin celui d'une transmission apparente :

$$T_{\rm simul}(\lambda_0) = \frac{S_M(\lambda_0)}{S_M^{\rm LB}(\lambda_0)} \tag{3.46}$$

où  $\lambda_0$  parcourt, à  $\Delta\lambda$  près, l'ensemble de la gamme 400 nm - 1000 nm.

Le résultat de cette modélisation est présenté à la Figure 3.41. On constate que les courbes modélisées et expérimentales sont en bon accord et que, surtout, la prise en compte du profil spectral effectif de la source filtrée explique complètement la limitation de la mesure expérimentale à des densités de l'ordre de 8 et l'élargissement spectral de la réponse du filtre  $F_1$  dans les pieds de sa partie passante.



 $\begin{array}{l} \label{eq:FIGURE 3.41-Transmission spectrale du filtre $F_1$ (échelle logarithmique)} \\ & \ \ \left[ \mbox{Mesure simulée, courbe bleu sombre; Mesures expérimentales, points bleu clair} \right] \end{array}$ 

# 3.5.2 Introduction d'un étage additionnel de filtrage

Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, le facteur limitant des mesures est en fait le profil spectral du faisceau à la sortie du filtre accordable, dont la largeur des *pieds* peut conduire à des mesures erronées lorsque la transmission de l'échantillon varie de manière extrêmement rapide avec la longueur d'onde.

Pour améliorer les performances de notre montage, il nous faut donc augmenter la **pureté spectrale** du flux d'éclairage, ce qui est classiquement obtenu en ayant recours à un système de filtrage à 2 étages.

Une solution simple, mais très couteuse aurait consisté à utiliser en série 2 filtres accordables de type LLTF, mais l'emploi d'un monochromateur de courte valeur focale (et donc de faible encombrement) semblait ici suffisant (et beaucoup moins onéreux). La compacité du sous-ensemble d'éclairage rendant très délicate l'implantation de ce monochromateur après le filtre LLTF, nous avons choisi de l'insérer en amont du sous-ensemble de détection.

Le schéma du montage qui en résulte (et que nous appellerons désormais SALSA 2.0) est présenté à la Figure 3.42. Ce schéma est similaire à celui présenté à la Figure 3.14 dans le cas de SALSA 1, à ceci près que la fibre de liaison FOL2 (fibre à cœur carré de 140  $\mu$ m de côté) est maintenant raccordée sur le port d'entrée du monochromateur, et qu'une fibre additionnelle (FOL3, fibre à cœur circulaire de 200  $\mu$ m de diamètre) est utilisée pour relier le port de sortie de ce même monochromateur au sous-ensemble de détection.



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 3.42 - Schéma \ du \ montage \ SALSA \ 2.0 \\ {\rm FOL2}: \ {\rm fibre} \ {\rm a} \ cœur \ carré \ SQ \ 140x140 \ ; \ SR-193i-B1 \ : \ monochromateur \ Shamrock \ ; \ FOL3 \ : \ {\rm fibre} \ {\rm a} \ cœur \ circulaire \ CC \ 200 \end{array}$ 

### 3.5.2.1 Monochromateur Shamrock

Nous avons choisi comme monochromateur le modèle Shamrock SR-193i-B1, fabriqué et commercialisé par la société ANDOR, et dont une photographie est présentée en Figure 3.43. Ce monochromateur dispose d'une tourelle motorisée, sur laquelle peuvent être mon-



FIGURE 3.43 – Monochromateur Andor Shamrock SR-193i-B1

tés deux types de réseaux. La rotation de la tourelle permet d'une part de choisir le réseau, et d'autre part de régler le monochromateur sur une longueur d'onde particulière. Dans

notre cas, cet ajustement fin devra être synchronisé avec celui de la longueur d'onde centrale du filtre accordable LLTF. Le port d'entrée du dispositif est équipé d'une embase de connexion à fibre de type SMA, l'extrémité de la fibre servant de fente d'entrée. Le flux émis par cette fibre est collimaté par un miroir parabolique, dispersé par le réseau, puis focalisé par un second miroir parabolique sur le plan correspondant au port de sortie du monochromateur (montage de type CZERNY-TURNER). Ce port de sortie est équipé d'une embase de connexion à fibre de type SMA dont la position est ajustable à l'aide de 2 platines de translation d'axes croisés et qui servira ici de fente de sortie. Ce monochromateur est également doté d'un dispositif de focalisation automatique assurant une parfaite conjugaison des ports d'entrée et de sortie.

Les principales spécifications de ce monochromateur sont les suivantes :

- Distance focale : 193 mm
- Ouverture numérique : 0,14 (F/3,6)
- Grandissement : 1,07

Le réseau que nous avons sélectionné était un réseau gravé de 300 traits par millimètre, blazé à 500 nm et présentant à cette longueur d'onde une efficacité de 80%.

### 3.5.2.2 Pureté spectrale

Les spectres du faisceau lumineux à la sortie du filtre accordable (LLTF) et après ajout du monochromateur (LLTF+Shamrock) sont présentés à la Figure 3.44. On constate que le profil spectral de notre faisceau d'éclairage est maintenant beaucoup plus pur, débarrassé de ses *pieds* et sans modification notable de sa largeur spectrale à mi-hauteur (1,8 nm au lieu de 2 nm).



FIGURE 3.44 – Caractérisation de la pureté spectrale du faisceau d'éclairage SALSA 1, points bleu vert ; SALSA 2.0, points rouges

Avant de commencer les mesures à l'aide de ce nouveau montage, il nous a paru utile de vérifier que l'amélioration de la pureté spectrale apportée par l'emploi du monochromateur Shamrock permet d'obtenir une courbe de transmission spectrale proche de celle définie par la théorie. C'est le résultat de cette modélisation que présente la Figure 3.45.



 $\label{eq:FIGURE 3.45-Transmission spectrale du filtre $F_1$ Transmission théorique définie par le design, courbe verte; transmission simulée correspondant à un simple étage de filtrage (LLTF), courbe bleue; transmission simulée correspondant aux deux étages de filtrage (LLTF+Shamrock), courbe rouge$ 

La transmission modélisée dans le cas LLTF+Shamrock est maintenant confondue avec la transmission théorique, ce qui montre que l'emploi du second étage de filtrage devrait apporter une solution efficace au problème de diaphotie spectrale décrit au paragraphe 3.5.1. On notera toutefois la présence d'un léger désaccord entre 650 nm et 700 nm, la reproduction des structures fines qui y apparaissent n'étant pas parfaitement assurée, mais il s'agit ici d'un manque de résolution spectrale, due à la largeur spectrale de 1,8 nm du faisceau d'éclairage, et non d'un effet de diaphotie spectrale.

### 3.5.2.3 Résultats expérimentaux

Nous avons donc procédé à la mesure de la transmission du filtre  $F_1$  avec le montage SALSA 2.0 décrit par la Figure 3.42. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.46.

On constate la qualité de l'accord global maintenant obtenu entre courbe théorique (courbe verte) et résultat des mesures réalisées avec le montage SALSA 2.0 (points rouges). La signature de SALSA 2.0 (c'est-à-dire sa limite de détectivité) est présentée sur ce même graphe (points gris) et montrent que l'ajout de cet étage supplémentaire de filtrage n'a pas eu de conséquences trop dramatiques sur la dynamique de notre montage, des densités de 11 restant mesurables autour de 650 nm. On notera également un léger décalage de la



 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 3.46-Transmission spectrale du filtre $F_1$ (échelle logarithmique)} \\ \mbox{Courbe théorique, courbe verte; Transmission mesurée avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050, points violets; Signature du montage SALSA 2.0, points gris; Mesure SALSA 2.0, points rouges \\ \end{array}$ 



FIGURE 3.47 – Transmission spectrale du filtre  $F_1$  (échelle linéaire) Transmission mesurée avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050, points violets; Mesure SALSA 2.0, points rouges

résonance centrée à 690 nm, ainsi que celui du bord de bande située autour de 900 nm. Il est important de souligner que pour des transmissions supérieures à  $10^{-6}$ , les mesures PERKIN-ELMER et les mesures SALSA 2.0 sont parfaitement cohérentes, ce qui montre que leur décalage commun avec la prédiction théorique met plutôt en évidence la présence de légères erreurs de dépôt.

Cette conclusion est confirmée par la qualité remarquable de l'accord entre ces deux types de mesure lorsque leurs résultats sont présentés avec une échelle linéaire (cf. Figure 3.47).

## 3.5.3 Description du montage SALSA 2

Dans la version 2.0 du montage SALSA que nous venons de décrire, la résolution spectrale est fixée par le choix des fibres FOL2 et FOL3, ainsi que par ceux de la focale du spectrographe et du nombre de traits par millimètre du réseau de diffraction utilisé. Il nous a paru intéressant de rendre le choix de cette résolution spectrale plus versatile, d'éviter les pertes induites par l'emploi d'une fibre optique additionnelle et de supprimer l'interface optique de détection. Tous ces objectifs peuvent être simultanément atteints en implantant la caméra CCD de détection directement sur le port de sortie du monochromateur, et ce sans que soit réellement modifié le principe de fonctionnement de notre montage.

Le schéma du montage qui en résulte est présenté à la Figure 3.48.



FIGURE 3.48 – Schéma du banc SALSA 2

### 3.5.3.1 Sous-ensemble de détection

Il est évidemment souhaitable que la caméra CCD de détection que nous allons intégrer au port de sortie du monochromateur présente des interfaces mécaniques et électroniques qui soient adaptées à la structure de celui-ci et soit donc commercialisé par la même société que celle qui fabrique le Shamrock SR-193i-B1. Plusieurs modèles de caméra CCD sont proposés par la société ANDOR et celui que nous avons sélectionné est commercialisé sous la référence NEWTON DU920P-BVF. Il présente les caractéristiques principales suivantes :

- Capteur CCD illuminé par la face arrière (B, *Back illuminated*), optimisé pour le visible (V) et utilisant une technologie minimisant les franges d'interférence à la surface du composant (F, *anti-fringing*)
- 1024 × 255 pixels de 26 × 26  $\mu \mathrm{m}^2$
- Zone image de 26,7 mm  $\times$  6,7 mm, avec un facteur de remplissage de 100%
- Température de fonctionnement optimale : -80°C
- Courant d'obscurité : 0,001 e^/pixel/s @ -80°C
- Capacité du réservoir de stockage associé à chaque pixel : 400 000  $\mathrm{e^-}$
- Dynamique de numérisation : 16 bits @ 50 kHz, 1 MHz et 3 MHz de fréquence d'échantillonnage
- Bruit de lecture global  $\sigma_{\rm RN}$  de 4 e<sup>-</sup> (resp. 12 e<sup>-</sup> et 20 e<sup>-</sup>) à la fréquence d'échantillonnage de 50 kHz (resp. 1 MHz et 3 MHz)
- Cadence d'horloge verticale : entre 2 et 179  $\mu {\rm s},$  valeur optimale de 12,9  $\mu {\rm s}$
- Efficacité quantique : cf. Figure 3.49



FIGURE 3.49 – Dépendance spectrale de l'efficacité quantique du détecteur matriciel de la caméra Newton DU920P-BVF

### 3.5.3.2 Acquisition et pré-traitement du signal

L'image de l'extrémité de la fibre FOL2 (par exemple une fibre à cœur carré de 140  $\mu$ m de côté) est formée avec un grandissement de 1,07 sur la partie sensible de la caméra

CCD. Sa hauteur correspond donc à environ 6 pixels, tandis que sa largeur va dépendre non seulement du contenu spectral du flux capté par cette fibre de liaison mais aussi du choix du réseau de diffraction. Si nous avions reconduit le choix du réseau gravé à 300 traits/mm sélectionné pour SALSA 2.0, le domaine spectral couvert par la caméra CCD NEWTON aurait été, pour une position fixe du réseau, de  $\pm$  225 nm de part et d'autre de la longueur d'onde centrale définie par la position de la tourelle : ceci n'aurait plus permis d'isoler, et donc de mesurer de manière fiable, la transmission du filtre à la longueur d'onde centrale définie par le filtre accordable LLTF. Il faut en effet remarquer que, par rapport à SALSA 2.0, nous avons remplacé la sélection physique du flux réalisée par la fibre FOL3 par un traitement informatique des données acquises autour de la position qu'elle définissait. Il nous faut donc restreindre l'étendue du domaine spectral couvert par la caméra CCD, ce qui revient à augmenter le nombre de traits du réseau installé dans la tourelle du Shamrock SR 193i-B1. De manière à optimiser le fonctionnement du montage et à minimiser le taux de lumière parasite dans le spectrographe, nous avons choisi un réseau holographique à 1800 traits/mm qui permet de couvrir  $\pm$  28 nm de part et d'autre de la longueur d'onde centrale définie par la position angulaire de la tourelle motorisée et permet un échantillonnage du spectre au pas de 0,05 nm.

L'acquisition du signal vu par la caméra est fait en mode *Image*, et non en mode FVB (*Full Vertical Binning*), car cela aurait nécessité l'utilisation d'un obturateur additionnel au niveau du spectrographe (il n'en était pas doté, car la présence d'un obturateur externe est nécessaire à la mise en œuvre de notre méthode de traitement des données) et aurait en outre réduit notre dynamique de fonctionnement : dans le mode FVB, on accumule en effet dans un registre de 1024 cases (autant que de pixels horizontaux) la somme de tous les photo-électrons créés dans les 255 pixels verticaux de la matrice, la capacité de chaque case de ce registre étant alors limitée à 1 000 000 e<sup>-</sup>.

La Figure 3.50 présente l'image acquise codée en fausses couleurs sur 16 bits. On voit au voisinage de la ligne 100 et de la colonne 500 l'image dispersée de l'extrémité de la fibre FOL2 à cœur carré. La surface de la matrice est divisée en trois zones : une zone centrale (rectangle rose sur la figure) de 1024 pixels de large et 70 pixels de haut, qui contient l'image de la fibre et deux zones latérales (rectangles verts sur la figure), également de 1024 pixels de large, mais de seulement 35 pixels de haut, et qui encadrent de manière symétrique cette zone centrale.





Au niveau de la séquence d'acquisition, la quantité  $S_0$  définie au paragraphe 3.4.3.4 est remplacée par la valeur maximale du signal dans cette image numérisée sur 65 536 niveaux. Le choix de la densité et celui de la durée d'ouverture de l'obturateur externe SH seront effectués de manière à ce que ce signal maximal corresponde à 50 000 ± 7 500 niveaux. Une fois cette condition remplie, on effectue, dans chacune des trois zones, la sommation des valeurs des pixels colonne associés à chacun des 1024 pixels ligne. Puis les résultats de cette sommation pour les deux zones de bruit (rectangles verts) sont soustraits, pixel par pixel, au résultat de la sommation obtenu pour la zone de signal (rectangle rose). On obtient ainsi au final un vecteur ligne de 1024 valeurs numériques, la valeur associée au pixel *i*, et notée  $S(i, \lambda_0)$ , étant directement proportionnelle à la densité spectrale de flux à la longueur d'onde associée à ce pixel,  $\lambda_0$  désignant la longueur d'onde centrale définie par le filtre LLTF en sortie du sous-ensemble d'éclairage. Un exemple de signal obtenu lors de l'enregistrement de la ligne de base est présenté à la Figure 3.51.



FIGURE 3.51 – Signal traité de la camèra CCD

A l'exception de ce qui vient d'être décrit (asservissement de niveau, nature du signal acquis), toute la structure de l'organigramme utilisé pour le pilotage de l'instrument reste identique à ce qui a été présenté au paragraphe 3.4.3. Toutefois, l'interface Homme-Machine a été légèrement modifiée pour tenir compte de ces quelques changements, comme illustré par la Figure 3.52. On voit ainsi apparaître, au centre de ce frontal, une visualisation de la dernière acquisition effectuée  $[S(i, \lambda_0)]$ , avec, au-dessous, une représentation en fausses couleurs de l'image numérisée correspondante, et à droite de celle-ci, celles associées aux deux zones symétriques utilisées pour le calcul du bruit.

### 3.5.3.3 Traitement des données

Le signal  $S(i, \lambda_0)$  que nous avons présenté à la Figure 3.51 est similaire à la quantité  $P(\lambda, \lambda_0)$  que nous avons introduite au paragraphe 3.5.1. Pour les rendre identiques, il est nécessaire d'effectuer une calibration spectrale de notre spectromètre afin de pouvoir définir la longueur d'onde  $\lambda$  associée à chaque pixel *i*. Cette calibration spectrale est



FIGURE 3.52 – Interface Homme-Machine de l'instrument SALSA 2

réalisée en enregistrant la position de plusieurs raies obtenues en sélectionnant avec le filtre accordable LLTF des longueurs d'onde centrales régulièrement distribuées à l'intérieur d'un intervalle de 50 nm, comme illustré par la Figure 3.53.



FIGURE 3.53 – Calibration spectrale du spectrophotomètre constitué par l'association Shamrock SR193i-B1/NEWTON DU920P-BVF entre 609 et 657 nm

La loi de calibration qui en résulte a pour expression (en nanomètres) :

$$\lambda(i) = 0,0478\,i + 608,88\tag{3.47}$$

Ceci montre en particulier que l'intervalle spectral séparant deux pixels adjacents est de l'ordre de  $0,05~\mathrm{nm}.$ 

Comme précédemment, la mesure de la transmission spectrale d'un échantillon nécessite d'effectuer deux acquisitions, la première sans l'échantillon (*Ligne de base*) et la seconde avec celui-ci (*Mesure*). La Figure 3.54 présente, avec une échelle logarithmique, les deux courbes  $S_{\text{LB}}(i, \lambda_0)$  (points bleu sombre) et  $S_M(i, \lambda_0)$  (points violets) qui en résultent dans le cas où l'échantillon est le filtre  $F_2$  utilisé pour nos précédentes caractérisations métrologiques et où la longueur d'onde centrale  $\lambda_0$  définie par le filtre accordable est égale à 619 nm (graphe du haut) ou à 770 nm (courbe du bas).



FIGURE 3.54 – Données enregistrées lors de la mesure de la transmission du filtre  $F_1$ Ligne de base, points bleu sombre; Mesure, points violets; Graphe du haut, 619 nm; Graphe du bas, 770 nm

Dans le cas de la ligne de base, on retrouve à chaque fois le profil spectral caractéristique du flux délivré par le sous-ensemble d'éclairage (cf. Figure 3.40).Dans chaque graphe, la première courbe (Ligne de base) correspond à la quantité  $P(\lambda, \lambda_0)$  tandis que la seconde représente la quantité  $T(\lambda)P(\lambda, \lambda_0)$ . La seconde courbe est plus ou moins déformée par rapport à celle enregistrée dans la configuration *Ligne de base*, et contient donc des informations sur la transmission du filtre à des longueurs d'onde différentes de celle définie par le filtre accordable.

Lorsque la longueur d'onde  $\lambda_0$  se trouve sur le bord de la partie passante (770 nm), l'allure de la courbe associée à la mesure permet de bien percevoir la source des limitations de la configuration SALSA 1. En effet, si l'on prend en compte les seuls pixels centraux, le coefficient de transmission sera d'environ  $10^{-3}$ , alors qu'il sera sensiblement plus important si l'on tient maintenant compte de l'ensemble des pixels. En effet, la valeur de la transmission pour des longueurs d'ondes supérieures à 770 nm est beaucoup plus élevée que celle enregistrée à 770 nm, ce qui va fortement rehausser la valeur apparente de ce coefficient de transmission.

**3.5.3.3.1 Modes de traitement** Plusieurs modes de traitement des données sont ici envisageables :

• soit on s'intéresse uniquement au pixel  $i_0$  correspondant au centre de la raie définie par le filtre accordable, et on forme le rapport des signaux enregistrés par ce pixel particulier dans les deux configurations utilisées, ce qui revient à calculer la quantité suivante :

$$R_1(i_0) = \frac{S_M(i_0, \lambda_0)}{S_{LB}(i_0, \lambda_0)} = \frac{T(\lambda_0)P(\lambda_0, \lambda_0)}{P(\lambda_0, \lambda_0)} = T(\lambda_0)$$
(3.48)

la résolution spectrale de la mesure étant alors celle définie par les caractéristiques dimensionnelles de la fibre d'entrée FOL2 (SQ  $140 \times 140 \rightarrow 0, 27 \text{ nm}$ ; SQ  $70 \times 70 \rightarrow 0, 14 \text{ nm}$ ) et le pas d'échantillonnage celui défini par la programmation du filtre accordable (la plupart du temps, 1 nm),

soit on s'intéresse à l'ensemble des 1024 éléments des vecteurs lignes résultant des deux acquisitions (Ligne de base et Mesure), et on forme pour chacun de ces pixels, le même type de rapport que celui précédemment utilisé, c'est-à-dire :

$$R_{1024}(i) = \frac{S_M(i,\lambda_0)}{S_{LB}(i,\lambda_0)} = \frac{T(\lambda)P(\lambda,\lambda_0)}{P(\lambda,\lambda_0)} = T(\lambda)$$
(3.49)

La résolution spectrale de la mesure est identique à celle que nous venons de définir, tandis que sa qualité métrologique va fortement dépendre du niveau des signaux enregistrés par le pixel *i*. Ainsi, sur l'exemple de la Figure 3.54, les résultats obtenus à 619 nm entre les pixels 1 et 400, de même qu'entre les pixels 600 et 1024, seront de mauvaise qualité, car ils résulteront de la division de deux signaux qui présentent de très faibles valeurs de rapport signal à bruit. On a donc intérêt dans ce cas à sélectionner les données qui se trouvent au voisinage immédiat du centre de la raie fournie par le sous-ensemble d'éclairage et à faire en sorte qu'il n'y ait pas de recouvrement entre les données acquises pour des  $\lambda_0$  différents : ceci revient, dans le cas où le pas de programmation du filtre accordable a sa valeur habituelle de 1 nm, à calculer la valeur du rapport R sur une plage de  $\pm 0,5$  nm autour de  $\lambda_0$ , c'est-à-dire sur l'intervalle  $[i_0 - 10, i_0 + 10]$ , • soit on somme l'ensemble des éléments des deux vecteurs ligne *Mesure* et *Ligne de base* avant d'en faire le rapport, ce qui revient à calculer le quantité RS suivante :

$$\operatorname{RS}_{1024}(\lambda_0) = \frac{\sum_{i=1}^{1024} S_M(i,\lambda_0)}{\sum_{i=1}^{1024} S_{\operatorname{LB}}(i,\lambda_0)} = \frac{\int_{\lambda} T(\lambda)P(\lambda,\lambda_0) \, d\lambda}{\int_{\lambda} T(\lambda) \, d\lambda}$$
(3.50)

le résultat obtenu étant en pratique identique à celui obtenu avec SALSA 1.

 soit on calcule la même quantité, mais en restreignant l'intervalle sur lequel on somme au préalable les données :

$$RS_{2n+1}(\lambda_0) = \frac{\sum_{i=i_0-n}^{i_0+n} S_M(i,\lambda_0)}{\sum_{i=i_0-n}^{i_0+n} S_{LB}(i,\lambda_0)}$$
(3.51)

le nombre de pixels 2n + 1 pouvant être éventuellement adapté à la vitesse de variation locale de la quantité  $T(\lambda)$ . Le montage SALSA 2.0 est similaire au mode de traitement RS<sub>41</sub> : en effet, la fibre de reprise FOL3 était une fibre à cœur circulaire de 200  $\mu$ m de diamètre, ce qui correspond ici à environ  $(200/26) * (1800/300) \sim 40$  pixels.

**3.5.3.3.2 Répétabilité** Avant de mettre en œuvre l'un ou l'autre de ces modes de traitement dans le cas d'un échantillon réel, il nous a paru utile d'en faire une première évaluation comparée lorsque les deux acquisitions sont identiques et correspondent à la mesure d'une ligne de base.

La Figure 3.55 présente tout d'abord les variations comparées des rapports  $RS_{1024}$  (comparable à SALSA 1) et  $RS_{41}$  (comparable à SALSA 2.0) en fonction de la longueur d'onde  $\lambda_0$  définie par le filtre accordable LLTF.



 $\begin{array}{l} \label{eq:FIGURE 3.55-Dépendance spectrale de la transmission calculée en modes $\operatorname{RS}_{1024}$ (SALSA 1) et $\operatorname{RS}_{41}$ (SALSA 2.0) lors de l'acquisition répétée d'une ligne de base $$\operatorname{Rapport } \operatorname{RS}_{1024}$, disques bleus; $$\operatorname{Rapport } \operatorname{RS}_{41}$, disques verts $$ \end{array}$ 

Les résultats obtenus sont bien corrélés, la dispersion la plus faible étant évidemment obtenue dans le mode  $RS_{1024}$  (comparable à SALSA 1), car celui-ci somme plus de données et présente donc un meilleur rapport signal à bruit. Il nous a paru utile d'étudier la variation de l'écart-type des transmissions  $T(\lambda_0)$  en fonction de l'ordre 2n + 1 du mode de traitement  $RS_{2n+1}$ . Le résultat est présenté à la Figure 3.57.



FIGURE 3.56 – Évolution de l'écart-type des transmissions  $T(\lambda_0)$  en fonction de l'ordre 2n + 1 du mode de traitement  $RS_{2n+1}$ 

On constate que la prise en compte de 200 pixels est suffisante pour disposer d'un résultat globalement identique à celui qu'aurait fourni SALSA 1 (1024 pixels). Ces 200 pixels correspondent à une bande spectrale d'intégration de  $\pm$  4,8 nm autour de la longueur d'onde  $\lambda_0$  définie par le filtre LLTF.

Il nous reste donc à analyser les performances comparées des modes de type  $R_{2n+1}$ , et nous limiterons en conséquence aux valeurs de *n* comprises entre 0 et 100. Cette analyse sera évidemment restreinte à quelques longueurs d'onde caractéristiques, et nous avons choisi ici, à titre d'exemples représentatifs , 500 nm, 650 nm et 750 nm. Les graphes placés à la Figure 3.57, montrent, pour chacune de ces longueurs d'onde, la valeur prise par le rapport  $R_{201}(i)$  lorsque *i* varie entre  $i_0 - 100$  et  $i_0 + 100$  (graphe de gauche), puis la valeur de ce même rapport lorsque *i* varie entre  $i_0 - 10$  et  $i_0 + 10$  (graphe de droite), et enfin la variation comparée des deux signaux  $S_M(i, \lambda_0)$  et  $S_{\text{LB}}(i, \lambda_0)$  lorsque *i* varie entre  $i_0 - 100$ et  $i_0 + 100$  (graphe du centre).

Ces graphes mettent clairement en évidence que la répétabilité des mesures, dans ce mode de traitement, est affectée par deux mécanismes :

- les fluctuations résiduelles de la valeur maximale du signal enregistré à  $\lambda_0$  malgré la correction de niveau effectuée à l'aide de la voie de référence,
- le défaut de reproductibilité de la position du centre de la raie à la surface de la CCD NEWTON lorsque le filtre LLTF est accordé, à deux instants différents, sur la même longueur d'onde  $\lambda_0$ .

Le second mécanisme a en fait deux origines : le défaut de répétabilité du spectromètre lui-même, estimé par le constructeur à  $\pm$  75 pm et celui du filtre accordable LLTF, donné en début de vie à  $\pm$  50 pm. On peut donc estimer ces fluctuations spectrales de position à  $\pm$  250 pm PTV (*Peak to Valley*).



FIGURE 3.57 – Visualisation des impacts du défaut de repositionnement de la raie sur le calcul de la transmission  $T(\lambda)$  pour les modes  $R_{201}$  et  $R_{21}$  Graphes du haut,  $\lambda_0 = 500$  nm; graphes du milieu,  $\lambda_0 = 650$  nm; graphes du bas,  $\lambda_0 = 750$  nm
Or, un calcul simple de type dérivation montre qu'un décalage de la longueur d'onde centrale de  $\epsilon$  nm induit l'apparition, sur les valeurs de transmission, d'une pente  $\partial T/\partial \lambda$ de l'ordre de  $\epsilon/2$  nm<sup>-1</sup>. Les exemples choisis correspondent donc à des décalages dont l'amplitude reste conforme à notre calcul d'ordre de grandeur. Toutefois, si on étend cette analyse à l'ensemble de notre domaine spectral de fonctionnement, les 250 pm que nous avons évalués plus haut correspondent plus à un écart type qu'à une variation crête à crête. Ces fluctuations risquent donc d'induire des biais aléatoires dans nos mesures de transmission pouvant atteindre  $\pm 10\%$  en relatif. C'est évidemment important en regard de nos objectifs affichés de performances, mais cela peut être un prix acceptable à payer pour gagner de manière significative en résolution spectrale.

**3.5.3.3.3** Mode de traitement à haute définition Malgré les remarques relatives au défaut de répétabilité spectrale de notre montage que nous avons formulées au paragraphe précédent, nous avons jugé intéressant de développer une variante améliorée du mode  $R_{21}$ , qui apporte à celui-ci quelques améliorations significatives :

- on remplace tout d'abord la détection du pixel où le signal de la ligne de base est maximal par celui du barycentre de la raie associée à cette même ligne de base,
- une fois l'ensemble des données alors traitées en mode  $R_{21}$ , on dispose d'un fichier global  $[\lambda_k, T(\lambda_k)]$  qui est constitué par la juxtaposition de fichiers élémentaires de 21 données (soit environ  $\pm 0,5$  nm), dont la continuité n'est pas obligatoirement assurée, ni en termes de valeurs de transmission, ni en termes de régularité du pas d'échantillonnage en longueur d'onde,
- on génère alors un nouveau fichier de résultats où les longueurs d'onde sont régulièrement échantillonnées au pas de 0,1 nm entre 400 nm et 930 nm et où les valeurs de transmission sont obtenues à l'aide d'un fit polynomial d'ordre 3 s'étendant sur 31 données, de manière à s'affranchir des discontinuités éventuelles de transmission entre fichiers indépendants de 21 données.

Les résultats obtenus dans ce nouveau mode de traitement sont très comparables à ceux que fournit le mode  $R_1$  à ceci près que le pas d'échantillonnage est maintenant de 0,1 nm (d'où la terminologie adoptée de *haute définition*, et non de haute résolution). A titre d'information, la répétabilité de la mesure d'une ligne de base est de 0,967 ± 0,044 en mode HD et de 0,958 ± 0,047 en mode  $R_1$ .

**3.5.3.3.4 Conclusions pratiques** Désormais, nous utiliserons essentiellement trois modes de traitement :

- le mode RS<sub>1024</sub>, qui est globalement comparable à SALSA 1 et intègre le résultat de la mesure sur la largeur spectrale de la raie d'éclairage; il donne accès à des mesures de résolution standard (typiquement 2 nm),
- le mode  $R_1$ , qui donne accès à des mesures à haute résolution (typiquement 0,2 nm), mais dont le pas d'échantillonnage (typiquement 1 nm) est sensiblement plus élevé que cette résolution,
- le mode HD (pour *haute définition*) que nous venons de décrire au paragraphe précédent.

## 3.5.4 Qualification métrologique de l'instrument SALSA 2

Nous nous limiterons à considérer ici les paramètres qui sont susceptibles d'avoir été modifiés par l'évolution de structure de notre montage, à savoir essentiellement le rapport S/B, la dynamique et le couple justesse/résolution spectrale.

#### 3.5.4.1 Rapport Signal à Bruit

La méthode utilisée pour effectuer cette mesure est identique à celle décrite au paragraphe 3.4.4.2.2.3 et met en œuvre un désalignement progressif du collimateur de réception. Nous nous sommes limités à une seule longueur d'onde (700 nm) et ne réaliserons pas ici de comparaison avec les prédictions d'un modèle théorique, compte tenu de la complexité de sa structure dans le cas où le signal est une fonction locale de point à la surface du CCD de détection.

Cette évaluation du rapport S/B a été réalisée dans deux modes particuliers de traitement, à savoir le mode RS<sub>1024</sub> (comparable à SALSA 1) et le mode R<sub>1</sub>. Dans ce dernier cas, cela nous a conduit à estimer la valeur moyenne et l'écart-type du pixel  $i_0$ , soit  $i_0 = 500 \pm$ 1,7 (cet écart-type est équivalent à  $\pm$  85 pm, ce qui correspond à peu de choses près à la performance fournie par ANDOR en terme de reproductibilité spectrale).

Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.58, les courbes continues correspondant, comme dans le cas SALSA 1, à des modèles de comportement. La valeur de la transmission critique est ici de 5,  $4 \times 10^{-10}$ , les rapports S/B étant respectivement de 110 en mode RS<sub>1024</sub> et de 90 en mode R<sub>1</sub>. Ces valeurs restent donc compatibles avec notre objectif global de performance (répétabilité de l'ordre de 1%), et l'on constate que la valeur obtenue en mode R<sub>1</sub> est proche de celle obtenue en mode RS<sub>1024</sub>, ce qui est très prometteur vis-à-vis de la qualité des résultats attendus en mode HD.



FIGURE 3.58 – Évolution du rapport signal à bruit en fonction de la transmission de l'échantillon

cercles bleu clair : résultats expérimentaux en mode  $RS_{1024}$ ; cercles rouges : résultats expérimentaux en mode  $R_1$ ; courbes continues : modèles de comportement en mode  $RS_{1024}$ , courbe bleu clair et en mode  $R_1$ , courbe rouge

### 3.5.4.2 Dynamique

Cette mesure de dynamique a été réalisée en plaçant dans le porte-échantillon un disque métallique (densité infinie) et en enregistrant les signaux acquis par le montage sur la gamme [400 nm - 930 nm] par pas de 5 nm (cf. Figure 3.59).

Si on fait abstraction des 50 premiers nanomètres (c'est-à-dire de 400 à 450 nm), où la puissance délivrée par la source à supercontinuum est relativement faible, la valeur moyenne de cette signature est de  $4, 4 \times 10^{-12}$  en mode  $RS_{1024}$  et de  $1, 4 \times 10^{-12}$  en mode  $R_1$ .



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ \textbf{3.59-Signature spectrale de l'instrument SALSA 2} \\ {\rm Points \ bleu \ clair, \ mode \ RS_{1024} ; \ points \ rouges, \ mode \ R_1} \end{array}$ 

Ce résultat est réellement excellent, et très comparable aux performances du montage SALSA 1, dont la bande spectrale d'intégration était pourtant de 2 nm, à comparer à 0,05 nm dans le cas SALSA 2\_R<sub>1</sub>. En fait, ceci est assez logique, car l'utilisation, comme détecteur, d'un spectromètre à forte dispersion agit comme filtre réjecteur vis-à-vis de la lumière parasite.

#### 3.5.4.3 Justesse et résolution spectrale

Cette analyse sera menée, comme dans le cas de SALSA 1, en mesurant la transmission du filtre  $F_1$ , et en comparant les résultats obtenus en mode HD avec ceux présentés aux paragraphes 3.4.4.4 et 3.5.2.3. La Figure 3.60 présente le résultat de ces mesures, en les mettant en regard de celles obtenues avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050 ainsi qu'avec les valeurs définies par le design du filtre. On notera la qualité de l'accord entre ces dernières et les mesures fournies par SALSA 2, ainsi que la finesse de la résonance enregistrée autour de 690 nm.



 $\label{eq:FIGURE 3.60-Transmission spectrale du filtre F_1 \\ \mbox{courbe verte, mesures Perkin-Elmer Lambda 1050; courbe bleu clair, données théoriques; } \\ \mbox{courbe noire, mesures SALSA 2}$ 

De manière à illustrer l'apport de SALSA 2 par rapport à SALSA 1, tant sur ces aspects justesse que résolution spectrale, nous avons placé à la Figure 3.61 le même graphe que précédemment, mais limité à la plage de longueurs d'onde comprises entre 600 et 700 nm. Les améliorations sont tout-à-fait spectaculaires. On notera également la réduction du pas d'échantillonnage à 0,1 nm dans le cas SALSA 2 (mode HD).



 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 3.61-Transmission spectrale du filtre $F_1$ (zoom sur le domaine spectral comprisentre 600 et 700 nm) \\ & \mbox{courbe verte, mesures Perkin-Elmer Lambda 1050; courbe bleu clair, données théoriques; courbe rouge, mesures SALSA 2 } \end{array}$ 

## 3.6 Mesures de diffusion

La qualification de notre instrument étant maintenant obtenue, par le biais de mesures de transmission, il est temps de rappeler que notre démarche visait également, et dans un certain sens, surtout, à mesurer les flux diffusés par des filtres interférentiels complexes. Ce mode de fonctionnement met toutefois en œuvre des opérations de **calibration** différentes de celles utilisées lors de mesures de transmission ou de réflexion, et la présentation des résultats obtenus y est en outre spécifique, puisque l'on passe de la mesure de transmissions spectrales à l'enregistrement des dépendances angulaire et spectrale d'indicatrices de diffusion. Ceci aura notamment un impact sur la structure de la **signature** de notre montage. Ce sont donc ces deux points particuliers (calibration, signature) que ce paragraphe 3.6 va maintenant traiter, avant d'illustrer de manière préliminaire les potentialités de ce montage au travers de la caractérisation de deux composants simples, à savoir un **miroir quart d'onde** et un **absorbeur de lumière**.

## 3.6.1 Calibration

Un étalonnage fin du diffusomètre est indispensable pour convertir les signaux mesurés en indicatrice de diffusion normalisée (ARS). La calibration de l'instrument est obtenue grâce à la mesure d'un échantillon de référence dont la loi de diffusion spectrale et angulaire est parfaitement connue.

L'échantillon de calibration que nous avons utilisé est un diffuseur lambertien (cf. paragraphe 1.2.2), fabriqué par la société LABSPHERE (figure 3.62). On rappelle que l'indicatrice de diffusion d'un tel diffuseur est définie par :

$$\operatorname{ARS}_{\operatorname{Lamb}}(\theta, \lambda) = \frac{\rho(\lambda)}{\pi} \cos\theta = \operatorname{BRDF} \cos\theta \qquad (3.52)$$

où  $\theta$  désigne l'angle de reprise, également appelé angle de diffusion, et  $\rho$  l'albédo du diffuseur lambertien, dont la dépendance spectrale a fait l'objet d'une mesure et d'une certification par le NIST (*National Institute of Standards and Technology*, USA). La valeur de cet albédo est supérieure à 95% dans un domaine de longueurs d'onde allant de 0,4 à 2,5  $\mu$ m. A 633 nm, il vaut précisément 0,998.



FIGURE 3.62 – Diffuseur lambertien certifié NIST utilisé pour la calibration

La procédure de calibration à la longueur d'onde  $\lambda$  consiste à enregistrer les variations du signal  $S_M(\theta, \lambda)$  fourni par notre montage en fonction de l'angle  $\theta$ , puis à appliquer à ces valeurs un coefficient de calibration  $C_e(\lambda)$ , et enfin à ajuster la valeur de ce coefficient de calibration de manière à minimiser l'écart quadratique moyen entre données expérimentales et modèle théorique, soit :

$$D_e(\lambda) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^{N} [C_e(\lambda) S_M(\theta_n, \lambda) - \text{ARS}_{\text{Lamb}}(\theta_n, \lambda)]^2}$$
(3.53)

où N désigne le nombre d'angles  $\theta_n$  pour les quels la mesure a été effectuée à la longueur d'onde  $\lambda.$ 

Cette procédure de minimisation offre l'avantage de permettre une identification rapide (et simple) d'éventuels défauts de réglages de notre banc.

A chaque mesure de diffusion, on utilisera ce coefficient pour convertir le signal mesuré en valeurs ARS calibrées, exprimées en  $sr^{-1}$ , soit :

$$\operatorname{ARS}_{\operatorname{Lamb}}(\theta, \lambda)$$
 (3.54)

Cette procédure de calibration nous permet en outre d'évaluer la précision de notre montage dans le mode diffusomètre, puisque celle-ci est directement reliée à la valeur de la fonction d'écart  $D_e$  calculée dans le cas du diffuseur lambertien. Le résultat obtenu est présenté à la Figure 3.63 en fonction de la longueur d'onde. Cette précision est donc de l'ordre de 0,6% sur l'ensemble du domaine d'étude.



FIGURE 3.63 – Précision de mesure du diffusomètre en fonction de la longueur d'onde

## 3.6.2 Signature de l'instrument

#### 3.6.2.1 Présentation générale

Cette signature est mesurée en l'absence d'échantillon. Sa dépendance spectrale et angulaire dans le demi-espace réfléchi est présentée à la Figure 3.64, et mise en regard de l'indicatrice mesurée dans les mêmes conditions avec le diffuseur lambertien étalon. La



FIGURE 3.64 – Dynamique de mesure de l'instrument en mode diffusomètre sur la plage [400 nm-1000 nm]

distance entre la mesure du lambertien et la signature de l'instrument définit la dynamique de notre montage en terme de mesures de diffusion. Elle est de l'ordre de 8 décades et le niveau de la BRDF la plus faible mesurable est de l'ordre de  $10^{-8}$  sr<sup>-1</sup>, ce qui correspond approximativement au niveau de la diffusion RAYLEIGH par l'air ambiant.



FIGURE 3.65 – Dynamique de mesure de l'instrument en mode diffusomètre sur la plage angulaire [5° - 190°] à la longueur d'onde de 700 nm Courbe verte, loi de LAMBERT; points bleus, mesure du diffuseur étalon; points noirs, signature de l'instrument

La Figure 3.65 montre la dépendance angulaire complète (BRDF et BTDF) de cette signature à la longueur d'onde particulière de 700 nm.

On notera la qualité de l'accord entre la loi théorique de LAMBERT et le résultat des mesures expérimentales réalisées sur le diffuseur étalon. On notera également la remontée de la signature de l'instrument au voisinage de l'angle de  $180^{\circ}$  (faisceau transmis). En fait, à cette valeur particulière d'angle qui correspond au flux transmis, la BRDF apparente excède de manière notable celle associée à un diffuseur lambertien (typiquement, elle est de l'ordre de  $10^4$ , en accord avec les calculs d'ordre de grandeur effectués au paragraphe 3.1).

Il nous a donc paru important de faire une mesure complète de cette signature, y compris dans les flux transmis et réfléchis, de manière à pouvoir la modéliser et prendre ainsi en compte sa forme exacte dans l'utilisation de données résultant de calculs théoriques.

#### 3.6.2.2 Modélisation numérique de la signature expérimentale

La Figure 3.66 représente le résultat d'une mesure expérimentale de cette signature réalisée avec le montage SALSA 2, à 550 nm, entre 5 et 225°, tandis que les Figures 3.67 et 3.68 permettent de mieux appréhender les variations de cette réponse angulaire autour du faisceau spéculaire transmis (180°), tout d'abord avec une échelle logarithmique (Figure 3.67), puis avec une échelle linéaire (Figure 3.68). Les résultats ne sont pas exprimées ici en sr<sup>-1</sup>, mais simplement normés par rapport à la valeur maximale (flux transmis).







FIGURE 3.67 – Signature de l'instrument SALSA 2 enregistrée à 550 nm au voisinage du faisceau spéculaire transmis (échelle logarithmique) (points verts : mesures expérimentales - ligne noire : modèle numérique)



FIGURE 3.68 – Signature de l'instrument SALSA 2 enregistrée à 550 nm au voisinage du faisceau spéculaire transmis (échelle linéaire) (points verts : mesures expérimentales - ligne noire : modèle numérique)

Pour modéliser cette signature, nous avons procédé de la manière suivante :

• On commence par mesurer, entre 400 nm et 1000 nm, la dépendance spectrale du

fond diffus F, c'est-à-dire de la valeur du signal mesuré en l'absence d'échantillon lorsque l'angle de reprise est fixé à  $110^{\circ}$ .

Le résultat obtenu est représenté sur la Figure 3.69 en unités logarithmiques (points bleus).



FIGURE 3.69 – Dépendance spectrale de la signature de l'instrument SALSA enregistrée à 110° entre 400 et 1000 nm (points bleus, mesures expérimentales courbe noire, modèle numérique)

La courbe noire correspond à un modèle numérique de cette dépendance spectrale, d'équation :

$$\log_{10} F(\lambda) = -H_1 + K(\lambda - \lambda_0)^{\zeta}$$
(3.55)

avec :

$$H_1 = 8,332; K = 1,504 \times 10^{-4}; \lambda_0 = 693,5; \zeta = 1,556$$

• On modélise ensuite la réponse angulaire **normée** du montage autour d'un faisceau spéculaire de direction  $\theta_0$  à l'aide de l'expression numérique suivante :

$$\mathcal{R}_N(\theta, \theta_0) = \sqrt{G^2(\theta, \theta_0) + L^2(\theta, \theta_0)}$$
(3.56)

avec :

$$\log_{10} G(\theta, \theta_0) = -A \left[ 1 - e^{-B(\theta - \theta_0)^{\alpha}} \right]$$
(3.57)

et :

$$\log_{10} L(\theta, \theta_0) = -A \left[ 1 - \frac{C}{1 + D(\theta - \theta_0)^{\beta}} \right]$$
(3.58)

Ce modèle numérique associe une pseudo-gaussienne G et une pseudo-lorentzienne L de manière à rendre compte de manière convenable de la dépendance angulaire de la réponse, tant en unités linéaires qu'en unités logarithmiques, et ce, pour toute la plage couverte par le montage SALSA (soit typiquement entre 0° et 225°).

On ajuste les valeurs des différents paramètres apparaissant dans les relations (3.57) et (3.58) de manière à ce que la prise en compte simultanée des réponses associées aux pics incident (0°) et transmis (180°), c'est-à-dire :

$$\mathcal{R}_N(\theta, 0^\circ) + \mathcal{R}_N(\theta, 180^\circ) \tag{3.59}$$

corresponde le mieux possible aux valeurs expérimentales enregistrées à 3 longueurs d'onde particulières (450 nm, 550 nm et 700 nm) entre  $0^{\circ}$  et 225°.

On obtient ainsi :

$$B = 2,923; \alpha = 3,777; C = 0,681; D = 0,436; \beta = 1,106$$
  
 $A(450) = 11,874; A(550) = 12,214; A(700) = 12,734$ 

Si l'on souhaite conserver le caractère normé de cette réponse, il ne reste plus qu'à transposer à la quantité A la dépendance spectrale établie pour le fond diffus F. Il vient :

$$\log_{10} A(\lambda) = H_2 - K(\lambda - \lambda_0)^{\zeta}$$
(3.60)

avec :  $H_2 = 12,643$  (les autres paramètres conservant les mêmes valeurs que celles mentionnées plus haut, soit :  $K = 1,504 \times 10^{-4}$ ;  $\lambda_0 = 693,5$ ;  $\zeta = 1,556$ ).

Les courbes présentées sous la forme de lignes noires continues sur les Figures 3.66, 3.67 et 3.68 correspondent à la dépendance angulaire de la réponse normée  $\mathcal{R}_N$  calculée à l'aide de ce modèle numérique. On notera la qualité de l'accord obtenu sur l'ensemble de la plage angulaire, ainsi que sur les 12 décades de variation de cette réponse.

#### 3.6.2.3 Prédiction d'un résultat expérimental

La disponibilité de ce modèle va nous permettre, connaissant, à une longueur d'onde particulière, la dépendance angulaire théorique de l'indicatrice de diffusion d'un échantillon, enregistrée en lumière naturelle et dans le plan d'incidence, de prédire le résultat de la mesure qui devrait être fourni par l'instrument SALSA 2 dans les mêmes conditions opératoires.

Cette modélisation des effets de la signature angulaire viendra compléter celle réalisée dans le domaine spectral et qui tient compte du profil spectral effectif de la source utilisée.

On désignera par  $\lambda_0$  la longueur d'onde particulière à laquelle la simulation est effectuée, par  $\theta_1^i$  l'angle d'incidence du faisceau lumineux sur l'échantillon et par  $\theta$  l'angle définissant la direction de mesure dans le référentiel du laboratoire. On considèrera que l'échantillon est une lame à faces planes et parallèles dont seule la face avant est source de diffusion (la face arrière sera supposée parfaitement plane) et on ne tiendra pas compte de la contribution des réflexions multiples.

L'indicatrice de diffusion théorique de l'échantillon est alors composé de 4 termes :

• un premier terme correspondant à la diffusion de la face avant vers le milieu incident, soit :

$$\operatorname{ARS}_{1}(\theta) = \frac{1}{2} [\operatorname{ARS}_{1}^{SS}(\theta_{1}^{i}, \theta - \theta_{1}^{i}) + \operatorname{ARS}_{1}^{PP}(\theta_{1}^{i}, \theta - \theta_{1}^{i})]$$
(3.61)

pour  $\theta$  variant entre 0 et  $\theta_1^i + 90^\circ$ ,

• un second terme correspondant à la diffusion de cette face avant vers le substrat, transmise par la face arrière, soit :

$$ARS_{3}(\theta) = \frac{1}{2} [ARS_{3}^{SS}(\theta_{1}^{i}, 180^{\circ} + \theta_{1}^{i} - \theta) + ARS_{3}^{PP}(\theta_{1}^{i}, 180^{\circ} + \theta_{1}^{i} - \theta)]$$
(3.62)

pour  $\theta$  variant entre  $\theta_1^i + 90^\circ$  et  $\theta_1^i + 180^\circ$ ,

• un troisième terme correspondant à l'onde monochromatique mono-directionnelle réfléchie par l'échantillon, soit :

$$\operatorname{ARS}_{2}(\theta) = R(\lambda_{0})\,\delta(\theta - 2\theta_{1}^{i}) \tag{3.63}$$

où  $\delta$  désigne la distribution de Dirac et  $R(\lambda_0)$  le coefficient de réflexion du substrat à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , en lumière naturelle,

• un quatrième terme correspondant à l'onde monochromatique mono-directionnelle transmise par l'échantillon, soit :

$$\operatorname{ARS}_4(\theta) = T(\lambda_0) \,\delta(\theta - 180^\circ) \tag{3.64}$$

où  $T(\lambda_0)$  désigne le coefficient de transmission du substrat à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , en lumière naturelle.

Pour prédire le résultat de la mesure fourni par l'instrument SALSA sur un tel échantillon, il suffit de simuler le processus physique qui correspond à cette mesure en convoluant la réponse angulaire  $\mathcal{R}_N$  définie au paragraphe 3.6.2.2 avec la dépendance angulaire de l'indicatrice théorique, soit :

$$S_{exp}(\theta) = \int_{u} \operatorname{ARS}_{th}(u) \mathcal{R}_{N}(\theta - u) \, du = \sum_{i=1}^{4} S_{i} \int_{u} \operatorname{ARS}_{i}(u) \mathcal{R}_{N}(\theta - u) \, du$$
(3.65)

où les termes  $S_i$  désignent des coefficients de calibration.

Considérons tout d'abord les termes associés aux flux spéculaires (i = 2, 4) et, pour fixer les idées, celui correspondant par exemple au flux réfléchi (i = 2). Le signal enregistré de manière expérimentale a dans ce cas pour expression :

$$S_{exp}^{(2)}(\theta) = S_2 R(\lambda_0) \mathcal{R}_N(\theta - 2\theta_1^i)$$
(3.66)

Nous souhaitons que le signal enregistré au voisinage de ce flux réfléchi spéculaire soit exprimé dans un système d'unités qui l'assimile à une indicatrice de diffusion. Il suffit pour cela de remplacer le coefficient  $S_2$  par l'inverse du terme constant qui nous a permis de transposer la dépendance spectrale du fond diffus F vers celle du paramètre A, soit :

$$S_2 = S = 10^{[F(\lambda) - A(\lambda)]} = 10^{[H_2 - H_1]} = 10^{4,311} = 20\,444$$

De la même manière, dans le cas du flux transmis (i = 4), il vient :

$$S_{exp}^{(4)}(\theta) = ST(\lambda_0)\mathcal{R}_N(\theta - 180) \tag{3.67}$$

Dans le cas des indicatrices de diffusion théoriques, qui sont déjà exprimées dans la bonne unité, il suffira de diviser le résultat du produit de convolution par l'intégrale de la réponse normée  $\mathcal{R}_N$ , soit :

$$S_1 = S_3 = \frac{1}{\int_u \mathcal{R}_N(u) \, du} \tag{3.68}$$

D'autre part, pour réaliser de manière simple le calcul du produit de convolution, il sera utile de réunir les deux termes  $ARS_1(\theta)$  et  $ARS_2(\theta)$  en une seule et même fonction de l'angle  $\theta$ , soit :

$$ARS(\theta) = \begin{cases} ARS_1(\theta) & \forall \theta \in [0, \theta_1^i + 90^\circ] \\ ARS_2(\theta) & \forall \theta \in [\theta_1^i + 90^\circ, \theta_1^i + 180^\circ] \end{cases}$$
(3.69)

En synthèse, la prédiction du résultat expérimental correspondant à la mesure par l'instrument SALSA de l'indicatrice de diffusion d'un échantillon de caractéristiques théoriques connues sera donnée par :

$$S_{exp}(\theta) = SR(\lambda_0)\mathcal{R}_N(\theta - 2\theta_1^i) + \frac{\int_u ARS(u)\mathcal{R}_N(\theta - u) \, du}{\int_u \mathcal{R}_N(u) \, du} + ST(\lambda_0)\mathcal{R}_N(\theta - 180) \quad (3.70)$$

#### 3.6.3 Exemples de mise en œuvre sur des composants simples

#### 3.6.3.1 Miroir quart d'onde

Le premier échantillon que nous allons considérer est un miroir centré à 532 nm pour une incidence de 45°. Le coefficient de réflexion spéculaire a été mesuré pour une incidence de 45° avec l'instrument SALSA 1, puis avec le spectrophotomètre PERKIN-ELMER Lambda 1050 pour comparaison. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.70. Comme on peut le voir, les 2 instruments donnent des résultats identiques.



FIGURE 3.70 – Coefficient de réflexion spéculaire du miroir  $M_1$  pour un angle d'incidence de 45° Points violets, mesure Perkin-Elmer Lambda 1050; points bleus, mesure SALSA 1

Le coefficient de réflexion présente un minimum à  $\lambda = 440$  nm, un maximum  $R_{\text{max}}$  à  $\lambda = 532$  nm et prend la valeur  $R_{\text{max}}/2$  à  $\lambda = 700$  nm. Nous avons décidé de mesurer les indicatrices de diffusion à ces trois longueurs d'onde afin de voir si celles-ci présentaient une dépendance spectrale plus ou moins marquée. Les mesures de diffusion ont été réalisées sur le domaine angulaire [-45°; 180°] par pas de 1°, l'origine des angles étant prise sur la normale à l'échantillon. Les pics mesurés aux angles de 45° et de 135° sont bien évidemment les faisceaux réfléchis et transmis par le composant.



 $\label{eq:FIGURE 3.71-Indicatrices de diffusion du miroir $M_1$ mesurées avec SALSA 2$ Courbe bleu clair, mesure SALSA 1 à 440 nm; courbe verte, mesure SALSA 1 @ 532 nm; courbe rouge, mesure SALSA 1; points bleu clair, Signature SALSA 1 @ 440 nm; points verts, Signature SALSA 1 @ 532 nm; points rouges, Signature SALSA 1 @ 700 nm \\$ 

#### 3.6.3.2 Absorbeur de lumière

Le deuxième échantillon testé est un absorbeur de lumière. Le design de ce type de composant fait appel à des alternances de couches diélectriques et de couches métalliques dont les épaisseurs sont choisies de manière à ce que le composant présente des niveaux de réflectivité  $R(\lambda)$  très faibles et des transmissions  $T(\lambda)$  nulles sur de larges gammes spectrales. Par conséquent, ils absorbent la quasi totalité de la lumière incidente, puisque :

$$A(\lambda) = 1 - R(\lambda) - T(\lambda) \tag{3.71}$$

Ces traitements sont notamment utilisés dans le spatial où ils sont appliqués sur des baffles situés au voisinage des plans focaux de détection. Le composant testé ici est un absorbeur achromatique comprenant une vingtaine de couches déposées sur une surface rugueuse. Une mesure de la BDRF a été réalisée à la longueur d'onde de 600 nm sur le domaine angulaire allant de 5° à 89°. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.72. L'accord entre mesures expérimentales et modélisation théorique est réellement excellent.



FIGURE 3.72 – Indicatrice de diffusion d'un absorbeur de lumière mesurée à  $\lambda = 600$  nm Courbe noire, modélisation théorique; points rouges, mesures expérimentales

Sur les composants dont les réponses optiques présentent des variations spectrales ou angulaires douces, les mesures réalisées présentent un excellent accord avec les données théoriques, ce qui confirme la qualité de la métrologie que nous avons mis au point, mais aussi la qualité de réalisation des composants. Il s'agit maintenant d'effectuer des tests et des comparaisons similaires dans le cas de composants plus complexes.

# Chapitre

## Caractérisation de filtres optiques complexes

## Sommaire

4.1 Tra	nsmission spectrale de filtres interférentiels complexes 116
4.1.1	Filtre de notch
4.1.2	Filtres bord de bande 117
4.1.3	Filtres pour l'imagerie multispectrale
4.1.4	Conclusion partielle
4.2 Diff	usion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels
com	plexes
4.2.1	Lobes angulaires de diffusion
4.2.2	Oscillations spectrales de diffusion
4.2.3	Analyse spectralement résolue de la lumière diffuse 133
4.2.4	Métrologie spectralement et angulairement résolue de la lumière
	diffuse
4.3 Syn	$ m th\dot{e}se$

Dans le chapitre 3, nous avons présenté en détail l'instrument SALSA et montré qu'il était capable de mesurer, de manière fine, non seulement la dépendance spectrale des coefficients de transmission et de réflexion de composants optiques, mais aussi leurs indicatrices de diffusion angulairement et spectralement résolues. Une fois cette qualification acquise, nous allons pouvoir utiliser ce nouveau moyen de mesure pour caractériser des composants de nature complexe, dont certaines des propriétés optiques sont, en conséquence, connues pour être très délicates, voire impossibles à mesurer.

Pour ce faire, nous avons sélectionné deux types de composants :

- tout d'abord, 5 filtres interférentiels fournis par trois fabricants de réputation internationale (THORLABS, SEMROCK et IRIDIAN) et considérés comme représentatifs des problèmes de caractérisation que ces fabricants rencontrent,
- ensuite, 3 filtres conçus pour des applications de type imagerie multispectrale et développés par l'équipe Couches Minces Optiques de l'Institut Fresnel dans le cadre de projets collaboratifs impliquant la société CILAS.

Tous ces composants ont été caractérisés en transmission à l'aide des variantes 2.0 ou 2 de SALSA. En outre, les 3 filtres destinés à l'imagerie multispectrale ont fait l'objet d'une caractérisation complète en diffusion à l'aide, soit de SALSA 1, soit de SALSA 2.

# 4.1 Transmission spectrale de filtres interférentiels complexes

Nous présenterons dans cette partie les résultats des mesures de transmission effectuées sur les 8 filtres définis plus haut. Ils correspondent aux fonctions de filtrage suivantes :

- un filtre inverse, également appelé filtre de notch (SEMROCK NF03-785E-25),
- un filtre passe-bas (SEMROCK FF01-680-SP),
- trois filtres passe-haut (THORLABS FELH0750, IRIDIAN NanoEdge 532 et IRIDIAN NanoEdge 785),
- trois filtres Institut Fresnel/CILAS destinés à l'imagerie multispectrale (F<sub>1</sub>, F<sub>2A</sub> et F<sub>2B</sub>).

## 4.1.1 Filtre de notch

Les filtres optiques appelés filtres de *notch* sont utilisés pour transmettre la totalité du spectre à l'exception d'une bande relativement étroite autour d'une longueur d'onde spécifique. Il s'agit donc de la fonction inverse de celle qui correspond à un filtre passe bande, d'où la terminologie de filtre *inverse* parfois utilisée pour les désigner. La principale difficulté pour mesurer précisément la réponse spectrale de ce type de filtre réside dans l'influence, sur le niveau de réjection apparent, du taux de lumière parasite de l'instrument utilisé pour la mesure. En effet, comme toutes les longueurs d'onde sont passantes à l'exception de celles situées dans l'étroite bande de réjection, un faible taux de lumière diffusée pour chacune d'entre elles suffit à réduire de manière très importante la valeur

de la densité apparente qui caractérise cette bande de réjection. Dans le cas du composant testé, cette réjection est centrée à 785 nm et présente une largeur de bande de 39 nm.

On peut voir à la Figure 4.1, le coefficient de transmission mesuré pour ce filtre avec le banc SALSA 2.0, c'est-à-dire dans la configuration intermédiaire utilisant la caméra PIXIS 1024-B et le monochromateur Shamrock SR-193i-B1. Cette mesure est ici comparée à la mesure fournie par le constructeur et réalisée avec un spectrophotomètre commercial.





Comme on peut le voir, les mesures réalisées par l'instrument SALSA sont parfaitement superposées à celles fournies par le constructeur. La valeur la plus faible du coefficient de transmission mesuré est légèrement inférieure à  $10^{-6}$ , ce qui est accessible aux meilleurs spectrophotomètres du commerce. Le résultat obtenu montre donc simplement que le banc SALSA 2.0 présente un très faible taux de lumière parasite, ce qui n'est pas réellement une surprise, compte tenu du double étage de filtrage auquel il a recours.

## 4.1.2 Filtres bord de bande

#### 4.1.2.1 Filtre passe-bas

Un filtre passe-bas, comme son nom l'indique, laisse passer toutes les longueurs d'onde en dessous d'une longueur d'onde spécifiée, appelée longueur d'onde de coupure, et bloque donc toutes les longueurs d'onde supérieures à celle-ci. Les paramètres importants sont le niveau de transmission dans la partie passante (qui doit être aussi proche que possible de

100% et exempt d'oscillations spectrales, ou *ripples*), le niveau de réjection dans la partie bloquante (qui doit correspondre aux densités optiques les plus grandes possibles) et la raideur de la pente (*edge steepness*) dans la zone de transition entre partie passante et partie bloquante.

Pour quantifier plus précisément cette raideur de pente, nous utiliserons la définition qu'en donne la société SEMROCK sur son site web. Cette raideur de pente y est définie par la quantité  $|\lambda_1 - \lambda_2|$ , où  $\lambda_1$  désigne la longueur d'onde la plus proche de la transition où la densité optique est supérieure ou égale à 6 et  $\lambda_2$ , celle située dans cette même zone de transition et où la transmission est égale à 50% (cf. Figure 4.2).



FIGURE 4.2 – Définition de la raideur de pente (*Edge Steepness*) de la transmission spectrale d'un filtre bord de bande



FIGURE 4.3 – Transmission spectrale du filtre passe-bas SEMROCK FF01-680-SP Courbe verte, mesures SEMROCK; courbe bleue, mesures SALSA 2.0; courbe rouge, mesures SALSA 2 HD

La Figure 4.3 présente les résultats des mesures effectuées par SEMROCK sur ce filtre passe-bas (courbe verte), et en comparaison, celles que nous avons obtenues avec l'instrument SALSA, tout d'abord dans sa version prototype 2.0 (courbe bleue), puis dans sa version finale SALSA 2 (courbe rouge). On notera le gain significatif obtenu sur la mesure des niveaux de réjection grâce à l'emploi du banc SALSA (de l'ordre de 4 décades), la cohérence entre mesures SALSA 2.0 et mesures SALSA 2 (notamment dans la zone correspondant au bord de bande), et enfin le gain en résolution auquel donne accès l'utilisation du montage SALSA 2 en mode *Haute Définition* (cf. Figure 4.4).



FIGURE 4.4 – Comparaison des résultats obtenus à l'aide de deux variantes du banc SALSA 2 Courbe bleue, mesures SALSA 2.0; courbe rouge, mesures SALSA 2 HD



FIGURE 4.5 – Comparaison entre les résultats obtenus avec SALSA 2 dans deux modes différents de traitement des données Points bleu clair, mode de traitement R1; points rouges, mode de traitement HD

La comparaison, sur la structure oscillante apparaissant dans la bande de réjection, des résultats obtenus dans deux modes différents de traitement des données (mode R1 et mode HD, cf. Figure 4.5) met en relief la qualité des valeurs de transmission estimées à l'aide du mode HD.

A partir de l'ensemble de ces résultats de mesure, il est possible de déterminer les raideurs de pente de ce filtre passe-bas et de comparer les valeurs obtenues en fonction du moyen de caractérisation utilisé (cf. Figure 4.6 et Table 4.1).



 $\label{eq:FIGURE 4.6-Zoom sur la zone de transition du filtre passe-bas SEMROCK FF01-680-SP Courbe verte, mesures SEMROCK; courbe bleue, mesures SALSA 2.0; courbe rouge, mesures SALSA 2; Ligne horizontal violette, T = 50%; ligne horizontale rouge sombre, T = 10^{-6}$ 

Mesures	$\lambda_1 \text{ (nm)}$	$\lambda_2 \text{ (nm)}$	Raideur de	Raideur de
			pente (nm)	pente (%)
Semrock	674,2	655,7	18,5	2,8%
SALSA 2	662,6	653,5	9,1	1,4%

TABLE 4.1 – Mesures comparatives de la raideur de pente du filtre passe-bas SEMROCK FF01-680-SP

Ces résultats appellent deux commentaires :

- tout d'abord, on notera que les mesures obtenues avec les deux variantes de SALSA 2 sont totalement identiques, alors que ces mesures ont été effectuées à près de 9 mois d'intervalle et en utilisant deux détecteurs différents : c'est un résultat très satisfaisant, qui nous conforte sur la qualité, tant en niveau qu'en longueur d'onde, de notre métrologie,
- ensuite, on constate que la raideur de pente définie par SALSA 2 (9,1 nm en valeur et 1,4% en relatif) est deux fois inférieure à celle mesurée par SEMROCK, ce qui montre l'apport important de notre banc à ce type de caractérisation.

#### 4.1.2.2 Filtre passe-haut THORLABS

Ce type de filtre est le symétrique exact du filtre passe-bas étudié au paragraphe 4.1.2.1, c'est-à-dire qu'il laisse passer toutes les longueurs d'onde supérieures à la longueur d'onde de coupure et bloque celles qui lui sont inférieures. Les résultats des mesures de transmission spectrale sont présentés à la Figure 4.7. Cette fois-ci, par rapport aux mesures réalisées avec des moyens classiques, le gain est de près de 5 décades, ce qui permet d'identifier une structure de profil spectral complexe entre 400 et 590 nm que les données THORLABS ne permettaient pas de voir.



FIGURE 4.7 – Transmission spectrale du filtre passe-haut THORLABS FELH750 courbe verte, données THORLABS; courbe bleue, mesures SALSA 2.0; courbe rouge, mesures SALSA 2

Un autre fait marquant, déjà souligné dans le cas du filtre passe-bas SEMROCK FF01-680-SP est l'identité des résultats de mesure obtenus à 9 mois d'intervalle par SALSA 2.0 et SALSA 2. En effet, comme il n'y pas ici de résonances fines dans le spectre de la partie passante, la résolution de SALSA 2.0 (typiquement 2 nm) était suffisante pour les enregistrer sans déformation.

On notera enfin un léger décalage sur la position du front montant, situé autour de 750 nm, entre les données constructeur et les mesures SALSA 2 : il semble correct d'attribuer ce décalage au fait que les données constructeur sont des données commerciales, et n'ont donc pas été forcément mesurées ni sur le même échantillon, ni sur la même série de dépôt.

Enfin, la mesure des raideurs de pente réalisées à l'aide des deux types de valeurs (données THORLABS et mesures SALSA 2) est présentée de manière synthétique dans la Table 4.2. Des valeurs relatives aussi faibles que 0,6% sont donc accessibles à notre montage.

Mesures	$\lambda_1 \ (nm)$	$\lambda_2 \ (nm)$	Raideur de	Raideur de
			pente (nm)	pente (%)
THORLABS	747,2	753,6	6,4	0,85%
SALSA	745,1	749,5	4,4	0,6%

TABLE 4.2 – Mesures comparatives de la raideur de pente du filtre passe haut THORLABS FELH750

#### 4.1.2.3 Filtres à forte raideur de pente ou NanoEdge

**4.1.2.3.1 Présentation générale** Ces filtres NanoEdge nous ont été confiés par la société canadienne IRIDIAN et sont des filtres de type passe-haut que cette société développe et commercialise pour des applications de spectroscopie Raman. Ils permettent en effet de bloquer de manière extrêmement efficace un rayonnement laser excitateur tout en laissant passer le spectre de diffusion inélastique Raman et permettre ainsi une mesure des composantes Stokes de très faible décalage. Pour répondre à ce besoin, les filtres NanoEdge présentent des raideurs de pente extrêmes. Nous avons à notre disposition deux filtres dont la longueur d'onde de coupure est respectivement égale à 532 nm (NanoEdge 532) et 785 nm (NanoEdge 785). Ils sont tous les deux spécifiés pour présenter des raideurs de pentes de l'ordre de 0,2%.

La structure de ces filtres est en fait analogue à des filtres de *notch*, mais dont les taux de réjection correspondraient à des densités gigantesques, comprises entre 70 et 80, tel qu'illustré par les courbes théoriques présentées à la Figure 4.8.



FIGURE 4.8 – Transmission spectrale théorique des filtres IRIDIAN NanoEdge courbe bleue, filtre NanoEdge 532; courbe rouge, filtre NanoEdge 785

Les coefficients de transmission de ces deux filtres ont été tout d'abord mesurés avec le montage SALSA 2 nominal, où les fibres d'éclairage FOL1 et de reprise FOL2 sont des fibres à cœur carré dont les cotés sont respectivement égaux à 70 et 140  $\mu$ m. Le traitement

des données a été réalisée en mode HD. Ces mesures ont été comparées avec celles que nous avait fournies la société IRIDIAN, et qui comprenaient :

- une mesure réalisée avec un spectrophotomètre classique (AGILENT Cary 7000 ) sur la gamme [300 nm 1200 nm], au pas de 0.5 nm,
- une mesure réalisée avec un analyseur de spectre YOKOGAWA AQ6373B (résolution 0,1 nm), sur une gamme réduite autour de la longueur d'onde de coupure.



FIGURE 4.9 – Transmission spectrale du filtre IRIDIAN NanoEdge 532 Courbe bleu clair, design; courbe verte, mesures Cary 7000; courbe rouge, mesures SALSA 2 HD



FIGURE 4.10 – Transmission spectrale du filtre IRIDIAN NanoEdge 785 Courbe bleu clair, design; courbe verte, mesures Cary 7000; courbe rouge, mesures SALSA 2 HD

On constate dans un premier temps que les densités optiques mesurées avec SALSA 2 dans la bande de réjection de chacun des deux filtres sont supérieures à 10 alors qu'elles sont comprises entre 4 et 6 dans le cas des mesures Cary 7000. En outre, dans les zones de recouvrement de ces deux déterminations (SALSA 2 et Cary 7000), les courbes de transmission sont quasi superposées et en très bon accord avec les valeurs prédites par le design théorique.

La zone la plus délicate à mesurer sur ces filtres n'est néanmoins pas la forte densité à l'intérieur de leur bande de réjection (même si nous sommes loin de pouvoir accéder à la valeur réelle, proche d'une densité optique de 75 !), mais la raideur de leur front de montée (*Edge Steepness*) au voisinage de la longueur d'onde de coupure. La Figure 4.11 présente une vue *zoomée* des résultats précédents en les complétant par les mesures réalisées par IRIDIAN avec l'analyseur de spectre YOKOGAWA AQ6373B.



FIGURE 4.11 – Zoom sur la zone de transition du filtre IRIDIAN NanoEdge 785 Courbe bleu clair, design; courbe verte, mesures Cary 7000; courbe bleu, mesures AQ6373B; courbe rouge, mesures SALSA 2

On notera que, sous réserve de se limiter à une densité optique de 3, les mesures obtenues avec SALSA 2 sont comparables à celles fournies par le Cary 7000, alors que les mesures OSA sont très proches de celles définies par le design du filtre. Ce résultat est quelque peu surprenant (nous aurions évidemment souhaité que les mesures SALSA 2 soient les plus proches des valeurs définies par le design), mais il peut éventuellement s'expliquer par un manque de résolution du montage SALSA 2. En effet, avec la fibre à cœur carré de 140  $\mu$ m de côté dont est équipé le montage en entrée du spectromètre ANDOR, cette résolution R peut être estimée à 0,4 nm, grâce à l'application de la formule approchée suivante :

$$R \sim \frac{2a\gamma}{p}D\tag{4.1}$$

où 2a désigne le côté de la fibre,  $\gamma$  le grandissement transverse du spectrographe, D sa dispersion linéaire (0,0478 nm/pixel) et p la dimension d'un pixel de la caméra CCD NEWTON.

Pour gagner en résolution, nous avons donc choisi de remplacer la fibre FOL2 par une fibre à cœur carré de 70  $\mu$ m de côté (R = 0,2 nm), et la fibre FOL1 par une fibre à cœur circulaire de 50  $\mu$ m de diamètre (afin de conserver un couplage optimal). En outre, afin d'optimiser la précision de la mesure, nous avons restreint l'étendue du domaine spectral de mesure ([515 nm - 535 nm] dans le cas du filtre NanoEdge 532, [770 nm - 790 nm] dans celui du filtre NanoEdge 785) et utilisé un pas de 0,1 nm, de manière à pouvoir mettre en œuvre un traitement des données de type R1 (dans lequel les défauts éventuels de reproductibilité spectrale de notre montage sont quasiment sans effet). Le résultat obtenu dans le cas du filtre NanoEdge 785 est présenté à la Figure 4.12.





On constate qu'entre, d'une part, 784 nm et 785,9, et d'autre part 787,1 nm et 788 nm, les valeurs mesurées avec SALSA 2 HD sont confirmées par les résultats SALSA 2 HR1. Les transmissions respectivement obtenues entre 786 nm et 787 nm sont sensiblement différentes et semblent à l'inverse se rapprocher du profil théorique, mais sans que nous puissions être complètement catégoriques à ce sujet, compte tenu du bruit relativement important de mesure auquel nous sommes confrontés dans ce cas et à la forme un peu étonnante du spectre de transmission entre 786,5 nm et 787 nm.

Les résultats obtenus avec la même approche dans le cas du filtre NanoEdge 532 sont présentés à la Figure 4.13. En premier lieu, on constate que le front de montée est décalé d'environ 1,5 nm par rapport au profil spectral du design et au résultat de la mesure réalisée par IRIDIAN à l'aide de l'analyseur optique de spectre YOKOGAWA AQ6373B (résolution 0,2 nm). Compte tenu des diverses validations effectuées sur les deux instruments, il parait plausible d'attribuer ce décalage au fait que les deux mesures n'ont pas été réalisées sur le même échantillon, mais sur deux témoins différents.



En second lieu, on observe bien une augmentation de la raideur de pente entre les mesures à haute résolution spectrale HR1 et les mesures à haute définition HD, la valeur obtenue étant maintenant comparable à celle déterminée avec l'analyseur de spectre.

FIGURE 4.13 – Mesure à haute résolution spectrale du coefficient de transmission du filtre IRIDIAN NanoEdge 532 au voisinage de la longueur d'onde de coupure Courbe bleu clair, design; points verts, mesures Cary 7000; points bleus, mesures AQ6373B; points rouges, mesures SALSA 2 HD; points jaunes, mesure SALSA 2HR1

Nous sommes maintenant en mesure de synthétiser l'ensemble des valeurs de raideur de pente obtenues par ces différentes méthodes. Dans la mesure où la détectivité de l'analyseur de spectre YOKOGAWA est limitée à une transmission de  $10^{-3}$ , on calculera ici la raideur de la pente en prenant cette valeur comme limite basse. Mais, à titre comparatif, on donnera également la valeur obtenue en prenant  $10^{-6}$  comme limite basse de transmission, comme défini au paragraphe 4.1.2.1. Les valeurs relatives au filtre NanoEdge 532 sont regroupées à la Table 4.3, tandis que celles correspondant au filtre NanoEdge 785 sont présentées à la Table 4.4.

Instrument	OD	$\lambda_1 \ (nm)$	$\lambda_2 \ (nm)$	raideur de	raideur de
				pente (nm)	pente (%)
Design	3	532,80	532,98	0,18	$0,\!03\%$
AQ6373B	3	532,62	$532,\!95$	0,33	0,06%
SALSA 2 HD	3	531,21	$531,\!97$	0,76	0,14%
SALSA 2 HR1	3	531,25	531,68	0,43	$0,\!08\%$
Design	6	$532,\!53$	532,98	0,45	$0,\!08\%$
SALSA 2 HR1	6	529,80	531,68	1,88	$0,\!35\%$

TABLE 4.3 – Mesures comparatives de la raideur de pente du filtre IRIDIAN Nano Edge532

Instrument	OD	$\lambda_1 \ (nm)$	$\lambda_2 \text{ (nm)}$	raideur de	raideur de
				pente (nm)	pente $(\%)$
Design	3	786,22	786,54	0,32	0,04%
AQ6373B	3	786,18	786,46	0,28	0,11%
SALSA 2 HR1	3	786,31	787,19	0,88	0,08%
Design	6	785,81	786,54	0,73	0,09%
SALSA 2 HR1	6	784,48	787,19	2,71	0,34%

TABLE 4.4 – Mesures comparatives de la raideur de pente du filtre IRIDIAN Nano Edge785

A la vue de ces différents résultats, il semble que la limite de résolution de notre montage soit de l'ordre de 0.1% en terme de raideur de pente relative, mais que celui-ci mette clairement en évidence une décroissance de la transmission plus lente que celle prévue par le design sur les bords de bande de ces filtres NanoEdge.

Les différents filtres que nous venons de tester ont permis de mettre en évidence la capacité de l'instrument SALSA à mesurer les flux transmis ou réfléchis par des composants optiques présentant des fonctions de filtrage à haut niveau de complexité. Nous allons donc maintenant utiliser ce même banc pour caractériser les composants pour lesquels l'instrument a été conçu, c'est-à-dire des filtres pour l'imagerie multispectrale.

## 4.1.3 Filtres pour l'imagerie multispectrale

Les fonctions de filtrage requises pour l'imagerie multispectrale sont des filtres passe-bande dont la transmission dans la partie passante est proche de 100% et qui présentent des taux de réjection supérieurs à 4 OD sur la bande passante correspondant à la sensibilité de photodétecteurs au silicium, c'est-à-dire, typiquement, de 400 nm à 1000 nm. Les largeurs de bande sont typiquement comprises entre 20 et 50 nm en fonction de l'application envisagée.

De telles fonctions de filtrage sont délicates à réaliser, aussi utilise-t-on souvent les deux faces d'un même substrat pour séparer la fonction globale en deux sous-filtres distincts qui réalisent, chacun, une partie de la fonction de filtrage souhaitée.

Nous nous intéresserons ici à une fonction de filtrage de ce type, appelée désormais  $F_2$  et dont un démonstrateur a été réalisé dans le cadre d'un projet collaboratif entre l'ESA, les entreprises CILAS et SODERN, et l'institut FRESNEL (Équipes Couches Minces Optiques et CONCEPT). Le premier filtre ( $F_{2A}$ ) permet de définir une bande de filtrage centrée sur 440 nm et assure une partie des blocages, tandis que le deuxième ( $F_{2B}$ ) complète ces blocages de manière à obtenir le niveau de réjection souhaité sur toute la bande de fonctionnement.

Les Figures 4.14 et 4.15 présentent, en unités logarithmiques, les résultats des mesures de transmission qui ont été réalisées avec SALSA 2, où elles sont comparées aux réponses théoriques prévues par la synthèse. Ces mesures ont été obtenues dans le mode de traitement HD.



 $\label{eq:FIGURE 4.14-Transmission spectrale du filtre \ F_{2A} \\ \ courbe \ bleu \ clair, \ design ; \ courbe \ verte, \ mesures \ Perkin-Elmer \ Lambda \ 1050 ; \ courbe \ noire, \\ \ mesures \ SALSA \ 2 \ HD \\ \$ 



 $\label{eq:FIGURE 4.15 - Transmission spectrale du filtre F_{2B} \\ {\rm courbe \ bleu \ clair, \ design}; \ {\rm courbe \ noire, \ mesures \ SALSA \ 2 \ HD}$ 

On notera la qualité de l'accord obtenu pour ces deux filtres entre données théoriques et résultats de mesure, les courbes de couleur noire (*Mesures*) faisant pratiquement disparaitre celles de couleur bleu clair (*Design*).

Il nous a paru intéressant de présenter également (cf. Figure 4.16), en unités linéaires, les résultats des mesures de transmission spectrale du filtre  $F_{2A}$  obtenus avec l'instrument SALSA 2, mode HD, sur la gamme [500 nm - 700 nm]. En effet, elles mettent en évidence la qualité de reproduction de la structure complexe de résonances qui apparaissent dans ce domaine du spectre, en particulier autour de 580 nm (séparation de deux composantes étroites distantes de 4 nm).



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 4.16 \ - \ Zoom \ sur \ la \ transmission \ spectrale \ du \ filtre \ F_{2B} \\ {\rm courbe \ bleu \ clair, \ design} \ ; \ courbe \ noire, \ mesures \ SALSA \ 2 \ HD \end{array}$ 

Un autre exemple de filtre dédié à l'imagerie multispectrale est celui que nous avons abondamment utilisé au moment du développement et de la qualification du banc SALSA. Il s'agit du filtre que nous avons appelé  $F_1$  au chapitre 3. Ce filtre a été réalisé dans le cadre d'un développement collaboratif entre le CNES, les sociétés CILAS et EADS-SODERN, et l'Institut Fresnel (Équipes RCMO & CONCEPT). Le résultat des mesures obtenues avec SALSA 2, également en mode HD, est présenté pour mémoire à la Figure 4.17.

## 4.1.4 Conclusion partielle

Les résultats de mesures présentés au paragraphe précédent démontrent les performances, sans équivalent à notre connaissance au niveau mondial, du montage que nous avons développé et nous rendent donc confiants sur sa capacité à mesurer non seulement des fonctions de transmission, comme prouvé dans ce paragraphe 4.1, mais également les dépendances spectrale et angulaire des indicatrices de diffusion qui leur correspondent. Nous nous trouverons en effet confrontés à l'acquisition de signaux de dynamique comparable à celle que nous venons de connaitre (celle-ci se trouve en effet intrinsèquement limitée par la diffusion RAYLEIGH dans l'air) et présentant des variations d'une grande rapidité, non seulement spectrale, comme ici, mais également angulaire.



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 4.17 \ - \ {\rm Transmission} \ {\rm spectrale} \ {\rm du} \ {\rm filtre} \ {\rm F}_1 \\ {\rm courbe} \ {\rm bleu} \ {\rm clair}, \ {\rm design} \ ; \ {\rm courbe} \ {\rm noire}, \ {\rm mesures} \ {\rm SALSA} \ 2 \ {\rm HD} \end{array}$ 

Tout le travail de qualification que nous avons mené dans le cas de ces mesures de transmission nous garantit que les indicatrices de diffusion que nous allons pouvoir maintenant enregistrer ne seront entachées d'aucune erreur significativement supérieure au pour cent.

## 4.2 Diffusion spectrale et angulaire par des filtres interférentiels complexes

Comme nous avons pu le voir dans le chapitre 2, les filtres conçus pour l'imagerie multispectrale présentent, du fait de leur complexité, des lobes de diffusion pouvant être spectraux et angulaires. C'est d'ailleurs la nécessité de disposer d'un moyen capable de quantifier précisément de tels lobes qui a initié le développement de l'instrument SALSA. Nous allons donc dans cette partie illustrer par quelques exemples l'apport de SALSA à la caractérisation de la diffusion lumineuse de ce type de composants.

Dans le cadre de cette thèse, un travail réellement conséquent a été mené pour générer, grâce à SALSA, une base de données expérimentales d'indicatrices de diffusion associées à de nombreux composants. Nous ne présenterons pas ici l'ensemble de ces résultats, mais uniquement ceux en rapport avec les filtres  $F_1$  et  $F_{2B}$  qui illustrent amplement les différentes difficultés expérimentales que l'on peut rencontrer et qui n'apparaissent pas dans le cas de composants dits *simples* que nous avons présentés à la fin du Chapitre 3.

## 4.2.1 Lobes angulaires de diffusion

Les Figures 4.18 et 4.19 présentent le résultat des mesures de la dépendance angulaire des indicatrices de diffusion des filtres  $F_1$  et  $F_{2B}$  réalisées avec SALSA 1 à leurs longueurs d'onde de centrage respectives,  $\lambda_1 = 782$  nm et  $\lambda_2 = 443$  nm.



FIGURE 4.18 – Dépendance angulaire de l'indicatrice de diffusion du filtre F<sub>1</sub> à sa longueur d'onde de centrage ( $\lambda_1 = 782 \text{ nm}$ ) Points rouges, mesures SALSA 1; courbe noire, modélisation théorique



FIGURE 4.19 – Dépendance angulaire de l'indicatrice de diffusion du filtre  $F_{2B}$  à sa longueur d'onde de centrage ( $\lambda_2 = 443$  nm) Points rouges, mesures SALSA 1; courbe noire, modélisation théorique

Pour ces deux indicatrices, la mesure est comparée à l'indicatrice théorique convoluée par la modélisation de la signature spectrale de l'instrument. On peut noter ici la présence de lobes angulaires de diffusion qui engendrent des niveaux de lumières parasite aux grands angles 10 à 100 fois plus élevés qu'autour de 40°. Par ailleurs, bien que l'accord entre théorie et expérience soit très satisfaisant, en particulier en ce qui concerne le positionnement des lobes de diffusion, il n'est pas aussi parfait que pour les composants simples. Cet écart peut avoir plusieurs origines parmi lesquelles on peut citer la contribution de la face arrière du substrat dans les modèles de diffusion ou l'éventuelle présence de défauts sur la surface qui a pour effet d'augmenter les niveaux de diffusion au voisinage de la tranche de l'échantillon ( $\theta = 90^{\circ}$ ).

Ces effets sont d'autant plus forts que le niveau de lumière transmise par l'échantillon est élevé. Pour confirmer ces hypothèses, nous avons donc tracé à la Figure 4.20 les indicatrices angulaires calculée et mesurée pour une longueur d'onde choisie dans la bande de réjection  $(\lambda_3 = 800 \text{ nm})$ . On constate effectivement, que, dans ce cas, l'accord entre la mesure et la modélisation est bien meilleur. Celui-ci pourrait être très certainement encore amélioré si l'on prenait en compte la contribution de la face arrière et/ou la signature angulaire du montage.



FIGURE 4.20 – Dépendance angulaire de l'indicatrice de diffusion du filtre F<sub>1</sub> à une longueur d'onde située dans sa bande de réjection ( $\lambda_3 = 800$  nm) Points rouges, mesures SALSA 1; courbe noire, modélisation théorique

## 4.2.2 Oscillations spectrales de diffusion

L'un des intérêts majeurs de l'instrument SALSA est qu'il permet de choisir le paramètre de balayage de la mesure, qui peut donc être soit l'angle, soit la longueur d'onde. En conséquence, il permet de mesurer l'indicatrice spectrale pour un angle de diffusion  $\theta$  donné. On peut ainsi voir à la Figure 4.21 la dépendance spectrale de l'indicatrice mesurée sur le filtre F<sub>1</sub> à l'angle de diffusion  $\theta = 134^{\circ}$ . On constate un bon accord global entre

la mesure expérimentale et la modélisation numérique. Il reste cependant un écart de niveau significatif entre, d'une part, 650 nm et 710 nm, et d'autre part, 800 nm et 850 nm, qui nécessiterait très certainement, pour être compensé, de prendre en compte la présence de la deuxième face du composant dans le calcul des intensités diffusées. Enfin, la structure qui apparait sur les données expérimentales entre 550 nm et 650 nm reste difficile à expliquer, vu l'écart de niveau avec le modèle théorique qui la caractérise (plus de 2 décades).



 $\begin{array}{l} \mbox{FIGURE 4.21-Dépendance spectrale de l'indicatrice de diffusion du filtre $F_1$ enregistrée} \\ \mbox{a un angle de diffusion $\theta$ de $134^\circ$} \\ \mbox{Points rouges, mesures SALSA 1; courbe noire, modélisation théorique} \end{array}$ 

On peut par ailleurs noter ici que, pour ce filtre, l'indicatrice spectrale est comparable à l'image miroir de la fonction de transmission sur la gamme spectrale localisée autour de la bande passante du filtre et a un comportement similaire, mais pas identique, à la fonction de transmission sur le reste du spectre.

## 4.2.3 Analyse spectralement résolue de la lumière diffuse

Nous disposons maintenant de tous les outils nécessaires à une analyse fine des dépendances spectrale et angulaire de la lumière diffusée par un filtre complexe. Il nous reste cependant, avant de procéder à l'étude complète des différents composants, à définir le mode de traitement optimal de l'information spectrale, comme nous l'avons fait au Chapitre 3 dans le cas des mesures de transmission.

Pour ce faire, après avoir réalisé, avec SALSA 2, une mesure complète de l'indicatrice de diffusion du filtre  $F_1$  sur la gamme [400 nm - 900 nm], par pas de 5 nm, et sur la

plage angulaire [10°- 180°], par pas de 5°, nous avons tracé les dépendances spectrales qui en résultent aux angles de diffusion de 130° et 150°, pour lesquels nous avons identifié des oscillations spectrales présentant de forts contrastes. Les courbes correspondant aux deux modes de traitement  $R_1$  et  $RS_{1024}$  sont présentées aux Figures 4.22 (130°) et 4.23 (150°).





 $\begin{array}{l} \mbox{Figure 4.23-Dépendance spectrale de l'indicatrice de diffusion du filtre $F_1$ mesurée avec SALSA 2 à l'angle de 150° $$ Points bleu clair, mode de traitement $$ RS_{1024}$; Points rouges, mode de traitement $$ R_1$ $$ \end{array}$ 

On constate que, contrairement à ce qui a été mis en évidence dans le cas de mesures de transmission, les résultats obtenus ne dépendent pas de manière significative du mode de traitement employé (on rappelle que le mode  $RS_{1024}$  est globalement comparable à SALSA 1). Les résultats que nous présenterons désormais utiliseront donc, sans que nous le précisions forcément, l'un ou l'autre de ces deux modes de traitement.

# 4.2.4 Métrologie spectralement et angulairement résolue de la lumière diffuse

Les dépendances spectrales et angulaires de l'indicatrice de diffusion du filtre  $F_1$  sont présentées en unités logarithmiques sous forme d'une surface dont la valeur locale est codée en fausses couleurs. Le faisceau incident fait un angle de 5° avec la normale à l'échantillon, de sorte que ces cartographies intègrent la mesure du flux réfléchi (à 10°) et celle du flux transmis (à 180°). La surface présentée sur la partie gauche de la Figure correspond au résultat des mesures expérimentales, tandis que celle placée à la partie droite représente le résultat d'une modélisation numérique qui prend en compte la réponse angulaire de notre montage (cf. paragraphe 3.6.2.3).



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 4.24 - {\rm Représentation} \ en \ fausses \ couleurs \ de \ la \ dépendance \ spectrale \ et \ angulaire \ de \ l'indicatrice \ de \ diffusion \ du \ filtre \ F_1 \\ {\rm graphe} \ de \ gauche, \ mesures \ expérimentales ; \ graphe \ de \ droite, \ modélisation \ théorique \end{array}$ 

L'accord entre résultats expérimentaux et modélisation théorique est tout-à-fait satisfaisant. On notera en particulier, dans la partie BTDF de l'indicatrice, la présence conjointe d'une structure en Y dont l'une des branches est horizontale et qui vient se raccorder sur la partie passante du spectre de transmission, autour de 780 nm. On observe également une certaine *dilution* des contrastes dans la surface expérimentale dont on peut penser qu'elle est, au moins partiellement, liée à la contribution de la face arrière du substrat. La qualité de cet accord Théorie/Expérience apparait tout aussi clairement si l'on adopte un mode de représentation 3D, comme utilisé à la Figure 4.25 (on notera le changement d'échelle adopté pour les mesures expérimentales, pour prendre en compte cet effet de *dilution*).


 $\begin{array}{l} \mbox{FIGURE 4.25-Visualisations 3D de la dépendance spectrale et angulaire de l'indicatrice de diffusion du filtre $F_1$, sous deux angles de vue différents graphes de gauche, mesures expérimentales; graphes de droite, modélisations théoriques } \end{array} } \label{eq:FIGURE 4.25-Visualisations 3D}$ 

La même étude a été réalisée sur le filtre  $F_{2B}$ , qui offre l'intérêt de présenter de fines et nombreuses oscillations spectrales dans son indicatrice de diffusion.

La dépendance spectrale et angulaire de l'indicatrice de diffusion de ce filtre est présentée à la Figure 4.26, avec à gauche le résultat des mesures expérimentales et à droite celui des modélisations théoriques.

Le même type de comparaison Théorie/Expérience est effectuée sur des visualisations 3D de cette indicatrice de diffusion à la Figure 4.27. La qualité de l'accord est toute aussi satisfaisante que dans le cas du filtre  $F_1$ .



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 4.26 - {\rm Représentation \ en \ fausses \ couleurs \ de \ la \ dépendance \ spectrale \ et \ angulaire \ de \ l'indicatrice \ de \ diffusion \ du \ filtre \ F_{2B} \\ {\rm graphe \ de \ gauche, \ mesures \ expérimentales ; \ graphe \ de \ droite, \ modélisation \ théorique } \end{array}$ 



 $\begin{array}{l} {\rm FIGURE} \ 4.27 - {\rm Visualisations} \ 3D \ de \ la \ dépendance \ spectrale \ et \ angulaire \ de \ l'indicatrice \\ de \ diffusion \ du \ filtre \ F_{2B} \\ {\rm graphe} \ de \ gauche, \ mesures \ expérimentales ; \ graphe \ de \ droite, \ modélisation \ théorique \\ \end{array}$ 

### 4.3 Synthèse

Les résultats expérimentaux présentés dans ce Chapitre prouvent la capacité de l'instrument SALSA à caractériser de manière exhaustive et fidèle les propriétés optiques de filtres interférentiels complexes, et à réaliser de telles caractérisations sur une large bande spectrale et une grande dynamique de détection.

Cet outil métrologique étant maintenant validé et qualifié, il sera désormais utilisé au sein de l'équipe CONCEPT, dans la continuité de cette thèse, pour accompagner les

évolutions des modèles numériques et physiques qui y sont développés, et ce dans le but notamment de mieux appréhender les phénomènes contrôlant l'apparition de lobes angulaires de diffusion.

### Conclusions et Perspectives

L'objectif assigné *in fine* au programme de recherche dans lequel cette thèse s'inscrit consistait à mieux appréhender la nature des phénomènes responsables de l'**exaltation aux grands angles de la diffusion de la lumière par des filtres interférentiels complexes**, tels que ceux que l'on est susceptible d'utiliser sur des imageurs multispectraux. Ces systèmes mettent en effet en œuvre des filtres à forte structuration spatiale placés au plus près des plans focaux de détection, ce qui rend critique, en terme de diaphotie, l'existence de semblables diffusions.

Pour parvenir à remplir un tel objectif, il était absolument nécessaire de se doter, dans un premier temps, d'un instrument qui permette de caractériser ces phénomènes avec une grande qualité métrologique. En effet, la modélisation des phénomènes de diffusion de la lumière dans des empilements à grand nombre de couches est particulièrement complexe, vu le nombre important de paramètres qu'il est nécessaire de prendre en compte (et dont certains sont difficiles à quantifier). La confrontation entre théorie et expérience ne peut donc être réellement utile que si les résultats d'une mesure apparaissent à la fois comme **complets** et **certains** : *complets* aussi bien en termes de profondeur de détection que de couverture angulaire et spectrale, *certains* en termes de précision photométrique, de résolution spectrale et de sélectivité angulaire.

L'instrument que nous avons développé dans le cadre de cette thèse (SALSA) remplit à l'évidence ces objectifs. Le concept de synchronisation passive d'un détecteur CCD faible bruit nous a en effet permis d'atteindre une dynamique de détection de plus de 12 décades sur laquelle la précision de la majorité des acquisitions est limitée par le bruit de photons et de l'ordre du pour cent en valeur relative. La gamme spectrale de fonctionnement correspond globalement à celle d'un détecteur CCD (soit 400 nm - 1000 nm). En outre, la mise en œuvre de la variante 2 de SALSA, dans laquelle une analyse spectrale à haute résolution de la raie accordable pré-sélectionnée par un hologramme de volume permet d'éliminer tout effet de diaphotie spectrale, et donne accès à des mesures dont la résolution spectrale peut être choisie *a posteriori* entre 0,2 nm et 2 nm, et ce, sans diminution significative de la dynamique de détection.

Il nous parait également nécessaire de préciser que cet instrument est totalement automatisé (il peut être opéré à distance depuis un bureau à l'aide d'une connexion TCP/IP sécurisée), extrêmement fiable (des acquisitions d'une durée continue de près de 7 jours ont ainsi été réalisées) et d'une grande reproductibilité (des résultats identiques ont été obtenus à plus d'un an d'intervalle, et ce, parfois, avec des variantes différentes de fonctionnement). Dans le futur, il pourrait malgré tout s'avérer utile de doter cet instrument de quelques fonctionnalités additionnelles, parmi lesquelles on citera :

- l'extension du domaine spectral à l'infrarouge proche, de manière à couvrir la gamme spectrale allant de 400 nm à 1700 nm (une démarche allant dans ce sens a d'ores et déjà été entreprise),
- l'ajout de polariseurs sur les collimateurs d'émission et de réception, de manière à rendre possible des études résolues en polarisation des indicatrices de diffusion (SS, SP, PS et PP),
- le développement d'un mode de traitement à résolution spectrale autoadaptative, c'est-à-dire dont la finesse spectrale serait automatiquement ajustée à celle des motifs spectraux enregistrés.

Vis-à-vis de la compréhension des mécanismes de diffusion dans ces filtres interférentiels complexes, la qualité métrologique des résultats que nous avons obtenus dans quelques cas de mise en œuvre représentatifs ont permis de mettre en évidence que, malgré leur grande similitude, les mesures expérimentales ne coïncident pas de manière parfaite avec les résultats de nos modélisations théoriques. Dans un premier temps, il nous faudra améliorer ces dernières, en prenant en compte l'effet perturbateur de la **face arrière du substrat**. Il serait également intéressant d'envisager la mise au point d'un programme de **Reverse Engineering** qui permette d'estimer la rugosité effective de chacune des interfaces au sein de l'empilement, dans une hypothèse de réalisation sans erreur du dépôt (ce qui, sur les machines modernes de dépôt, ne constitue pas une hypothèse irréaliste).

A partir de là, deviendrait envisageable une **optimisation du design de l'empilement sous contrainte de spécifications de diffusion**. A l'évidence, ce sera extrêmement complexe, mais quelques progrès, même limités, dans une telle direction aurait des retombées d'un intérêt majeur.

Enfin, la possibilité que nous offre la version 2 de SALSA de mesurer les contributions au flux diffusé de longueurs d'onde différentes de celles définies par le faisceau d'illumination ouvre la voie à la quantification de la présence d'éventuelles **diffusions inélastiques**, incluant la fluorescence dans le substrat ou dans les couches elles-mêmes.

### Bibliographie

- H. Davies, "The reflection of electromagnetic waves from a rough surface," Proceedings of the IEE-Part IV : Institution Monographs 101, 209–214 (1954).
- [2] H. E. J. Bennett and J. O. Porteus, "Relation between surface roughness and specular reflectance at normal incidence," J. Opt. Soc. Am. 51, 123–129 (1961).
- [3] J. C. Stover, *Optical scattering : measurement and analysis*, vol. 2 (SPIE optical engineering press Bellingham, WA, 1995).
- [4] A. A. Maradudin, Light scattering and nanoscale surface roughness (Springer Science & Business Media, 2010).
- [5] U. S. N. B. of Standards and F. E. Nicodemus, Geometrical considerations and nomenclature for reflectance, vol. 160 (US Department of Commerce, National Bureau of Standards, 1977).
- [6] S. W. WIKIPEDIA.
- [7] D. Ristau, S. Schröder, and A. Duparré, "Measurement of light scattering, transmittance, and reflectance," in "Laser-Induced Damage in Optical Materials," (CRC Press, 2014), pp. 213–246.
- [8] J. Lorincik and J. Fine, "Focusing properties of hemispherical mirrors for total integrating scattering instruments," Applied Optics 36, 8270–8274 (1997).
- [9] M. Hauptvogel, S. Schroeder, T. Herffurth, M. Trost, A. von Finck, A. Duparre, and T. Weigel, "Light scattering techniques for the characterization of optical components," in "International Conference on Space Optics,", vol. 7 (2014), vol. 7, p. 10.
- [10] S. W. Zygo.
- [11] C. Amra, Diffusion de la lumière par les surfaces et les volumes (Ed. Techniques Ingénieur, 2009).
- [12] J. Elson and J. Bennett, "Vector scattering theory," Optical Engineering 18, 182116– 182116 (1979).
- [13] J. Elson, J. P. Rahn, and J. Bennett, "Light scattering from multilayer optics : comparison of theory and experiment," Applied Optics 19, 669–679 (1980).
- [14] P. Bousquet, F. Flory, and P. Roche, "Scattering from multilayer thin films : theory and experiment," J. Opt. Soc. Am. 71, 1115–1123 (1981).
- [15] J. Elson, "Angle-resolved light scattering from composite optical surfaces," Periodic Structures, Gratings, Moire Patterns, and Diffraction Phenomena I 240, 296–305 (1981).

- [16] C. Amra, "Light scattering from multilayer optics. i. tools of investigation," J. Opt. Soc. Am. A 11, 197–210 (1994).
- [17] S. Kassam, A. Duparré, K. Hehl, P. Bussemer, and J. Neubert, "Light scattering from the volume of optical thin films : theory and experiment," Applied optics 31, 1304–1313 (1992).
- [18] C. Amra, "First-order vector theory of bulk scattering in optical multilayers," J. Opt. Soc. Am. A 10, 365–374 (1993).
- [19] C. Amra, C. Grèzes-Besset, and L. Bruel, "Comparison of surface and bulk scattering in optical multilayers," Applied Optics 32, 5492–5503 (1993).
- [20] M. Zerrad, C. Deumié, M. Lequime, C. Amra, and M. Ewart, "Light-scattering characterization of transparent substrates," Applied optics 45, 1402–1409 (2006).
- [21] M. Zerrad, C. Deumié, M. Lequime, and C. Amra, "An alternative scattering method to characterize surface roughness from transparent substrates," Optics express 15, 9222–9231 (2007).
- [22] J. Elson, "Infrared light scattering from surfaces covered with multiple dielectric overlayers," Applied optics 16, 2872–2881 (1977).
- [23] C. Amra, "Light scattering from multilayer optics. ii. application to experiment," J. Opt. Soc. Am. A 11, 211–226 (1994).
- [24] C. Amra, G. Albrand, and P. Roche, "Theory and application of antiscattering single layers : antiscattering antireflection coatings," Applied Optics 25, 2695–2702 (1986).
- [25] H. Giovannini and C. Amra, "Scattering-reduction effect with overcoated rough surfaces : theory and experiment," Applied optics 36, 5574–5579 (1997).
- [26] C. Amra, "From light scattering to the microstructure of thin-film multilayers," Applied Optics 32, 5481–5491 (1993).
- [27] J. M. Eastman, "Surface scattering in optical interference coatings (a)," Journal of the Optical Society of America (1917-1983) 66, 164 (1976).
- [28] C. Amra, J. H. Apfel, and E. Pelletier, "Role of interface correlation in light scattering by a multiplayer," Applied Optics 31, 3134–3151 (1992).
- [29] C. AMRA, "Développement et comparaison de deux théories vectorielles de la diffusion de la lumière par des surfaces peu rugueuses : application à l'étude des surfaces et des empilements de couches diélectriques," Ph.D. thesis (1986).
- [30] C. Amra, "Light scattering in optical coatingsrecent advances for a better investigation of experiment," in "Optical Interference Coatings," (1986).
- [31] C. Amra, P. Roche, and E. Pelletier, "Interface roughness cross-correlation laws deduced from scattering diagram measurements on optical multilayers : effect of the material grain size," J. Opt. Soc. Am. B 4, 1087–1093 (1987).
- [32] C. Amra, C. Grezes-Besset, P. Roche, and E. Pelletier, "Description of a scattering apparatus : application to the problems of characterization of opaque surfaces," Applied optics 28, 2723–2730 (1989).
- [33] C. Amra and P. Bousquet, "Scattering from surfaces and multilayer coatings : recent advances for a better investigation of experiment," in "1988 Intl Congress on Optical Science and Engineering," (International Society for Optics and Photonics, 1989), pp. 82–97.

- [34] C. Amra, D. Torricini, Y. Boucher, L. Bruel, and E. P. Pelletier, "Scattering from optical surfaces and coatings : an easy investigation of microroughness," in "The Hague'90, 12-16 April," (International Society for Optics and Photonics, 1990), pp. 72–81.
- [35] C. Amra and S. Maure, "Electromagnetic power provided by sources within multilayer optics : free-space and modal patterns," J. Opt. Soc. Am. A 14, 3102–3113 (1997).
- [36] C. Amra, C. Deumie, and O. Gilbert, "Elimination of polarized light scattered by surface roughness or bulk heterogeneity," Optics express 13, 10854–10864 (2005).
- [37] C. Amra, D. Torricini, and P. Roche, "Multiwavelength (0.45–10.6 μm) angle-resolved scatterometer or how to extend the optical window," Applied Optics 32, 5462–5474 (1993).
- [38] M. Zerrad, "Contribution au développement d'un banc de mesure spectrale de la diffusion. application à des composants optiques variés," mémoire de master (2003).
- [39] M. Zerrad, M. Lequime, and C. Amra, "Multimodal scattering facilities and modelization tools for a comprehensive investigation of optical coatings," (2011).
- [40] M. Lequime, M. Zerrad, C. Deumié, and C. Amra, "A goniometric light scattering instrument with high-resolution imaging," Optics Communications 282, 1265–1273 (2009).
- [41] L. Mattsson, J. Ingers, and J. M. Bennett, "Wavelength dependence of angle-resolved scattering in the extreme-ultraviolet-visible region," Applied Optics 33, 3523–3532 (1994).
- [42] S. Schroder, S. Gliech, and A. Duparré, "Measurement system to determine the total and angle-resolved light scattering of optical components in the deep-ultraviolet and vacuum-ultraviolet spectral regions," Applied optics 44, 6093–6107 (2005).
- [43] S. Schroder, T. Herffurth, M. Trost, and A. Duparré, "Angle-resolved scattering and reflectance of extreme-ultraviolet multilayer coatings : measurement and analysis," Applied optics 49, 1503–1512 (2010).
- [44] E. Church, H. Jenkinson, and J. Zavada, "Relationship between surface scattering and microtopographic features," Optical Engineering 18, 182125–182125 (1979).
- [45] T. A. Germer, J. C. Stover, and S. Schroder, "Chapter 8 angle-resolved diffuse reflectance and transmittance," in "SpectrophotometryAccurate Measurement of Optical Properties of Materials,", vol. 46 of *Experimental Methods in the Physical Sciences*, J. C. Z. Thomas A. Germer and B. K. Tsai, eds. (Academic Press, 2014), pp. 291 – 331.
- [46] S. Schröder, T. Herffurth, H. Blaschke, and A. Duparré, "Angle-resolved scattering : an effective method for characterizing thin-film coatings," Applied optics 50, C164– C171 (2011).
- [47] T. Herffurth, S. Schröder, M. Trost, A. Duparré, and A. Tünnermann, "Comprehensive nanostructure and defect analysis using a simple 3d light-scatter sensor," Applied optics 52, 3279–3287 (2013).
- [48] A. von Finck, T. Herffurth, S. Schröder, A. Duparré, and S. Sinzinger, "Characterization of optical coatings using a multisource table-top scatterometer," Applied optics 53, A259–A269 (2014).

- [49] J. L. Miller, "Multispectral infrared bidirectional reflectance distribution function forward-scatter measurements of common infrared black surface preparations and materials," Optical Engineering 45, 056401–056401 (2006).
- [50] M. Trost, S. Schroder, A. Duparré, S. Risse, T. Feigl, U. D. Zeitner, and A. Tünnermann, "Structured mo/si multilayers for ir-suppression in laser-produced euv light sources," Optics express 21, 27852–27864 (2013).

## Publications et communications réalisées dans le cadre de cette thèse

### RICL

- 1. S. Liukaityte, M. Lequime, M. Zerrad, T. Begou, et C. Amra, "Broadband spectral transmittance measurements of complex thin-film filters with optical densities of up to 12," Opt. Lett. 40, 3225-3228 (2015)
- 2. M. Lequime, S. Liukaityte, M. Zerrad, et C. Amra, "Ultra-wide-range measurements of thin-film filter optical density over the visible and near-infrared spectrum," Opt. Express 23, 26863-26878 (2015)
- A. Ghabbach, M. Zerrad, G. Soriano, S. Liukaityte, et C. Amra, "Depolarization and enpolarization DOP histograms measured for surface and bulk speckle patterns," Opt. Express 22, 21427-21440 (2014)

#### **Conferences internationales avec Proceedings**

- 1. M. Lequime, S. Liukaityte, M. Zerrad, and C. Amra, "A 12 decades goniometric instrument for the comprehensive characterization of the spectral properties of thin-film filters," Frontiers in Optics/Laser Science Conference (FiO/LS), Paper FW5G.3, Rochester, New York (2016)
- 2. S. Liukaityte, M. Lequime, M. Zerrad, T. Begou, J. Lumeau et C. Amra, "Ultrawide dynamic range system for the spectral transmission measurement of complex optical filters", Advances in Optical Thin Films JENA 2015
- 3. S. Liukaityte, M. Zerrad, M. Lequime, T. Begou et C. Amra, "Measurements of angular and spectral resolved scattering on complex optical coatings", Advances in Optical Thin Films JENA 2015
- 4. C. Amra, M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte,"An attempt towards a "direct scatterometer", Optical Fabrication, Testing and Metrology, JENA 2015
- 5. C. Grezes-Besset, H. Krol, C. Bondet De La Bernardie, M. Zerrad, S. Liukaityte, M. Lequime, C. Amra. P. Etcheto, I. Savin de Larclause "Absorbing coating in Magnetron sputtering for parasitic light reduction" ICSO 2014, Tenerife

#### Conférences Invitées

1. S. Liukaityte, M. Zerrad, M. Lequime et C. Amra, « Wide angle light scattering from filters for hyperspectral imaging : Development of a metrology tool», 12th National Conference "Lasers : Science and Technologies", Lituanie 2016, invited talk

- 2. Michel Lequime, Simona Liukaityte, Myriam Zerrad, Claude Amra. Wide-range Multimodal Characterization of the Optical Properties of Complex Thin-film Filters. Optical Interference coatings, Jun 2016, Tucson, United States. 2016
- 3. M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte and C. Amra, "New challenges in light scattering studies for complex optical components" Optical Fabrication, Testing and Metrology, OSD, JENA 2015, invited paper

#### Conférences internationales

- M. Zerrad, F. Lemarchand, S. Liukaityte, T. C. Begou, J. H. Lumeau, M. Lequime, and C. Amra, "Last improvements in large-angle scattering from complex optical coatings," in Optical Interference Coatings 2016, OSA Technical Digest (online) (Optical Society of America, 2016), paper ThC.8.
- M. Zerrad, S. Liukaityte, M. Lequime, and C. Amra, "Light scattering phenomena in optical coatings : Modelization and Metrology," in Optical Interference Coatings 2016, OSA Technical Digest (online) (Optical Society of America, 2016), paper ThB.2.
- C. Amra, M. Zerrad, M. Lequime, and S. Liukaityte, "Instantaneous One-Angle White-Light Scatterometer," in Optical Interference Coatings 2016, OSA Technical Digest (online) (Optical Society of America, 2016), paper ThB.11.
- 4. Gabriel Soriano, Myriam Zerrad, Xavier Orlik, Ayman Ghabbach, Simona Liukaityte, et al.. Light Enpolarization and Depolarization : Bulk and Surface Scattering. The 36th Progress In Electromagnetics Research Symposium, Jul 2015, Prague, Czech Republic
- 5. M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte and C. Amra , Light scattering issues for complex optical components : modeling and metrology, Workshop on Innovative Technologies for Space Optics, ESA ESTEC 2015
- 6. M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte, A. Ghabbach C. Amra "Upgraded scattering facilities for new requirements", Frontiers of Optical coatings, Shanghai 2014
- 7. M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte, C. Amra, « High resolution phaseless far field measurement of surface topography", JNTE, Evian, France, 2013
- M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte, and C. Amra, "Spatially-resolved surface topography retrieved from far-field intensity scattering measurements," in Optical Interference Coatings, M. a. R. D. Tilsch, ed. (Optical Society of America, Whistler, 2013), p. ThC.9.

#### Conférences nationales

- 1. S. Liukaityte, M. Lequime, M. Zerrad et C. Amra, « Mesure large bande de la transmission spectrale de filtres complexes pouvant atteindre des densités optiques supérieures à 11», Journée Thématique Couches Minces Optiques 2016
- 2. M. Zerrad, S. Liukaityte, M. Lequime et C. Amra, « Diffusion lumineuse et composants optiques complexes : Modélisation et Métrologie», Journée Thématique Couches Minces Optiques 2016
- 3. S. Liukaityte, M. Zerrad, M. Lequime et C. Amra, « Mesure spectralement et angulairement résolue de la lumière diffusée par les filtres interférentiels complexes », Horizons de l'optique, Optique Rennes 2015

- 4. S. Liukaityte, M. Lequime, M. Zerrad et C. Amra, « Mesure large bande de la transmission spectrale de filtres optiques complexes présentant des densités supérieures à 12 », Horizons de l'optique, Optique Rennes 2015
- 5. M. Zerrad, M. Lequime, S. Liukaityte, and C. Amra « Quantification spatialement résolue de la topographie d'une surface par une mesure d'intensité diffusée en champ lointain » Assemblée Générale GDR Ondes, Dijon, 2013
- 6. S. Liukaityte, M. Zerrad, M. Lequime et C. Amra, « Mesure de BRDF spatialement et spectralement résolue : quantification de la topographie de surface en champ lointain », Optique Paris 2013

#### Nouvelle métrologie large bande à grande dynamique pour la mesure des flux transmis, réfléchis et diffusés par des filtres optiques à hautes performances

Les progrès récents réalisés tant au niveau des logiciels de conception que des technologies de dépôt ont rendu possible le développement d'une nouvelle génération de filtres interférentiels dont les caractéristiques sont en accord avec les exigences toujours plus sévères des utilisateurs, notamment dans des secteurs clés d'application comme le spatial ou le biomédical... Le niveau augmenté de performances de ces filtres soulève de nouveaux problèmes de caractérisation, notamment en ce qui concerne la mesure de leurs niveaux de réjection et celle de la dépendance angulaire et spectrale de leurs indicatrices de diffusion. En effet, le recours à un grand nombre de couches, typiquement entre cent et deux cents, provoque l'apparition, dans ces indicatrices de diffusion, de résonances de grande dynamique, tant angulaires que spectrales.

L'objectif premier de cette thèse a donc été de développer un outil expérimental adapté à la caractérisation de ce nouveau type de composants, ce qui a donné naissance au banc SALSA (pour *Spectral and Angular Light Scattering characterization Apparatus*), un nouveau diffusomètre spectralement et angulairement résolu. Grâce à ce banc, nous pouvons effectuer des mesures d'indicatrices de diffusion sur une large gamme spectrale [400 nm - 1000 nm] avec une dynamique de 8 décades et une précision meilleure que le pourcent. Ce banc peut également être utilisé pour la mesure de la transmission spectrale d'un filtre interférentiel avec une dynamique de 12 décades, ce qui constitue une performance unique à l'échelle mondiale.

# Innovative broadband and wide dynamic range instrument for measurements of flux reflected, transmitted and scattered by high performances optical filters

Recent progresses performed on the design softwares and deposition technologies allow now the development of a new generation of optical coatings. The new characteristics matche the increasing requirements with a specific interest on extrem applications such as spatial or biomedicine. New questions are raised by these upgraded performances and concern their characterization and more specifically the metrology of their rejection levels but also their spectral and angular scattering functions. Indeed, a huge number of layers, typically between one and two hundreds can generate an enhancement of scattering at specific frequencies which induces high dynamic angular and spectral scattering lobes.

The main objective of this thesis was to develop an experimental tool suited to the characterization of this new generation of components. This work led to the development of a new spectrally and angularly resolved scatterometer : the SALSA instrument (for Spectral and Angular Light Scattering characterization Apparatus), This set-up allows now to perform the measurements of scattering losses on a wide spectral range [400 nm - 1000 nm], with an 8 decades dynamics and an accuracy better than 1%. Moreover, with SALSA we are able to measure, on the same spectral range, the transmission coefficient of interferential filters with a 12 decades dynamic which is a performance unique worldwide.