



**HAL**  
open science

# Conception, réalisation et métrologie de miroirs multicouches pour l'extrême ultraviolet résistants aux environnements du spatial et des sources EUV.

Christophe Hecquet

► **To cite this version:**

Christophe Hecquet. Conception, réalisation et métrologie de miroirs multicouches pour l'extrême ultraviolet résistants aux environnements du spatial et des sources EUV.. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2009. Français. NNT: . tel-00387144

**HAL Id: tel-00387144**

**<https://pastel.hal.science/tel-00387144>**

Submitted on 24 May 2009

**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.

THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ PARIS SUD 11

par

**Christophe HECQUET**

Sujet :

**Conception, réalisation et métrologie de miroirs  
multicouches pour l'extrême ultraviolet résistants  
aux environnements du spatial et des sources EUV**

**École doctorale : Ondes et Matière**

Soutenue le lundi 2 mars 2009 devant le jury constitué de :

M. Jacques Berthon	Examineur
M. Pierre Chavel	Directeur de thèse
M. Juan I. Larruquert	Rapporteur
M. André Rinchet	Examineur
M. Philippe Troussel	Rapporteur
M. Jean-Claude Vial	Examineur

M. Franck Delmotte	Membre invité – co-responsable des travaux
Mme Marie-Françoise Ravet-Krill	Membre invité – co-responsable des travaux



À Annabel  
et ma famille

# Remerciements

---

Ce travail de thèse est le fruit d'une collaboration entre le Centre National d'Etudes Spatiales (Toulouse), la société Sagem (Saint Pierre du Perray) et le Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique (Orsay) associé à l'Université Paris-Sud (Orsay). Ma localisation géographique principale à l'Institut d'optique m'a permis de conserver une bonne interaction avec le CNES et Sagem tout au long de ma thèse avec une motivation et un enthousiasme partagés dans l'avancement de mes travaux. Le tutorat motivant et passionné de mes collègues a été extrêmement formateur. A ce titre, je tiens à remercier tout particulièrement les personnes qui m'ont encadré durant ces trois ans.

Je voudrais tout d'abord exprimer ma reconnaissance au directeur du LCFIO, Pierre Chavel, pour m'avoir donné ma chance au sein de son laboratoire et avoir accepté de diriger mes travaux de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Marie-Françoise Ravet-Krill et Franck Delmotte pour leur co-direction de mes travaux et pour m'avoir toujours donné les moyens nécessaires permettant de mener à bien mes projets.

Merci Marie-Françoise pour avoir soutenu mon projet de thèse et mis en place les financements de celui-ci. Ton attention sur le suivi de mes travaux m'a permis de beaucoup apprendre. Je te souhaite une bonne retraite bien méritée !

Merci Franck pour m'avoir conseillé, encadré et soutenu durant cette thèse avec ta bonne humeur et tes compétences sur les techniques de dépôt et sur les caractérisations des couches minces. Une mention spéciale pour les nombreuses nuits de mesures sur la ligne BEAR que nous avons endurées ! Merci pour ta grande disponibilité et ton calme qui m'ont permis d'avancer ! Ce fut un réel plaisir pour moi d'avoir travaillé avec toi pendant ces 3 années.

Je tiens à remercier André Rinchet pour avoir suivi avec constance mes travaux et apporter son aide au bon déroulement du projet. Merci à tout le personnel de Sagem, du site de Saint Pierre du Perray, de m'avoir intégré aux projets EUV et auprès de vos partenaires. Ceci m'a permis de mieux comprendre et identifier les attentes industrielles de ma thèse.

Je tiens également à remercier Jacques Berthon et le personnel du service optique du Centre National d'Etudes Spatiales de Toulouse pour l'intérêt apporté à mes travaux. Merci à Jean-Michel Desmarres et Vincent Costes pour la mise au point des tests d'environnements

climatiques et Frédéric Bourcier pour avoir été mes mains et mes yeux dans l'exécution des évaluations !

Je suis reconnaissant envers Jean-Claude Vial, d'avoir assuré avec passion la présidence de jury de thèse.

Je désire remercier tout particulièrement Philippe Troussel et Juan Larruquert d'avoir été les rapporteurs de mon manuscrit et pour les échanges constructifs à sa finalisation.

Je tiens également à remercier toutes les personnes avec qui j'ai eu des collaborations fructueuses, sans qui je n'aurais pu présenter autant de résultats.

Un grand merci à Marc Roulliay du Laboratoire d'Interaction des rayons-X Avec la Matière, pour la caractérisation et les mesures sur le réflectomètre EUV.

Ce fut une expérience passionnante de participer à la préparation des futures missions d'imagerie solaire en collaboration avec l'Institut d'Astrophysique Spatial d'Orsay. Merci à Frédéric Auchère avec qui j'ai pu élaborer des réponses aux besoins des futures missions d'observations solaires dans l'EUV.

Je tiens à exprimer le plaisir que j'ai eu de travailler avec Angelo Giglia, Nicola Mahne et Stefano Nannarone de l'équipe de la ligne BEAR du synchrotron Elettra à Trieste, pour leur disponibilité et leur assistance technique y compris nocturnes.

Un grand merci à Jean-Michel André, Philippe Jonnard, Karine Le Guen et Hélène Maury du Laboratoire de Chimie Physique Matière et Rayonnement, pour leur collaboration. Merci à Franck Fortuna et Hervé Cruguel de m'avoir formé sur la manip d'XPS et de m'avoir fait confiance pour son utilisation.

Je tiens également à dire un grand merci à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à mon travail et au bon déroulement de ma thèse.

Sébastien, merci pour ton amitié et les nombreuses aventures partagées sous terre avec la spéléologie.

Arnaud J., merci de m'avoir « toléré » dans ton bureau, j'espère que mon départ te permettra de ressortir des piles de documents. Ta bonne humeur et tes blagues me manquent déjà.

Aurélié, les nombreuses heures d'expériences passées ensemble sont d'excellents souvenirs, j'espère que nous aurons de nouveau l'occasion de partager nos compétences dans le futur.

Françoise, merci pour avoir partagé ton expérience sur l'exploitation des mesures GRX et leur ajustement qui ont été cruciaux pour la calibration des miroirs. Merci d'avoir été la crémère de ma soutenance !

Hélène, j'ai apprécié les différents travaux où nous avons été amenés à collaborer et j'espère que nous aurons l'occasion de retravailler ensemble.

Fanfan et Bruno, merci pour les mises à jour des GRX et pour les nombreuses discussions que nous avons eues.

Merci Buntha et Hervé pour m'avoir permis de retrouver mes origines d'électronicien avec l'encadrement des TP de microprocesseur.

Gaid, la montagnarde, se fut un plaisir de partager l'ascension finale des travaux de thèse avec toi, désolé pour le contretemps marseillais final. Jean-Baptiste, merci pour ta bonne humeur et bonne continuation dans le bordelais ! Arnaud B., j'espère que ton clavier survivra jusqu'à la fin de ta thèse... bon courage pour le manuscrit ! Noura, Céline, Marius et Charles je vous souhaite plein de résultats pour votre thèse et une bonne continuation dans vos projets personnels.

Benoît, j'ai apprécié notre collaboration, nos échanges et notre virée à Trieste ! Je te souhaite une excellente continuation dans tes projets en espérant que nos routes se croiseront encore.

Monica, it was a great pleasure to meet you, I wish you all the best in the future and a nice experience in America.

Evgueni je te souhaite bon courage pour la suite de tes projets.

Je ne remercierai jamais assez tout le personnel de l'Institut d'Optique et du Laboratoire Charles Fabry avec qui j'ai eu un grand plaisir de travailler dans une ambiance chaleureuse et conviviale.

Finalement, merci à tous mes amis qui m'ont soutenus et fait partager de grands moments personnels, sportifs ou culturels ! Ils m'ont permis de décompresser et prendre du recul sur mes travaux.

Je remercie également mes parents et ma famille, qui m'ont toujours permis de suivre mes projets par leur soutien.

Mes dernières pensées vont à Annabel : merci de m'avoir soutenu et de me suivre de l'autre côté de l'Atlantique.

# Sommaire

---

<i>Remerciements</i>	4
<i>Sommaire</i>	7
<i>Introduction</i>	10
<b>1 Contexte et objectifs</b>	<b>13</b>
<b>1.1 Domaine EUV</b>	<b>15</b>
1.1.1 Propriétés du rayonnement EUV	15
1.1.2 Applications du rayonnement EUV	19
<b>1.2 Miroirs multicouches EUV</b>	<b>22</b>
1.2.1 Rappels théoriques	22
1.2.2 Outils de calcul et d'optimisation des miroirs	29
<b>1.3 Les défis de la photolithographie EUV</b>	<b>33</b>
1.3.1 Évolution de la photolithographie	33
1.3.2 Les sources et optiques pour la photolithographie EUV	36
<b>1.4 Domaine EUV pour l'astrophysique</b>	<b>40</b>
1.4.1 Motivation de l'imagerie du Soleil dans l'EUV	41
1.4.2 Historique des missions dans l'EUV	44
<b>1.5 Bibliographie</b>	<b>47</b>
<b>2 Moyens expérimentaux et méthodes</b>	<b>53</b>
<b>2.1 Moyens de caractérisation</b>	<b>55</b>
2.1.1 Réflectométrie EUV avec CEMOX	56
2.1.2 Goniomètre pour la Réflectométrie en X-rasant (GRX)	65
2.1.3 Réflectométrie EUV et spectrométrie de photoémission X sur BEAR	68
<b>2.2 Moyens de dépôt</b>	<b>76</b>
2.2.1 Pulvérisation par faisceau d'ions (IBS)	76
2.2.2 Pulvérisation cathodique magnétron (MP800)	79
<b>2.3 Moyens de test à l'environnement</b>	<b>93</b>
2.3.1 Tenue à la température	94
2.3.2 Tenue à l'environnement climatique	98
2.3.3 Tenue à l'érosion ionique	105

---

<b>2.4</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>110</b>
<b>3</b>	<b><i>Multicouches pour les collecteurs de sources plasmas générées par laser</i></b>	<b>113</b>
<b>3.1</b>	<b>Conception &amp; réalisation</b>	<b>118</b>
3.1.1	Choix du matériau barrière	120
3.1.2	Conception	123
<b>3.2</b>	<b>Etude de la résistance à l'environnement</b>	<b>128</b>
<b>3.3</b>	<b>Étude de la résistance à l'érosion ionique</b>	<b>130</b>
3.3.1	Simulation	131
3.3.2	Vitesse d'érosion ionique	133
3.3.3	Érosion ionique en biseau	136
3.3.4	Conclusion	140
<b>3.4</b>	<b>Étude de la stabilité en température</b>	<b>141</b>
3.4.1	Etude pour les collecteurs pour les basses températures	142
3.4.2	Etude pour les collecteurs chauds	144
<b>3.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>160</b>
<b>3.6</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>163</b>
<b>4</b>	<b><i>Multicouches pour les missions d'observation solaire</i></b>	<b>167</b>
<b>4.1</b>	<b>Etat de l'art et motivations</b>	<b>171</b>
4.1.1	État de l'art sur les imageurs EUV	171
<b>4.2</b>	<b>Étude de la multicouche B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si</b>	<b>182</b>
4.2.1	Optimisation de l'empilement	182
4.2.2	Caractérisation et modélisation	185
4.2.3	Evaluation de la structure	187
4.2.4	Conclusion	192
<b>4.3</b>	<b>Étude de miroirs bi-bandes EUV</b>	<b>193</b>
4.3.1	Les besoins pour la mission Solar Orbiter	193
4.3.2	Définition de la structure	200
4.3.3	Exemple appliqué à l'astrophysique	209
4.3.4	Bi-bande naturel	211
4.3.5	Bi-bande à sélectivité paramétrable	215
4.3.6	Bilan et perspectives sur les miroirs bi-bandes	227
<b>4.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>229</b>
<b>4.5</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>230</b>

---

<i>Conclusions et perspectives</i> .....	235
<b>Bibliographie de conclusions et perspectives</b> .....	238
<i>Annexe</i> .....	239
<b>Méthode d’alignement de l’échantillon sur la ligne BEAR</b> .....	240

# Introduction

---

Le domaine de longueurs d'onde extrême ultraviolet (EUV), compris entre le rayonnement X et le rayonnement ultraviolet, offre de grandes possibilités scientifiques et technologiques. Ces courtes longueurs d'onde, typiquement comprises entre quelques nanomètres et une soixantaine de nanomètres, trouvent de nombreuses applications en physique des plasmas, en astrophysique, en biologie, en métrologie ou en photolithographie EUV. Les propriétés optiques des matériaux dans cette région sont caractérisées par le fait que les indices de réfraction et l'absorption sont fonction de la longueur d'onde ; de plus les forts coefficients d'absorption des éléments dans ce domaine spectral font que les matériaux atténuent la lumière sur quelques micromètres, et que même les gaz absorbent fortement le rayonnement. Cela oblige à travailler sous vide et favorise l'utilisation de systèmes optiques fonctionnant en réflexion.

Les composants optiques en réflexion fonctionnant à des angles proches de l'incidence normale permettent d'augmenter l'ouverture numérique, l'angle solide de collection et de réduire les aberrations par rapport aux optiques fonctionnant en réflexion rasante. D'une manière générale, le coefficient de réflexion en incidence normale à une interface séparant deux milieux est très faible en raison de la faible différence d'indice entre les deux milieux (appelée par la suite contraste d'indice). Le principe des miroirs interférentiels multicouches est d'additionner en phase les réflexions successives obtenues dans un milieu stratifié d'interfaces réfléchissantes. Celles-ci sont obtenues lorsque deux matériaux ont un indice de réfraction différent, c'est-à-dire un contraste d'indice à la longueur d'onde d'utilisation. Un moyen simple d'y parvenir est de réaliser des structures périodiques générant des systèmes d'interférences. Comme dans les cristaux naturels étudiés dès 1912 par W.H et W.L. Bragg, ceci permet d'utiliser la relation entre la longueur d'onde réfléchie  $\lambda$  et la période  $d$  de la structure selon l'équation devenue célèbre :  $m.\lambda = 2.d.\sin(\theta)$  où  $\theta$  l'angle de rasance et  $m$  l'ordre de diffraction du pic de Bragg.

Un choix judicieux des couples de matériaux, associant un matériau "espaceur" et un matériau "réflecteur", permet de créer des miroirs multicouches périodiques « sur mesure »

équivalents aux cristaux mais avec des périodes adaptées au domaine EUV (périodes comprises entre 1,5 nm et 30 nm).

La maturité de la recherche sur les revêtements réfléchissants pour l'EUV fait qu'ils sont considérés comme des composants intégrés couramment dans des systèmes optiques tels que les collecteurs des nouvelles sources pour la photolithographie EUV ou les télescopes embarqués pour l'imagerie solaire. Ceci a amené la Sagem, société spécialisée dans le développement d'optiques de précision, et le Centre National d'Études Spatiales, impliqué dans les programmes de recherche et développement des technologies pour les missions spatiales, à soutenir ces travaux de thèse. Elle a été réalisé au sein du laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique dans l'équipe optique X-UV du groupe Systèmes et Composants Optiques. Dans ce contexte, l'objectif de ce travail de thèse était de concevoir, réaliser, caractériser et proposer des revêtements fonctionnels, résistants et stables aux environnements spécifiques.

La collaboration avec les utilisateurs des rayonnements EUV est essentielle. Elle permet de mieux anticiper leurs besoins et proposer des solutions innovantes à leur problématique. Ceci se traduit par une prise en compte des environnements d'utilisation des optiques dès la conception des empilements et des fonctionnalités spécifiques telles que l'amélioration de la sélectivité spectrale ou de la tenue en température des propriétés de réflectivité. Le passage à la réalisation des structures conçues théoriquement est un point critique car elle dépend de la maîtrise des épaisseurs des couches de matériau au dixième de nanomètre pour les dépôts périodiques et de la métrologie pour la caractérisation des structures. Cette dernière est primordiale pour l'évaluation des performances ainsi que pour la compréhension des défauts et des évolutions des revêtements optiques. Nous avons ajouté une étape supplémentaire en définissant des environnements d'évaluation pour étudier la stabilité des miroirs face aux principaux paramètres environnementaux des applications.

Dans le premier chapitre, nous présenterons le domaine spectrale EUV, le principe des miroirs multicouches et les outils d'optimisation et de simulation utilisés. Puis nous décrirons les deux principales applications qui ont motivés ce travail. Tout d'abord, nous décrirons les avancées en photolithographie et plus particulièrement dans l'EUV. Elle met en œuvre de nouvelles sources de rayonnement générées par plasma ce qui implique des défis pour les

miroirs. Puis nous étudierons les besoins de l'imagerie solaire et ferons l'état de l'art sur les précédentes missions.

Dans le deuxième chapitre, les principaux dispositifs expérimentaux et procédés mis en œuvre au cours de cette thèse seront décrits. Nous commencerons par une présentation des moyens de métrologie, puis des moyens de dépôt et enfin des moyens de test à l'environnement.

Le troisième chapitre est dédié à l'étude des miroirs de collection pour les sources EUV de forte puissance. Nous ferons un bilan sur l'environnement "hostile" généré par les plasmas ; puis présenterons les différentes solutions proposées pour améliorer la stabilité des revêtements vis-à-vis des effets de l'environnement climatique, de la résistance à l'érosion ionique et de la stabilité sur de longues durées à des températures de 400°C et 500°C. Nous étudierons tout particulièrement l'influence de l'ajout de couches de carbure de bore ( $B_4C$ ) et de carbure de silicium ( $SiC$ ) dans la multicouche périodique en silicium amorphe - molybdène ( $a-Si/Mo$ ).

Le quatrième chapitre de cette thèse porte sur le développement de miroirs pour les missions d'observation solaire. Les nouveaux instruments sont demandeurs de réflectivité toujours plus élevée et de performances spectrales plus évoluées. Après une présentation des besoins des instruments et des futures missions, nous étudierons la stabilité de la structure  $B_4C/Mo/Si$  dans le cadre d'une mission fusée. Cette structure est la base des miroirs "bi-bande" qui ont la propriété de réfléchir deux bandes spectrales et d'améliorer la sélectivité spectrale de façon paramétrable. Ce nouveau type de structure périodique a été conçu, réalisé et évalué pour les environnements climatiques.

# 1 Contexte et objectifs

---

La maîtrise des rayonnements extrêmes ultraviolets (EUV) est devenue un enjeu majeur pour le monde de la recherche et de l'industrie. Ce domaine spectral permet l'étude de phénomènes à l'échelle nanométrique ou, au contraire, l'étude d'événements gigantesques ou encore l'analyse physico-chimique des matériaux.

Après une présentation des rayonnements électromagnétiques des ultraviolets extrêmes (EUV), nous présenterons la méthode de conception des revêtements réfléchissants pour ce domaine spectral puis nous nous attarderons sur les deux applications qui ont motivé les travaux présentés dans ce document : la photolithographie EUV et l'observation solaire.

<b>1</b>	<b>Contexte et objectifs</b>	<b>13</b>
<b>1.1</b>	<b>Domaine EUV</b>	<b>15</b>
1.1.1	Propriétés du rayonnement EUV	15
1.1.2	Applications du rayonnement EUV	19
	La photolithographie EUV	20
	L'astrophysique	20
	La physique des plasmas	21
<b>1.2</b>	<b>Miroirs multicouches EUV</b>	<b>22</b>
1.2.1	Rappels théoriques	22
1.2.2	Outils de calcul et d'optimisation des miroirs	29
<b>1.3</b>	<b>Les défis de la photolithographie EUV</b>	<b>33</b>
1.3.1	Évolution de la photolithographie	33
1.3.2	Les sources et optiques pour la photolithographie EUV	36
<b>1.4</b>	<b>Domaine EUV pour l'astrophysique</b>	<b>40</b>
1.4.1	Motivation de l'imagerie du Soleil dans l'EUV	41
1.4.2	Historique des missions dans l'EUV	44
<b>1.5</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>47</b>

## 1.1 Domaine EUV

Dans un premier temps nous allons définir le domaine spectral de notre étude et les principales propriétés de celui-ci, puis nous présenterons quelques applications.

### 1.1.1 Propriétés du rayonnement EUV

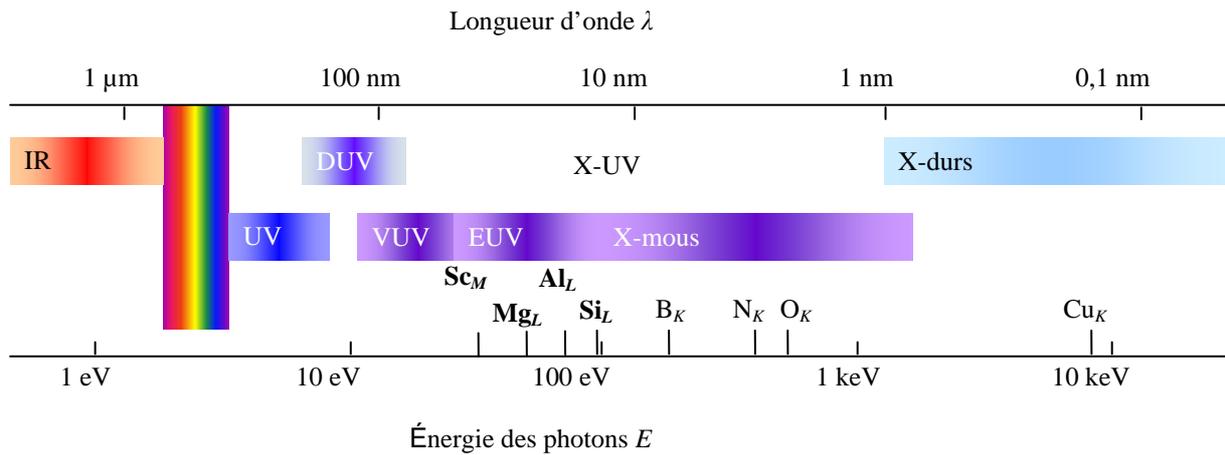


Figure 1.1 : Représentation du spectre électromagnétique

Nous présentons sur la Figure 1.1 la partie du spectre électromagnétique s'étendant de l'infra-rouge (IR) aux rayons X-durs. Le domaine du rayonnement X-UV est situé entre les ultra-violets profonds (Deep UltraViolet) et les X-durs. Il s'étend d'une vingtaine d'eV jusqu'à environ 1,5 keV, pour des longueurs d'ondes correspondantes de 110 nm à 0,8 nm. Dans ce domaine, tous les éléments sont absorbants et les systèmes optiques doivent être utilisés sous vide car l'air absorbe fortement le rayonnement. La gamme spectrale EUV est une sous division de l'X-UV. La définition que nous utiliserons est la gamme de longueur d'onde pour laquelle une structure périodique multicouche permet d'obtenir un bon pouvoir réflecteur à incidence quasi-normale, c'est-à-dire de 60 nm à quelques nanomètres.

Dans cette étude, la gamme EUV est limitée aux grandes longueurs d'onde par les indices optiques disponibles dans la littérature et aux basses longueurs d'onde par les matériaux les moins absorbants utilisés, ici le silicium (Si). Le domaine étudié s'étend donc du seuil de transparence du Si (au-delà de 12,4 nm) jusqu'à 41 nm où s'arrêtent les tables d'indice d'Henke [1].

Suivant les communautés scientifiques, l'unité de l'onde électromagnétique s'exprime soit en longueur d'onde  $\lambda$  exprimée en nanomètre [nm], soit en énergie  $E$  exprimée en électronvolt [eV]. L'équation suivante permet le passage des longueurs d'onde  $\lambda$  [nm] aux énergies  $E$  [eV] :

$$E = \frac{hc}{e \lambda} = \frac{1,2398}{\lambda} \times 10^{-6} \text{ [eV]} \quad (1.1)$$

Où  $h = 6,626068 \cdot 10^{-34}$  est la constante de Planck [J.s]

$c = 2,99792458 \cdot 10^8$  est la constante de célérité de la lumière [m/s]

$e = 1,60219 \cdot 10^{-19}$  est la charge électrique d'un électron [J/eV]

La présence d'un grand nombre de résonances atomiques d'éléments, en fait un domaine complexe à étudier. En effet pour chaque longueur d'onde il existe des combinaisons privilégiées de matériaux constituant les multicouches permettant la réalisation de revêtements réfléchissants. En gras sur la Figure 1.1 sont représentés les seuils des principaux matériaux transparents utilisés dans la gamme spectrale EUV.

Dans ce domaine, les photons ont des énergies plus grandes que les énergies de liaison des électrons périphériques des atomes. Par conséquent, lors d'une interaction atome-photon, trois phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption photoélectrique.
- La diffusion élastique (Thomson-Rayleigh).
- La diffusion inélastique.

D'un point de vue microscopique, pour décrire l'interaction rayonnement-matière, l'atome est assimilé à un ensemble d'oscillateurs dipolaires soumis au champ électromagnétique incident. Il est alors caractérisé par une grandeur complexe  $\tilde{f}$ , appelée facteur de diffusion atomique. Le facteur de diffusion atomique s'écrit :

$$\tilde{f} = f_1 + if_2 \quad (1.2)$$

où  $f_1$  correspond au nombre d'oscillateurs effectifs participant à la diffusion et  $f_2$  traduit l'ensemble des processus d'atténuation de l'onde incidente dans le milieu. D'un point de vue macroscopique, un milieu est caractérisé par son indice de réfraction :

$$n = \frac{c}{v} \quad (1.3)$$

qui permet de relier la vitesse de phase de l'onde dans le milieu  $v$  et dans le vide  $c$ .

Contrairement au domaine du visible, en X-UV, la réfraction des matériaux est très faible, car les indices optiques sont très légèrement inférieurs à l'indice du vide. On définit un indice complexe  $\tilde{n}$  comportant une partie réelle  $n$  et une partie imaginaire  $\beta$ , caractérisant respectivement la dispersion et l'absorption du milieu :

$$\beta = \frac{\mu\lambda}{4\pi} \quad (1.4)$$

où  $\mu$  est le coefficient linéaire de photo-absorption et  $\lambda$  la longueur d'onde. Contrairement au domaine du visible, dans la gamme spectrale X-UV, la réfraction des matériaux est très faible, car la partie réelle des indices optiques  $n(\lambda)$  est très proche de 1. C'est-à-dire proche de la valeur du vide. L'indice complexe s'écrit donc sous la forme suivante\* :

$$\tilde{n}(\lambda) = n(\lambda) + i\beta(\lambda) = (1 - \delta(\lambda)) + i\beta(\lambda) \quad (1.5)$$

Dans cette expression,  $\delta$  est le décrément à l'unité de la partie réelle  $n(\lambda)$ . Il est relié à la vitesse de phase de l'onde. On peut exprimer  $\delta(\lambda)$  et  $\beta(\lambda)$  en fonction des facteurs de diffusion atomique  $f_1$  et  $f_2$  [2] :

$$\delta = \frac{r_0\lambda^2}{2\pi} \sum_i N_i f_{1i} = \frac{415,22}{E^2} \rho \sum_i n_i f_{1i} \quad (1.6)$$

$$\beta = \frac{r_0\lambda^2}{2\pi} \sum_i N_i f_{2i} = \frac{415,22}{E^2} \rho \sum_i n_i f_{2i} \quad (1.7)$$

où  $E$  est l'énergie du rayonnement en eV,  $r_0$  est le rayon classique de l'électron,  $N_i$  le nombre d'atomes de type  $i$  par unité de volume,  $n_i$  leur concentration molaire (mole/g) et  $\rho$  la masse volumique ( $\text{g/cm}^3$ ). Dans la suite de ce travail, nous emploierons comme les anglo-saxons le terme de « densité » pour nommer la masse volumique.

Toutes les constantes optiques ( $\delta$ ,  $\beta$ ) utilisées dans ce travail, dans les plages spectrales EUV et X-durs, ont été déduites à partir des facteurs de diffusion atomiques collectés, ou calculés

---

\* Le choix de  $+i\beta$  correspond à une description de l'onde électromagnétique sous la forme  $E = E_0 \exp[-i(\omega t - kr)]$ . Celui de  $-i\beta$  correspond à une description de l'onde électromagnétique  $E = E_0 \exp[i(\omega t - kr)]$

par interpolation, par Henke et ses collaborateurs [1]. Les tables sont disponibles sur le site web du Center for X-Ray Optics (Berkeley) [3].

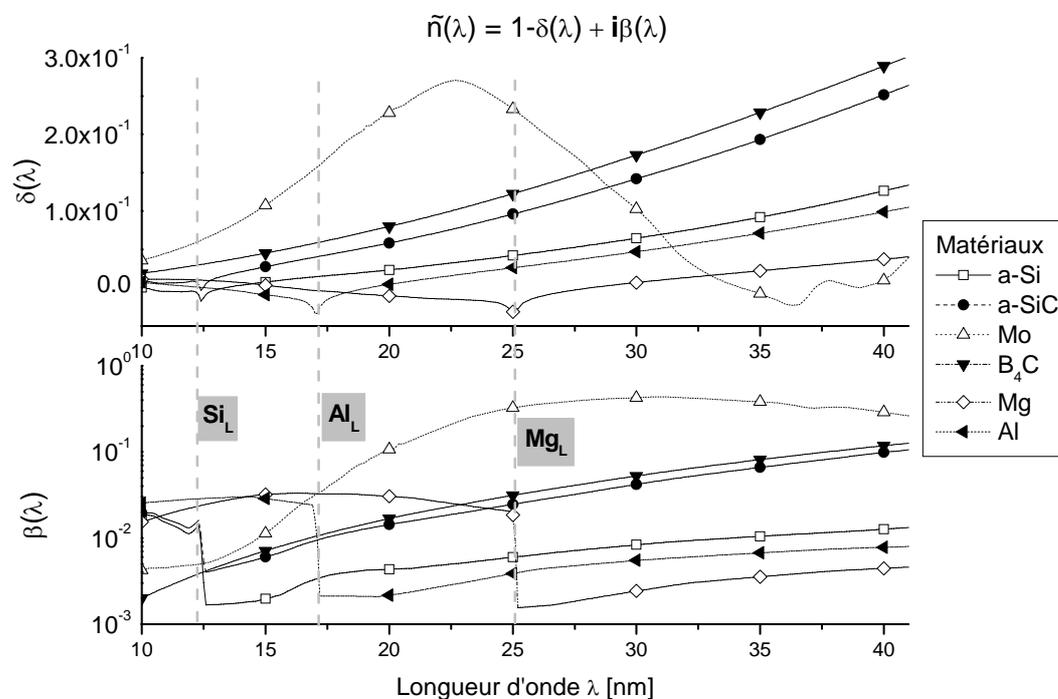


Figure 1.2 : Évolution des indices optiques en fonction de la longueur d'onde pour les principaux matériaux utilisés pour les miroirs multicouches EUV

Les principaux matériaux utilisés sont représentés sur la Figure 1.2. Sur la plage étudiée, on observe que le décrément à 1 de la partie réelle,  $\delta$ , peut être inférieur à 0 et qu'il évolue de façon monotone croissante pour le carbure de bore (B<sub>4</sub>C), de même pour les autres matériaux suivants, pour les longueurs d'onde supérieures à leur seuil d'absorption L : le carbure de silicium amorphe (a-SiC), le silicium amorphe (a-Si), l'aluminium (Al) et le magnésium (Mg). Le molybdène (Mo) fait néanmoins exception. Par contre l'absorption est monotone croissante pour le B<sub>4</sub>C, croissante et forte pour le Mo et croissante avec une discontinuité au seuil d'absorption/transparence de la bande L pour le a-Si et a-SiC autour de  $\lambda = 12,4$  nm, pour l'Al autour de  $\lambda = 17,0$  nm et pour le Mg autour de  $\lambda = 25,0$  nm. Ces seuils caractéristiques peuvent être utilisés comme références spectrales absolues pour les instruments comme nous le verrons dans la partie 2.

Le Tableau 1.1 récapitule tous les matériaux utilisés dans mes travaux avec leur densité, leur plage spectrale de définition et les références bibliographiques sur l'indice tabulé utilisé.

**Tableau 1.1 : Liste des principaux matériaux utilisés avec la densité de l'échantillon mesuré, la plage spectrale des données et les articles de références à ces mesures.**

Matériau	Densité [g/cm <sup>3</sup> ]	Gamme spectrale	Référence de l'indice utilisé CXRO (1997)
Si	2,329	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 4, 5]
SiO <sub>2</sub>	2,65	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 5]
a-Si	2,189	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 5]
a-SiO <sub>2</sub>	2,19	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 5]
a-SiC	3,112	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 5]
Mo	10,2	0,041 nm - 41,3 nm	[1]
B <sub>4</sub> C	2,52	0,041 nm - 41,3 nm	[1]
Mg	1,74	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 4]
Al	2,6989	0,041 nm - 41,3 nm	[1, 4]

### **1.1.2 Applications du rayonnement EUV**

Comme nous l'avons vu précédemment, dans la gamme spectrale EUV, les photons ont des énergies plus grandes que les énergies de liaison des électrons périphériques des atomes. Ce rayonnement permet donc d'analyser la matière avec par exemple des applications de spectroscopie. D'autre part, la longueur d'onde étant petite, elle permet d'imager des objets de plus petite dimension en respectant la loi de diffraction. Enfin, le couplage de l'analyse des modifications du rayonnement par la matière et de l'imagerie subnanométrique permet la réalisation d'interféromètre étudiant des phénomènes localisés de petites dimensions et de faible, ou forte, énergie.

Pour ces applications, il a été nécessaire de développer des sources d'émission EUV et des systèmes optiques. Les spectres d'émission des sources sont discrets (sources plasmas générées par décharge ou par laser ; laser à électrons libres ;...) ou continus (rayonnement synchrotron). Pour toutes ces sources, il est nécessaire d'avoir des optiques de collection et de mise en forme du faisceau mais aussi des systèmes d'analyse par imagerie (directe ou par interférométrie).

## **La photolithographie EUV**

Dans le domaine EUV, le principal moteur de développement pour l'industrie des semi-conducteurs, depuis bientôt 20 ans, est la photolithographie autour de la gamme de longueur d'onde 10-14 nm [6, 7]. Les enjeux économiques se chiffrent en milliards d'euros. Les premiers programmes de financement ont débutés aux Etats-Unis d'Amérique sous le nom d'Extreme Ultraviolet Limited Liability Corporation (1997), suivi en Europe par Extreme UV Concept Lithography Development System (EUCLIDES en 1998), au Japon avec ASET EUVL(1998) et en France par le projet d'études et de développement pour la lithographie extrême ultraviolet (PREUVE en 1999). L'objectif est de mettre toujours plus de composants sur une même surface, en augmentant le degré d'intégration et en miniaturisant la dimension des motifs. Le critère de Rayleigh amène à utiliser des longueurs d'onde de plus en plus courtes afin de réduire la dimension caractéristique des motifs. Dans le domaine EUV, il a été retenu le meilleur compromis entre l'obtention d'un bon rendement de source et d'un bon pouvoir réflecteur des miroirs. Les miroirs [a-Si/Mo] permettent l'obtention des meilleures réflectivités en incidence normale pour les longueurs d'onde situées au-dessus du seuil L du Si (12,4 nm). La longueur d'onde retenue est autour de 13,5 nm et dépend de la technologie de source. Nous développerons cette application dans la suite de ce chapitre.

## **L'astrophysique**

L'astrophysique solaire est une autre application connue de tous avec les images des éruptions solaires dans les films documentaires et grands spectacles. Le Soleil est composé d'un plasma chaud à différentes températures, dont l'ordre de grandeur est de quelques milliers à plusieurs millions de degrés. Son spectre X-UV est composé de raies d'émissions correspondant à des états d'ionisation des éléments présents dans le plasma et correspondant par conséquent à des températures de plasma déterminées. La spectroscopie du Soleil a permis d'identifier les différents matériaux et avec leur état d'ionisation présents dans notre étoile. Ceci a permis de réaliser des missions d'imagerie solaire dont l'objectif est une meilleure compréhension des relations Soleil-Terre en étudiant les mécanismes de dissipation d'énergie dans les couches externes du Soleil, les processus de chauffage de la couronne et d'accélération du vent solaire ainsi que le transfert de l'énergie vers l'espace [8, 9]. Un objectif pratique de ces recherches fondamentales est de réaliser la météorologie des tempêtes solaires afin de mieux se protéger des dommages électromagnétiques sur les installations électriques, les voyageurs et les satellites en orbite autour de la Terre, dont les conséquences peuvent être

extrêmement coûteuses. Ceci pourrait se concrétiser par une diminution de l'exposition des panneaux solaires des satellites, une réduction du trafic aérien et la mise à la terre de certaines sections des lignes électriques. Nous développerons cette application dans la suite de ce chapitre.

### **La physique des plasmas**

Les plasmas denses sont générés dans les étoiles ou par des événements très énergétiques à des échelles spatiales (de quelques  $\mu\text{m}$  à quelques centaines de  $\mu\text{m}$ ) et temporelles (durée de confinement inférieure à quelques ns) plus petites par la focalisation d'un laser intense sur une cible [10]. L'exploration des interactions lumière-matière dans les plasmas utilise les propriétés des lasers visibles [11, 12]. Cependant l'absorption et la réfraction du faisceau laser sonde limitent la mesure de la densité électronique et des gradients de densité des plasmas que l'on peut étudier avec les longueurs d'onde visibles. L'utilisation du rayonnement EUV permet d'étudier des plasmas de densités électroniques plus élevées et aussi d'obtenir une meilleure résolution spatiale. D'autre part, l'analyse des plasmas émettant dans le domaine spectral des X-UV permet aussi de remonter aux processus physiques à l'origine de l'émission (température, densité, état d'ionisation).

Les intérêts scientifiques, militaires et industriels ont permis le développement d'applications telles que la fusion thermonucléaire par laser (par exemple le projet Laser Méga Joule 1,8 MJ en 240 faisceaux) [13], les lasers X et XUV (LASERIX, Institut de la Lumière Extrême ILE[14], Extreme Light Infrastructure ELI [15, 16],...) et autres sources intenses [17]. Ces projets ont nécessité l'évolution constante de dispositifs de mesures [18, 19] afin d'améliorer les connaissances sur l'interaction lumière-matière et les phénomènes non linéaires d'absorption de l'énergie laser que sont les instabilités paramétriques.

Il est intéressant de noter le développement de l'interférométrie X-UV en amplitude ou en phase pour l'étude de la densité de la matière. Les interféromètres par division d'amplitude nécessitent des lames-séparatrices de très bonne qualité [20]. Ce type de composant nécessite de travailler en réflexion mais aussi en transmission. L'absorption des matériaux dans l'EUV complexifie sa réalisation. Un interféromètre de Michelson a mis en œuvre ce type de composant avec une source laser X ( $\lambda = 13,9\text{nm}$ ) [21]. Les interféromètres par division de front d'onde, utilisant par exemple un bi-miroir de Fresnel en incidence rasante, ont été aussi développés pour caractériser les plasmas [22-24] mais aussi l'indice optique des matériaux [25].

## **1.2 Miroirs multicouches EUV**

Le concept qui consiste à utiliser les miroirs interférentiels multicouches pour réfléchir la lumière X-UV fut proposé en incidence rasante [26] puis en incidence normale [27-29]. Les progrès dans les moyens de dépôt des couches minces et de leur métrologie au milieu des années soixante dix ont permis le développement des revêtements multicouches et leur modélisation. Les miroirs multicouches ont alors connu un développement grandissant. Aujourd'hui, l'intérêt pour les miroirs multicouches est en grande partie motivé par le développement des applications utilisant le rayonnement X-UV. La conception des revêtements est devenue un compromis entre les différentes propriétés des miroirs : pouvoir réflecteur, sélectivité spectrale, phase et polarisation en fonction des applications.

Dans un premier temps, nous rappellerons quelques bases théoriques sur la méthode de calcul des revêtements réfléchissants et définirons les principaux paramètres à prendre en compte lors de la conception. Puis, nous présenterons rapidement les outils utilisés et développés au cours de cette thèse.

### **1.2.1 Rappels théoriques**

Les premiers miroirs pour les hautes énergies étaient les cristaux naturels dont la dimension de la maille apparente permet de rentrer en résonance avec le photon incident et de le réfléchir [30, 31]. La dimension de la maille des cristaux naturels impose une relation fixe entre la longueur d'onde d'utilisation et l'angle d'incidence, ce qui nécessite une forte profondeur de pénétration qui est impossible dans le spectre EUV. Un miroir interférentiel multicouche reprend la structure des cristaux naturels ; il est généralement constitué d'un empilement périodique de deux matériaux de numéros atomiques différents (cf. Figure 1.3), dont l'un légèrement plus absorbant est dit « réflecteur », et l'autre est dit « espaceur ». Le principe des miroirs multicouches est le suivant : si une simple interface ne réfléchit qu'une petite fraction d'un faisceau de lumière incident, une multicouche ayant un grand nombre d'interfaces pourra générer une réflectivité substantielle si toutes les portions réfléchies par ces interfaces s'additionnent en phase. Le calcul peut être réalisé par les coefficients de Fresnel [2, 32] et permet de déterminer les conditions d'interférence constructive. Ainsi en tenant compte des effets de réfractions aux interfaces, l'onde résultante des interférences constructives obéit à une loi de Bragg corrigée [30]. Celle-ci permet un dimensionnement

rapide de la structure multicouche périodique en fonction de sa période  $d$ , son indice effectif et son angle de rasance.

$$2d \sin(\theta) \sqrt{1 - \frac{2\delta_{eff}(\lambda)}{\sin^2 \theta}} = m\lambda, \text{ avec } \delta_{eff}(\lambda) \ll 1, \beta(\lambda) \ll 1, \beta(\lambda) \ll \delta_{eff}(\lambda) \quad (1.8)$$

où  $m$  est un entier représentant l'ordre du pic de Bragg,  
 $\lambda$  la longueur d'onde du rayonnement,  
 $\theta$  l'angle de rasance du pic de Bragg,  
 $\tilde{n}(\lambda)$  l'indice complexe effectif de l'empilement,  $\tilde{n}(\lambda) = 1 - \delta(\lambda) + i\beta(\lambda)$  où  $\beta(\lambda)$  est le coefficient d'absorption à  $\lambda$  et  $(1 - \delta(\lambda))$  la partie réelle de l'indice à  $\lambda$ .

L'indice effectif  $\tilde{n}_{eff}$  d'une structure multicouche est calculé par la moyenne de l'indice de chaque couche  $\tilde{n}_i$  pondéré par l'épaisseur  $e_i$  de la couche  $i$ , le tout divisé par la somme des épaisseurs des couches de la structure. Dans le cas d'une structure périodique de période  $d$ , l'indice effectif de la structure devient l'indice effectif d'une période. L'expression de  $\tilde{n}_{eff}$  s'exprime comme suit :

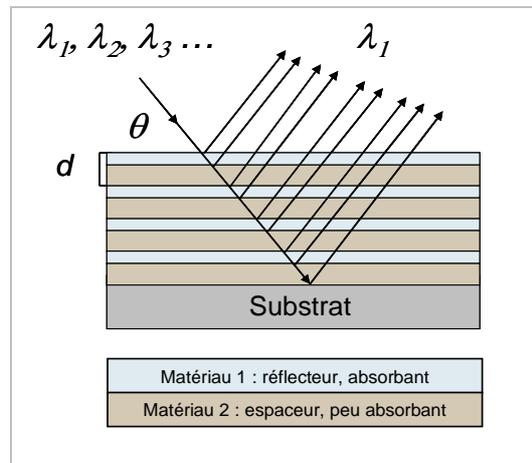
$$\tilde{n}_{eff} = \frac{1}{d} \sum_i e_i \tilde{n}_i \quad (1.9)$$

D'après l'équation de Bragg, nous pouvons constater que le miroir multicouche de période  $d$  est un élément dispersif : chaque longueur d'onde pour chaque ordre de Bragg est réfléchi à un angle particulier. Cependant, en raison de l'absorption, une longueur d'onde  $\lambda$  est réfléchi pour une plage angulaire  $\Delta\theta$ . Une multicouche peut être caractérisée par sa réflectivité, sa résolution angulaire  $\Delta\theta / \theta$  à une longueur d'onde donnée ou, si nous regardons à angle fixe, par sa résolution spectrale  $\Delta\lambda / \lambda$ .

Le pouvoir réflecteur d'une multicouche est piloté par deux phénomènes d'interférence : l'interférence constructive entre la surface de la multicouche et le substrat ( $n_{eff}$  de la multicouche et  $n_{substrat}$ ) désigné sous le nom de Kiessig [33] et est amplifié par les interférences constructives à ondes multiples entre les différentes couches de la multicouche [34]. Le pouvoir réflecteur dû aux interférences entre les différentes couches est proportionnel au contraste optique. Dans le cas de deux matériaux par période, il correspond à la distance qui sépare l'indice complexe  $\tilde{n}(\lambda)$  de chacun des deux matériaux dans le plan des indices complexes ( $R \propto \Delta\delta^2(\lambda) + \Delta\beta^2(\lambda)$ ). L'introduction de matériau supplémentaire dans la période

permet un gain de réflectivité par augmentation du contraste d'indice et des interférences [35], mais aussi par l'amélioration des interfaces [36, 37]. Dans ce cas, des optima de réflectivité sont obtenus en maximisant la surface dans le plan des indices complexes et en ordonnant l'ordre des matériaux.

Comme les indices complexes varient de manière très abrupte au voisinage des seuils d'absorption ( $\beta$ ), il est en général possible d'obtenir une meilleure réflectivité près des seuils de d'absorption des matériaux « espaceurs ». En utilisant ces discontinuités, on peut donc espérer un meilleur pouvoir réflecteur.



**Figure 1.3 :** Sélection d'une longueur d'onde  $\lambda$  par interférence constructive dans une multicouche périodique, sous un angle de rasance  $\theta$ .

Le facteur d'absorption étant élevé, il ne peut être négligé. Son influence se caractérisera par une épaisseur maximale de pénétration du rayonnement dans le revêtement  $z_{Max}$  et le substrat en fonction du coefficient linéaire de photo-absorption moyen pondéré de la structure  $\mu_{eff}$ . L'intensité décroît selon l'expression suivante :

$$I = I_0 \times \exp(-\mu_{eff}(\lambda) \times z)$$

La profondeur de pénétration d'un rayon réalisant un aller retour dans la structure (facteur 2)  $z_{Max}$  est alors défini par :

$$z_{Max} = \frac{1}{2 \times \mu_{eff}(\lambda)}$$

En divisant  $z_{Max}$  par l'épaisseur d'une période  $d$  déterminée par la loi de Bragg, il est possible de remonter au nombre de périodes minimum  $N_{min}$  participant au pouvoir réflecteur :

$$N_{\min} > \frac{1}{2\mu_{\text{eff}}(\lambda)d} \approx \frac{\sqrt{\sin(\theta)^2 - 2\delta(\lambda)}}{4\pi m\beta(\lambda)} \quad (1.10)$$

Cette relation n'est valable que pour  $\delta \ll 1$ . Dans les longueurs d'onde autour de 30 nm, cette simplification n'est plus valable et le nombre de périodes est plus élevé que la valeur obtenue par cette expression. Nous définissons donc un autre paramètre d'optimisation  $N_{\text{Optim}}$  qui est défini en fonction d'une perte de réflectivité absolue seuil  $R_{\text{seuil}}$  pour la valeur réflectivité asymptotique. Dans notre domaine d'étude,  $\lambda = 13\text{-}40$  nm,  $N_{\min}$  est typiquement inférieur à 60 périodes autour de 13 nm et à 20 périodes autour de 40 nm. Pour simplifier et minimiser le calcul de la valeur asymptotique, nous utiliserons la valeur de la réflectivité pour 100 périodes comme valeur asymptotique.  $N_{\text{Optim}}(R_{\text{seuil}})$  est alors défini tel que :

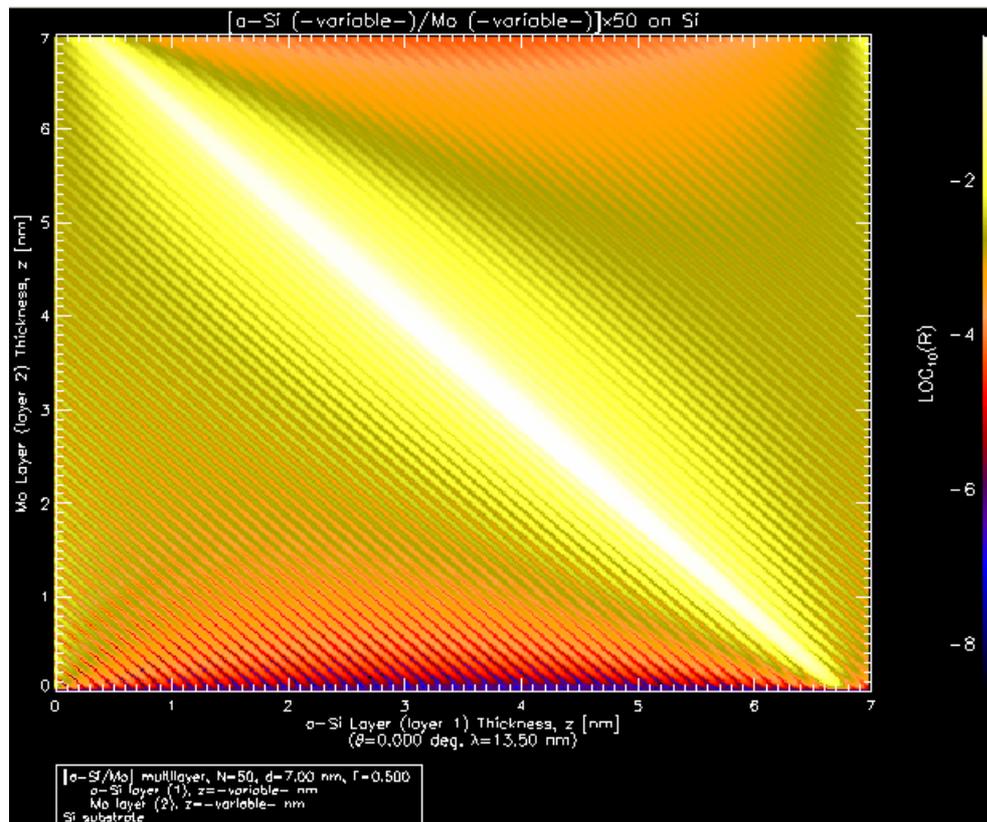
$$R(N_{\text{Optim}}) > R(N = 100) - R_{\text{seuil}} \quad (1.11)$$

Dans la suite de ce travail, nous utiliserons la forme suivante pour désigner la valeur optimale en fonction du seuil :  $N_{\text{Optim}}(R_{\text{seuil}})$ .

Pour illustrer la théorie de la loi de Bragg, nous allons prendre pour exemple la structure [a-Si/Mo] avec 50 périodes déposées sur un substrat de Si. En utilisant une gamme de longueur d'onde située au dessus du seuil  $L$  d'absorption du silicium, autour de  $\lambda = 12,4$  nm, le a-Si joue alors le rôle de matériau « espaceur » et le Mo le rôle d'« absorbeur ».

La Figure 1.4 est une simulation réalisée avec le logiciel IMD. Elle représente l'évolution de la réflectivité à  $\lambda = 13,5$  nm pour un rayonnement en incidence normale à la surface ( $\theta = 90^\circ$ ) en fonction de l'épaisseur des deux matériaux exprimée en nanomètre.

En observant la réflectivité  $R$  en représentation linéaire sur la Figure 1.4(a), on vérifie qu'il existe bien une relation linéaire entre la somme des épaisseurs ( $e_{\text{Mo}}$  et  $e_{\text{a-Si}}$ ) et le maximum de réflectivité à  $\lambda$  donné. Ce maximum de réflectivité à 13,5 nm est obtenu pour une maîtrise de l'épaisseur de la période  $d$  de l'empilement à  $\pm 0,1$  nm pour une période proche de 7 nm. Le tolérancement sur la valeur moyenne de  $d$  des structures présentées est de l'ordre  $\pm 0,05$  nm.

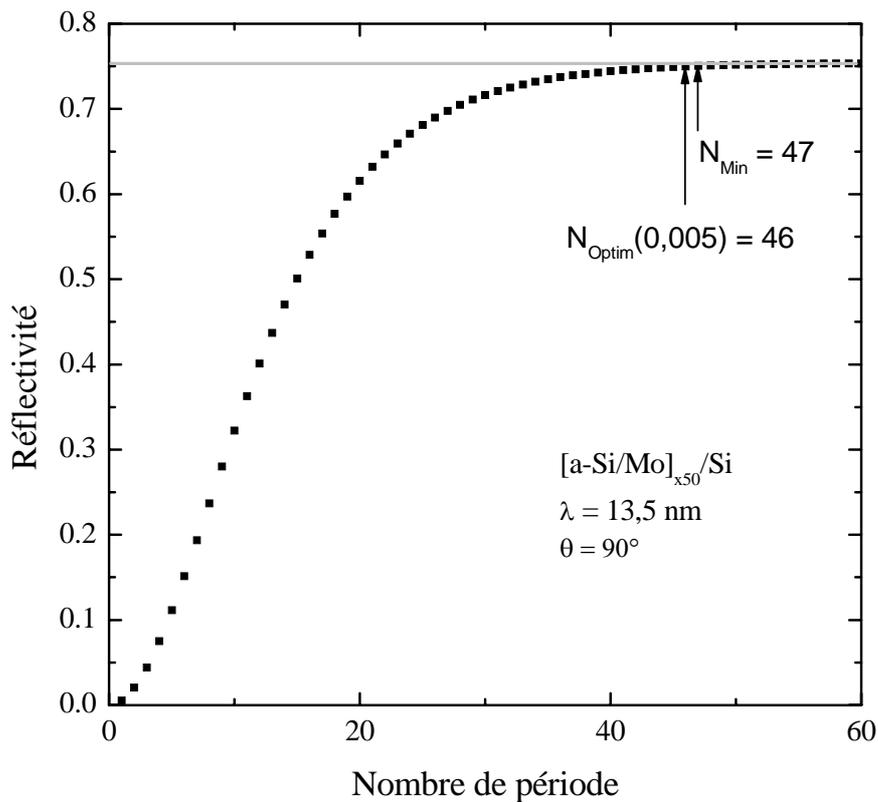


**Figure 1.4 :** Évolution de la réflectivité en échelle logarithmique décimale d'une multicouche  $[a\text{-Si}/\text{Mo}]_{x50}/\text{Si}$  à une longueur d'onde de 13,5 nm et sous incidence normale en fonction des épaisseurs de Mo et de a-Si

En observant la réflectivité  $R$  en représentation logarithmique sur la Figure 1.4, il existe un système de franges dont le nombre de minima entre 2 ordres de Bragg est égal au nombre de périodes (ici  $N = 50$ ) moins 1, soit 49 minima dans notre exemple. Cette faible modulation de réflectivité correspond aux ordres d'interférence constructive  $m$  entre la surface de la structure et le substrat, ces franges sont aussi appelées franges de Kiessig [33]. La structure est alors considérée comme une monocouche d'indice effectif  $n(\lambda)$  et d'épaisseur  $e$ . Cette relation est aussi fonction de l'angle du faisceau réfracté  $\theta_r$ , comme l'indique l'expression suivante :

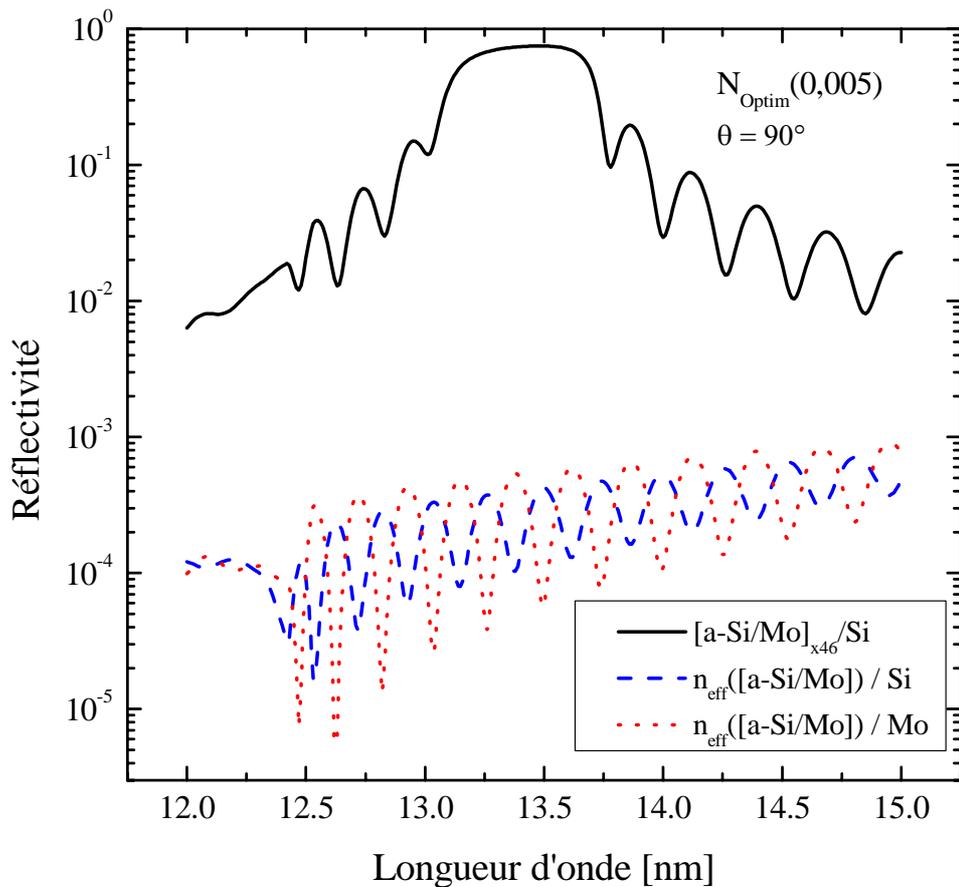
$$2n(\lambda)e \sin(\theta_r) = m\lambda \quad (1.12)$$

A partir des résultats précédents, nous définissons les épaisseurs optimales des matériaux. La Figure 1.5 représente l'évolution de la réflectivité  $R$  en fonction du nombre de périodes  $N$ . Nous avons représenté la valeur de  $N_{Optim}(0,005)$  qui est égale à  $N_{Min}$ .



**Figure 1.5 : Évolution de la réflectivité en fonction du nombre de période et détermination du point optimum de réflectivité  $N_{Optim}(0,005)$**

La Figure 1.6 représente la forme du pic de réflectivité en fonction de la longueur d'onde (trait plein), pour une structure ayant  $N_{Optim}(0,005)$  périodes. On représente sur le même graphique, la réflectivité apportée par l'interférence constructive entre la surface et le substrat en remplaçant les deux matériaux par une monocouche de même épaisseur et dont l'indice est la valeur efficace  $n_{eff}([a-Si/Mo])$ . La réflectivité de la monocouche est calculée pour un substrat de Si (tirets) et pour un substrat de Mo (pointillé). Nous observons que la réflectivité de la monocouche est en opposition de phase entre les deux substrats, ceci s'explique par la différence d'indice au dioptre couche effective-substrat. D'autre part, la monocouche sur substrat de Mo présente les mêmes positions de minima que la structure multicouche sauf pour le maximum de réflectivité de la multicouche, qui correspond à un minimum de la monocouche.



**Figure 1.6 :** Évolution de la réflectivité spéculaire en fonction de la longueur d'onde pour la structure  $[a\text{-Si/Mo}]_{xN}\text{Optim/Si}$  et pour des monocouches d'indice effectif équivalent à  $[a\text{-Si/Mo}]$  sur substrat de Si et Mo.

Étant donné que pour satisfaire la loi de Bragg dans le domaine spectral EUV, la période des multicouches doit être de quelques nanomètres. La cause principale de dégradation des propriétés réfléchives est l'influence de la rugosité interfaciale  $\sigma$  et la création de composé(s) aux interfaces.

Dans le cas d'une simple interdiffusion sans formation de composé, nous pouvons utiliser le modèle de Debye-Waller pour appréhender la perte de réflectivité. L'influence de  $\sigma$  peut alors être approximée de la manière suivante dans le cas de l'incidence normale[38] :

$$R = R_{th} \exp\left[-\left(\frac{2\pi\sigma}{d}\right)^2\right] \quad (1.13)$$

où,  $R$  est la réflectivité du pic de Bragg d'ordre 1 à l'énergie considérée,

$d$  la période de la multicouche,

$R_{th}$  est la réflectivité théorique supposant des interfaces parfaites [39].

L'équation (1.13) montre que la rugosité interfaciale  $\sigma$  peut affecter sensiblement la réflectivité lorsque la période  $d$  de la multicouche devient faible, et ceci spécialement pour des périodes de l'ordre de quelques nanomètres.

Dans le cas d'une interdiffusion avec formation de composé, il est alors nécessaire de calculer la réflectivité en ajoutant une couche de matériau supplémentaire avec sa densité et en prenant en compte les rugosités interfaciales de cette nouvelle couche.

L'influence de la dernière couche des revêtements réfléchissants est particulièrement importante pour la stabilité et l'amélioration des miroirs. Cette couche de surface est l'interface avec l'environnement ce qui peut influencer sa composition et son épaisseur. Ceci modifie directement le pouvoir réflecteur et la stabilité du composant de surface.

Par exemple pour des revêtements à  $\lambda = 13,5$  nm, la structure [Mo/a-Si], composé de silicium amorphe (a-Si) et de molybdène (Mo) couche de surface, a une réflectivité théorique de 0,76 alors que la structure [a-Si/Mo] est de 0,75. Dans la pratique, l'oxydation du Mo est pénétrante et se propage jusqu'à la couche de a-Si qui s'oxyde et permet de passiver la surface du revêtement. La structure [Mo/a-Si] a donc des performances inférieures ou égales à la structure [a-Si/Mo] et, ce qui est encore plus ennuyeux, évolue dans le temps [40]. Il est donc important de prendre en compte les effets d'oxydation dès la conception. Plusieurs études ont porté sur les couches de surface [41-43] et ont montré que l'oxyde natif de silicium, a-SiO<sub>2</sub>, est l'un des meilleurs matériaux de protection. Cet oxyde se forme aussi dans les composés à base de Si tels que le SiC. Le B<sub>4</sub>C est aussi connu pour ses propriétés de protection [fergus95]. Dans les travaux présentés, nous terminerons toujours nos empilements périodique par l'un de ces matériaux : a-Si, a-SiC ou B<sub>4</sub>C.

### **1.2.2 Outils de calcul et d'optimisation des miroirs**

Dans les travaux présentés, nous avons utilisé le logiciel IMD 4.1.1[44] de David Windt qui est gratuit et qui contient plusieurs tables d'indices mesurés expérimentalement et certains éléments extrapolés par la formule de Kramer, en particulier celles d'Henke [1]. L'optimisation du moteur de calcul et la souplesse de paramétrage des différents paramètres décrivant une structure permettent l'optimisation rapide de structures périodiques à deux

matériaux par période (2 couches) et l'ajustement de courbes expérimentales par essai-erreur à partir d'une structure connue.

Dans les travaux présentés, nous étudions des structures en ajoutant un troisième matériau dans la période (3 couches) ou en ajoutant des matériaux « barrières d'interdiffusion » (4 couches) ce qui ne permet pas d'étudier simplement l'influence d'un paramètre en fonction d'un autre. D'autre part, nous désirons pouvoir analyser l'évolution d'un paramètre calculé sur le spectre ( $R_{Max}, \Delta\lambda, \dots$ ) en fonction du facteur de structure, ce qui n'est pas possible simplement avec IMD.

Nous avons donc décidé de développer notre code afin de pouvoir étudier et optimiser de nouvelles structures. Les travaux de thèse de Julien Gautier [32] ont permis le développement d'un code de calcul récursif et d'optimisation dans le langage de programmation Matlab ®. Nous sommes repartis de ces travaux pour généraliser la description d'une structure multicouche et du calcul de ses principaux paramètres en utilisant les mêmes fichiers d'indice que le logiciel IMD.

Les besoins de recherche actuels s'orientent vers des structures multicouches périodiques à 3 ou 4 matériaux par période. Il était donc nécessaire d'indexer la description des différentes couches ou groupes de couche (structure périodique) d'un revêtement réfléchissant afin d'avoir une souplesse d'utilisation dans nos développements. Nous nous sommes basés sur la description d'IMD pour coder la description dans Matlab.

Dans un premier temps il est nécessaire de décrire la multicouche, puis son environnement de simulation et enfin les paramètres d'optimisation. Ces trois familles de paramètres représentent des structures de données qui peuvent évoluer. Elles permettent le calcul des coefficients de Fresnel de la réflectivité ou de la transmission des ondes électromagnétiques rencontrant le revêtement multicouche.

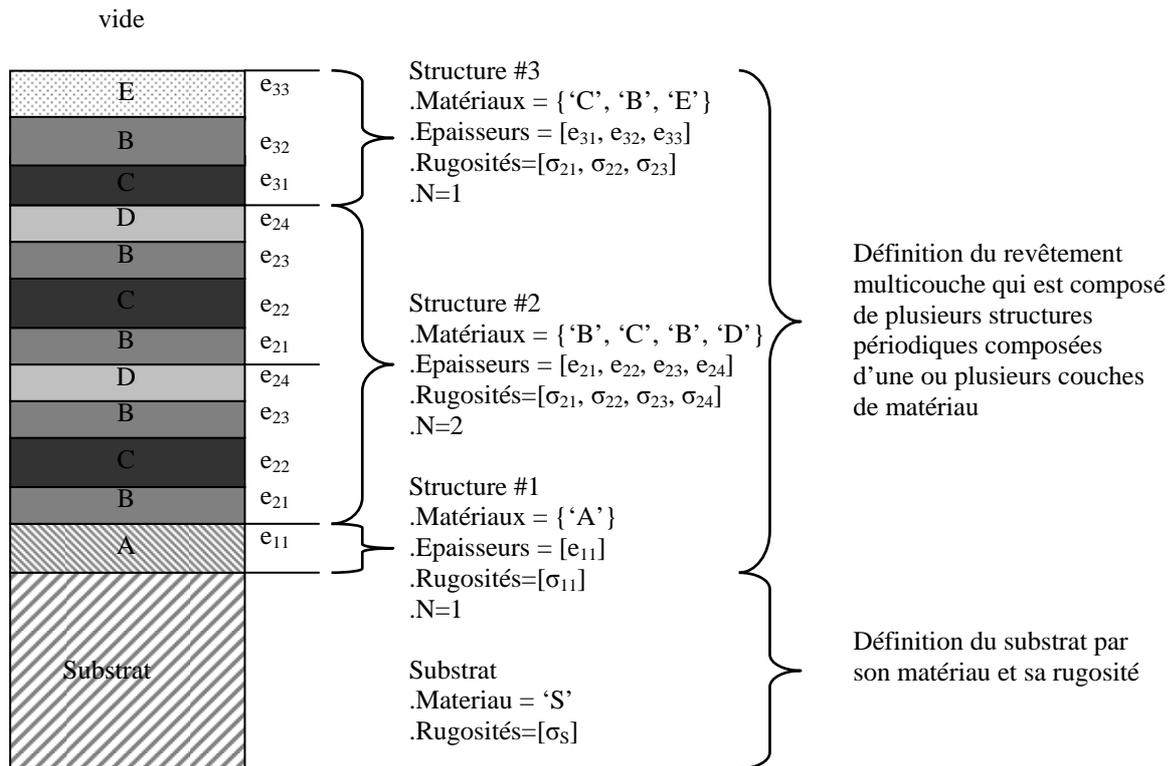


Figure 1.7 : Description de la méthode de codage d'une multicouche

Les paramètres de description de la multicouche sont représentés sur la Figure 1.7. Ils sont divisés en deux parties : les propriétés du substrat et les propriétés des différentes couches/structures déposées. Tous ces éléments ont des paramètres en commun : matériau, épaisseur (infini pour le substrat) et la rugosité. Dans la description du revêtement plusieurs structures peuvent être définies indépendamment les unes des autres avec, pour chacune, le nombre de fois où la structure est répétée. Ce codage permet de prendre en compte les revêtements périodiques, apériodiques ou mixtes. De plus, des modélisations plus réalistes sont possibles avec une couche d'accrochage et une structure de surface prenant en compte les effets d'oxydation et/ou de pollution. Une évolution sera d'intégrer une définition du type de rugosité (par défaut fonction erreur), du type de gradient de rugosité (simple ou cumulative) et du type de gradient d'épaisseur (relation entre les différentes périodes).

Les paramètres de simulation sont le domaine spectral, la polarisation du rayonnement et son angle d'incidence.

Les paramètres d'optimisation sont les longueurs d'onde que l'on souhaite réfléchir avec leur pondération respective, les paramètres d'exploration de la fonction d'optimisation

(pas de calcul, nombre de points initiaux, condition de fin d'optimisation,...), pour les structures périodiques l'ordre de Bragg à optimiser.

Les optimisations réalisées utilisent toute la fonction *fmincon* de la boîte à outil d'optimisation de Matlab. Il est à noter que la structuration du code permet facilement l'implémentation d'autres fonctions d'optimisation, comme par exemple par recuit simulé.

Le logiciel IMD et le code Matlab ont permis la conception, l'optimisation et la réalisation des travaux présentés. De plus, le code développé nous a permis de calculer des abaques de performances pour différentes structures, ce qui facilite le choix des matériaux lors de la conception. Le moteur de calcul de réflectivité est validé et utilisé. L'optimisation par les fonctions de Matlab a été améliorée en vitesse de convergence. La souplesse de codage introduite dans la description du revêtement nous permet de faire évoluer simplement le programme avec des optimisations par couche ou bloc de structure.

### **1.3 Les défis de la photolithographie EUV**

La photolithographie vient du grec : lithos (pierre), graphein (écrire) et photos (lumière). Ce procédé technique est dérivé du procédé de développement photographique mis au point par Niepce (1816). Il consiste à transférer et à réduire une image sur un plan photosensible par l'intermédiaire d'un système optique d'imagerie par projection. L'intérêt majeur de cette technique est la taille de l'outil de façonnage qui est donnée par la longueur d'onde  $\lambda$  des photons utilisés d'après la limite de diffraction (1.14).

Cette technique est fortement développée dans l'élaboration des circuits intégrés pour les composants électroniques avec des appareils nommés « scanners » qui permettent d'insoler des motifs complexes en une ou deux exposition(s) sur une résine photosensible. Cette technique permet de créer des objets en volume qui sont constitués d'empilements de différents matériaux. La technique de base consiste à déposer un matériau que l'on recouvre d'une résine photosensible. Suivant la technique, les parties insolées sont soit retirées soit conservées après un nettoyage par solvant. Les parties qui ne sont plus masquées par la résine peuvent alors être érodées. L'érosion du motif est réalisée par gravure humide ou par plasma. Après cette étape, la résine restante est retirée et l'on dépose une nouvelle couche de matériau à mettre en forme.

L'évolution rapide de cette technique de fabrication suit une tendance : les "lois" de Moore. La première [45], émise en 1965 par Gordon Moore, prévoit que le nombre de composant par circuit double tous les 18 mois. Elle fut corrigée en 1975[46], le nombre de composant par circuit double tous les 24 mois. Cette extrapolation se vérifie depuis 1959, date de l'invention des premiers transistors à base de matériaux semi-conducteurs.

Nous allons faire un bref rappel sur l'évolution de la photolithographie puis nous préciserons les technologies des sources EUV et de leur collecteur.

#### **1.3.1 Évolution de la photolithographie**

La Figure 1.8 représente l'amélioration de la résolution sur les 20 dernières années avec l'évolution des techniques de réalisation des motifs en fonction de l'année. On observe que le gain en résolution est fortement régi par la limite de diffraction en fonction de la longueur d'onde (1.14), pondérée par un facteur  $k_1$  de correction lié aux aberrations du système optique et au moyen de transfert du motif sur la résine à insoler. L'amélioration de la robotique a permis l'asservissement des systèmes pour insoler et déposer de façon répétable

des surfaces de plus en plus grandes que l'on observe avec l'augmentation de la surface des substrats, ce qui permet d'améliorer le rendement de production par surface traitée.

$$R\acute{e}solution = k_1 \times \frac{\lambda}{ON} \quad \text{où } 0,25 \leq k_1 \leq 1 \quad (1.14)$$

On observe que la résolution est meilleure grâce à l'optimisation des différents paramètres :

- La longueur d'onde des sources d'insolation qui est de plus en plus courte. Les lampes à décharge (raie G, raie L) à base de mercure ont été remplacées par des lasers à excimère à base de fluor (F) combiné au krypton(Kr)  $\lambda = 248$  nm puis à l'argon(Ar)  $\lambda = 193$  nm. Les lasers à excimère à base de difluorure ( $F_2$ )  $\lambda = 157$  nm n'ont pas été développés pour la production car le gain en résolution est trop faible et trop coûteux par rapport au développement déjà réalisés à  $\lambda = 193$  nm. Il est prévu que la prochaine étape sera le passage aux sources EUV plasma à  $\lambda = 13,5$  nm avec une diminution d'un facteur 14 sur la longueur d'onde actuelle de 193 nm.

L'ouverture numérique (ON) a fortement augmenté avec actuellement l'utilisation de liquide d'immersion entre la résine et le dernier dioptré de l'optique de projection [47] qui permet de dépasser la limite à 1 des systèmes secs. L'augmentation de la valeur d'ON n'est pas sans difficulté si l'on considère la profondeur de champ PDC associée (1.15). Ceci impose des optiques toujours plus grandes, donc plus lourdes, et toujours plus proches de la résine à insoler.

$$PDC = \pm \frac{\lambda}{4ON^2} \quad (1.15)$$

- Le facteur de procédé  $k_1$  peut diminuer jusqu'à 0,25. Il représente l'évolution des techniques [48, 49] prenant en compte les défauts des systèmes optiques ; ceci se traduit par des pré-corrrections au niveau de la forme du motif sur le masque [50] et par des corrections des aberrations par des optiques actives.

Actuellement, ON et  $k_1$  atteignent les limites de la physique et le saut à l'EUV est à l'étude.

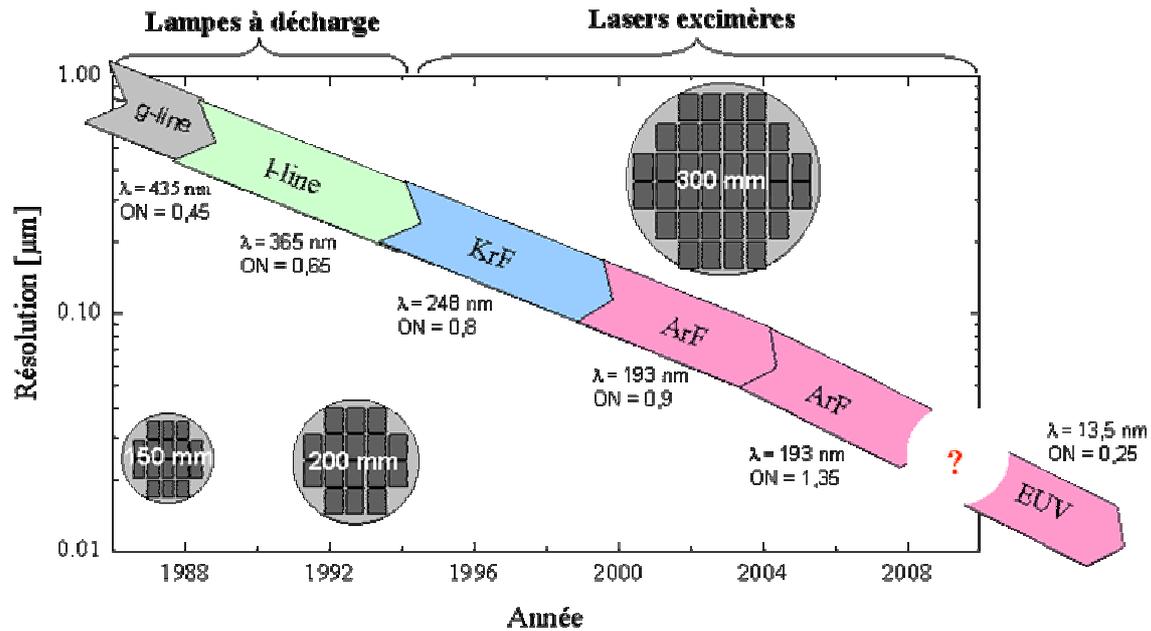


Figure 1.8 : Évolution de la résolution d'écriture sur les substrats, ainsi que de leur dimension, en fonction des années dans l'industrie des semi-conducteurs

Cette course incroyable à la miniaturisation a une limite théorique appelée « the wall » (le mur) qui n'a cessé d'être repoussée grâce aux avancées techniques. Mais ces avancées ont un coût qui suit la loi de Rock. Celle-ci stipule que le coût de production d'une puce électronique double tous les 4 ans.

Le passage aux sources ArF aux sources EUV permettra de diminuer la longueur d'onde d'un facteur de 14. Ceci relâchera les contraintes sur les ON et  $k_1$  pour des résolutions équivalentes.

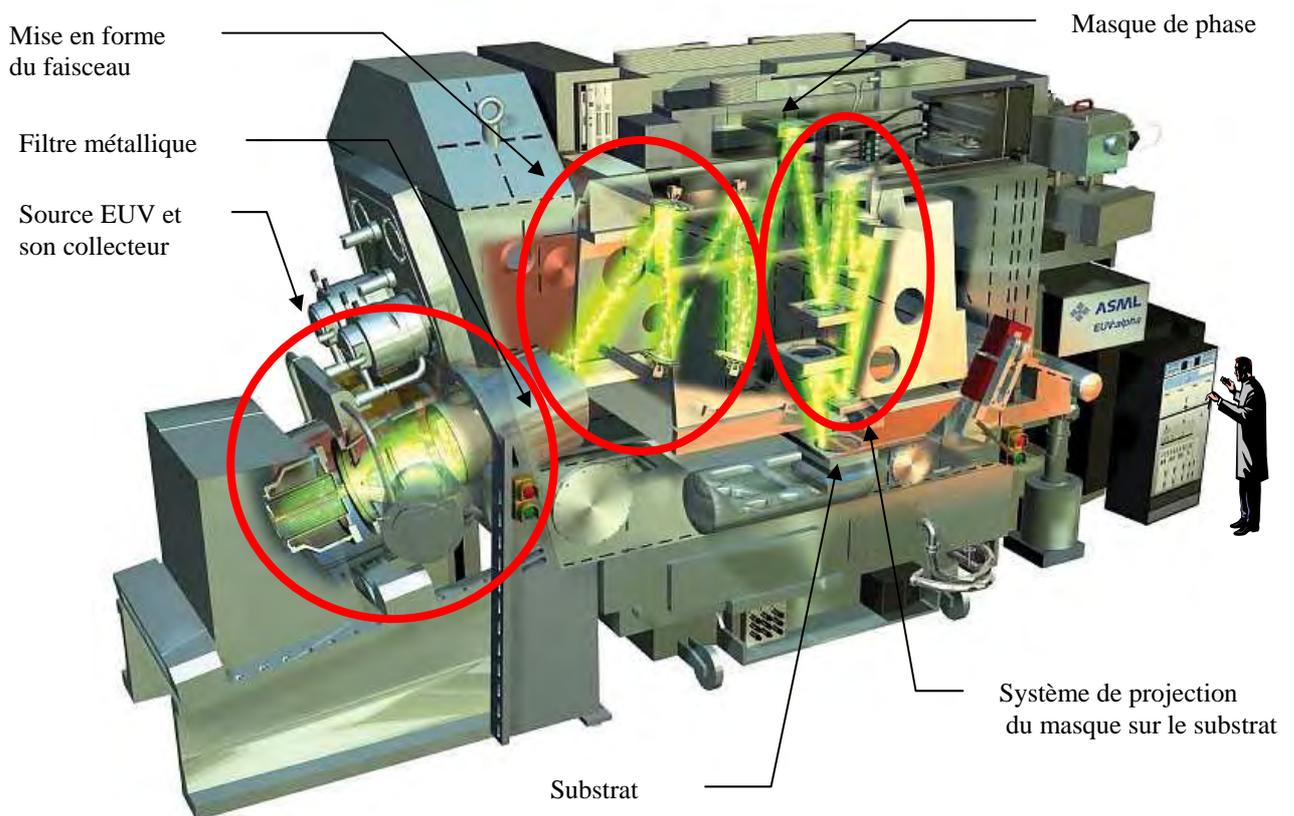
Le passage à l'EUV, nécessite néanmoins de grands changements technologiques :

- Le passage de sources laser à excimère à des sources plasma ;
- Le passage d'un système optique en transmission à un système optique en réflexion ;

Ceci se traduit par une prise de risque bien plus grande pour les industriels. Il existe une autre solution pour la miniaturisation avec la gravure par faisceau d'électrons [51] mais qui a l'inconvénient de ne pas être adaptée pour la gravure de motifs sur des grandes surfaces.

### **1.3.2 Les sources et optiques pour la photolithographie EUV**

Les constructeurs les plus importants d'outils d'insolation pour la photolithographie, communément appelé « scanner », sont ASML (Europe), Nikon (Japon) et Canon (Japon) qui doivent pour viabiliser cette nouvelle technologie pouvoir garantir une durée de vie de plusieurs milliers d'heures en continu de leurs instruments de production dont une représentation est faite sur la Figure 1.9. La puissance de la source et l'efficacité de son collecteur vont définir la puissance disponible pour les systèmes optiques suivants : la sélectivité spectrale avec un filtre métallique, la mise en forme du faisceau pour éclairer le masque, le masque de phase lui-même, la projection de l'image du masque sur le substrat et l'automate de positionnement du substrat pour l'insolation séquentielle de l'ensemble de la surface de la résine déposée sur le substrat.



**Figure 1.9 : Vue d'un prototype de scanner EUV par la société ASML**

La particularité des systèmes EUV est que les optiques de puissance sont toutes en réflexion. D'autre part, nous verrons que le pouvoir réflecteur des miroirs est loin d'être à égal à 1. L'efficacité optique de transmission  $\eta_{optique}$  de tels systèmes est donc définie par :

$$\eta_{optique} = \frac{\Omega_{collect}}{\Omega_{source}} \times \prod_i R_{collect}(i) \times T_{filtre} \times \prod_i R_{forme}(i) \times R_{masque} \times \prod_i R_{projection}(i)$$

où  $\Omega_{source}$  est l'angle solide d'émission de la source,  $\Omega_{collect}$  est l'angle solide de collection de l'optique de collection. Leur effet est pondéré par la réflectivité de chaque miroir du collecteur  $R_{collect}(i)$ , la transmission du filtre de métallique  $T_{filtre}$ , la réflectivité de chaque miroir du système optique de mise en forme  $R_{forme}(i)$ , la réflectivité du masque  $R_{masque}$  et la réflectivité de chaque miroir du système de projection  $R_{projection}(i)$ .

Une approximation avec le système de la Figure 1.9 permet d'avoir un ordre de grandeur. On considère une réflectivité moyenne de 0,61 à la longueur d'onde d'utilisation pour chacune des 14 réflexions ; on multiplie encore par le rendement de collection  $\sim 0,3$  et la transmission du filtre  $\sim 0,7$ . On obtient un rendement de transmission global inférieur à  $2,1 \cdot 10^{-4}$ . Ce qui nécessite de générer presque 5000 fois plus de puissance au niveau de la source que celle nécessaire pour insoler les résines. D'autre part, le rendement d'émission de la source à la longueur d'onde d'utilisation est d'environ 10%.

Le principal verrou technologique vient donc des sources et de leur collecteur. Les sources n'étaient, il y a encore quelques mois, pas assez puissantes et avaient une fréquence de répétition trop faible pour insoler les résines. Ce problème semble partiellement résolu depuis une révision de la photosensibilité des résines par le NIST et les progrès constants des principaux industriels concevant les sources : Cymer (États-Unis d'Amérique), Philips Extreme EUV (Allemagne), GigaPhoton (Japon). Il reste néanmoins l'optimisation des optiques de collection pour améliorer leur durée de vie.

Les sources EUV pour la photolithographie autour de 13 nm sont basées sur l'émission de photons par des plasmas pour lesquels les éléments sont dans des états fortement ionisés. Les meilleurs rendements d'émission autour de 13 nm sont obtenus avec l'étain (Sn). Il existe deux technologies concurrentes pour générer ces plasmas :

- Les plasmas générés par décharge électrique (DPP : Discharge Produced by Plasma)
- Les plasmas générés par impulsions laser (LPP : Laser Produced Plasma)

Pour chacune de ces sources, nous avons représenté sur la Figure 1.10 la géométrie la plus appropriée par rapport au profil d'émission de la source. Dans le cas des sources DPP,

l'émission est principalement sur l'axe de projection du plasma alors que pour les sources LPP, l'émission est majoritairement vers la source laser.

Les optiques de collection sont donc exposées à des fortes puissances, aux débris des sources. Elles doivent aussi permettre le filtrage spectral de la source. Les optiques de projection sont, quant à elles, moins sollicitées d'un point de vue puissance et protégées de l'environnement des sources. Les environnements étant différents, les revêtements réfléchissants le seront aussi. Les débris de source sont aussi à l'origine de la diminution des performances, ce qui nécessite un procédé de nettoyage des revêtements réfléchissants en ligne afin de limiter les maintenances. Cette problématique sera traitée dans le chapitre 3.

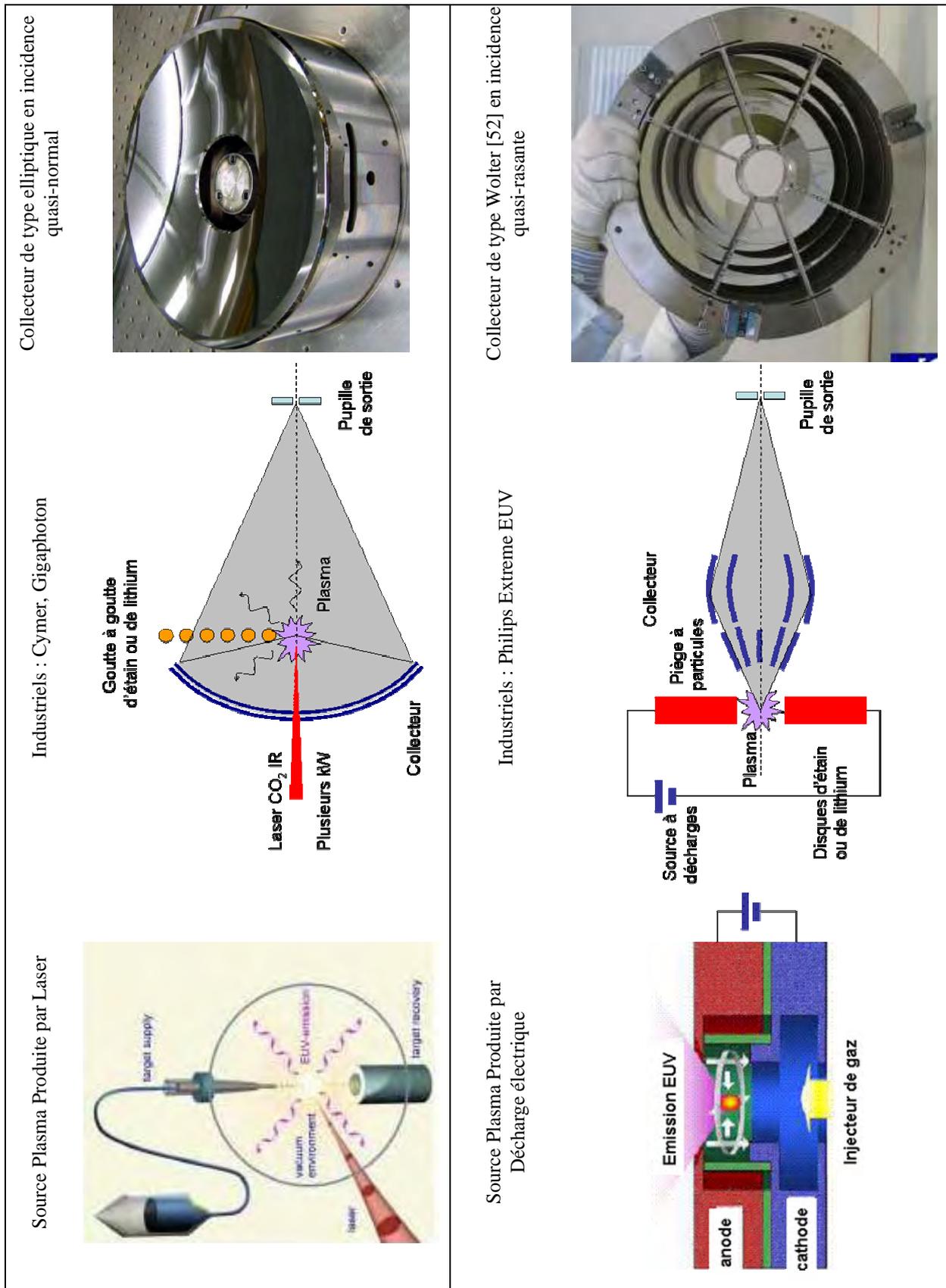


Figure 1.10 : Les 2 technologies de source et leur collecteur associé

## **1.4 Domaine EUV pour l'astrophysique**

L'observation de la voûte céleste à l'œil nu puis au travers de lunettes et de télescopes s'est faite dans le spectre visible depuis l'antiquité jusqu'au XIX<sup>ième</sup> siècle. A partir de cette date, le développement des capteurs a permis l'accès à d'autres gammes d'énergie ce qui a révolutionné les techniques d'observation, les connaissances de notre univers mais aussi les interrogations des astronomes. Depuis, comme toute science, l'observation et la théorie progressent ensemble avec une particularité pour une course au gigantisme pour explorer l'infini des forces de notre univers et sa complexité.

Une division de cette discipline, l'astrophysique, porte plus particulièrement sur la compréhension de la naissance, de l'évolution et de la mort des astres et des systèmes selon les lois de la physique. L'examen des rayonnements émis par les astres nous renseigne sur leur nature et leur interaction avec notre environnement. L'objectif est de continuer l'exploration toujours plus loin dans les extrémités du spectre électromagnétique<sup>†</sup> avec par exemple la mission PLANCK dédiée à l'étude du fonds diffus cosmologique (rayonnement fossile du Big Bang) à une longueur d'onde de 2 mm ou la mission INTEGRAL dédiée à l'observation des rayonnements de 15 keV à 10 MeV produits par les événements violents de l'univers (novae, supernovae, trou noir absorbant une étoile,...).

Certains rayonnements (du VUV au gamma, certaines bandes spectrales de l'infrarouge, ...) sont purement et simplement absorbés par l'atmosphère et donc inobservables depuis le sol. Pour l'observation des phénomènes à hautes énergies émettant principalement en dehors du visible, il est nécessaire de réaliser les observations depuis l'espace. Les observations sont réalisées lors de vols "fusée" ou de missions sur satellite. Les vols "fusée" permettent en général de qualifier/calibrer des instruments embarqués, avec une phase d'acquisition de quelques minutes ou heures et un retour sur Terre de l'instrument. La mission sur satellite a une phase d'acquisition scientifique pouvant durer plusieurs années.

L'observation des taches solaires à partir du XIX<sup>ième</sup> siècle puis la mesure des orages électromagnétiques au début du XX<sup>ième</sup> siècle sont restés des événements décorrelés pour les astrophysiciens. L'observation du Soleil dans le domaine des X-UV et plus particulièrement dans l'EUV a permis de corréler les événements. Dans une première partie nous verrons ce qu'a apporté l'imagerie EUV aux astrophysiciens et l'origine de son émission ; puis, nous ferons un récapitulatif sur les différentes missions.

---

<sup>†</sup> <http://smc.cnes.fr>

### **1.4.1 Motivation de l'imagerie du Soleil dans l'EUV**

Il est intéressant de repartir de l'évolution de la compréhension de l'activité solaire [53] pour comprendre les motivations de l'imagerie EUV de notre étoile. Les observations des taches à la surface du Soleil menées par les scientifiques des siècles précédents ont permis de mettre en évidence un cycle d'activité solaire de 11 ans [54]. De nouvelles techniques basées sur les concentrations d'isotopes ont permis de remonter sur presque un millénaire [55].

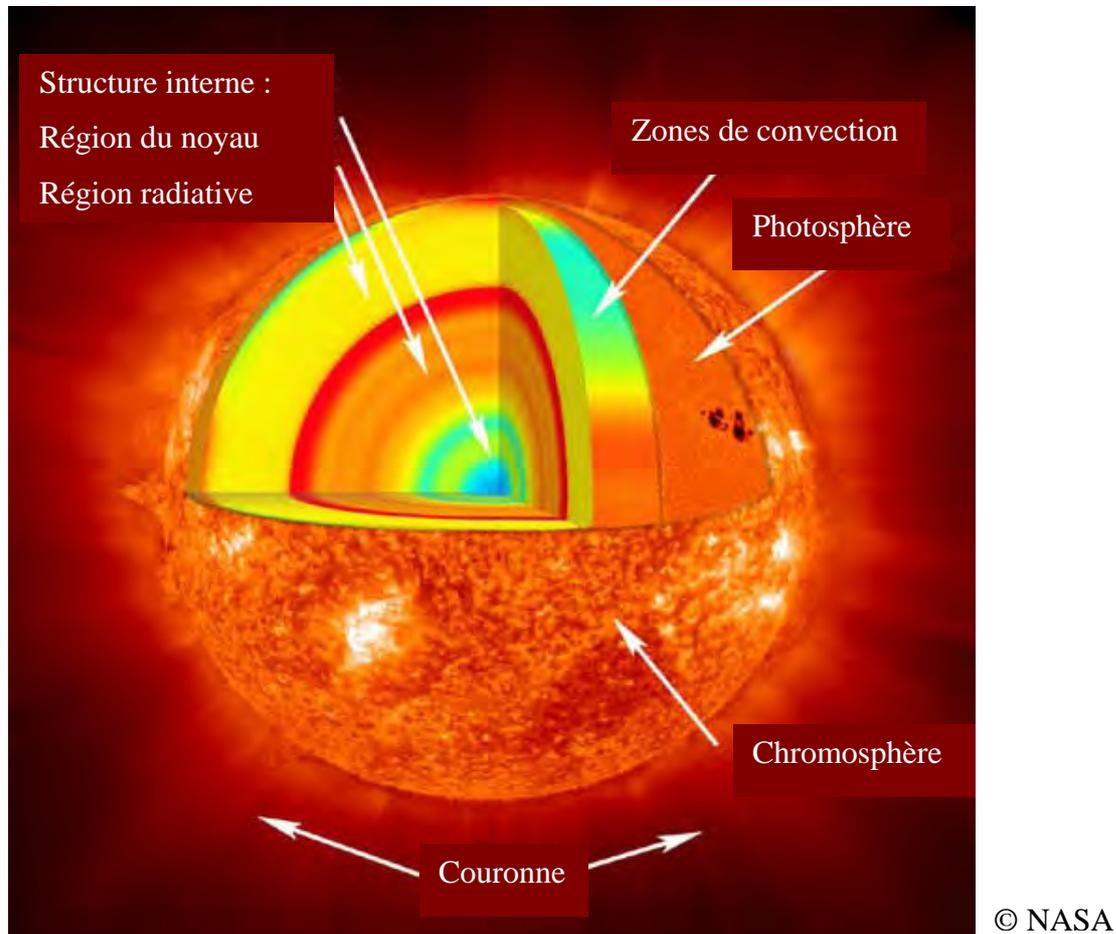
A partir du XIX<sup>ième</sup> siècle la mesure du champ magnétique a permis d'observer des orages magnétiques dont la relation de cause à effet avec les taches solaires fut établie au début du XX<sup>ième</sup> siècle. Si de vastes taches solaires actives sont visibles, de grands orages magnétiques sont probablement imminents. Aujourd'hui, ce phénomène est interprété par le champ intense des taches solaires. Il peut mener à des dégagements brutaux d'énergie magnétique, sous forme d'éruption solaire et d'éjections de masse coronales (Coronal Mass Ejection). Ceci a pour effet de générer des nuages rapides de plasma interplanétaire dont les fronts de choc avec la magnétosphère terrestre provoquent des orages magnétiques.

La relation entre taches solaires et plus petits orages magnétiques était cependant moins sûre. En 1904, E.W. Maunder de l'observatoire royal de Greenwich, Angleterre, proposait que nombre de ces orages soient de nature entièrement différente, ayant tendance à se reproduire par intervalles de 27 jours, la période de la rotation du Soleil. Comme si certaines régions du Soleil en rotation nous envoyaient les orages. Mais, l'analyse de ces régions les a montrées sans particularité, sans aucune tache solaire. Les astronomes les ont nommées "régions M" (M pour magnetic storm), et pendant longtemps personne n'a eu de nouvelles indications à leur sujet. [56-58]

Les observations depuis l'espace ont finalement ouvert la voie. En 1962 Mariner II, sonde spatiale se dirigeant vers Vénus, enregistre des courants rapides récurrents dans le vent solaire, dont les sources semblaient suivre la rotation du Soleil [59-61]. L'apparition de ces courants fut reliée à celle d'orages modérés comme ceux étudiés par Maunder, mais de façon encore peu claire.

Une décennie plus tard, en 1973, les astronautes de la station spatiale Skylab observent le Soleil par l'intermédiaire d'un spectromètre [62] et réalisent les premières images dans les rayonnements XUV. Ces images et données spectrales ont permis de mieux comprendre l'importance de l'observation des événements fortement énergétiques dans les XUV. Ils ont permis de compléter le modèle de la structure du Soleil comme cela est montré sur la Figure

1.11 et d'avoir plus d'information sur les phénomènes physiques à l'origine des taches et des éruptions solaires.



**Figure 1.11 : Structure stratifiée du Soleil**

La Figure 1.12 donne un panorama des différentes zones d'émission de rayonnement (liées à la température du plasma) en fonction de l'altitude par rapport au noyau. L'ensemble de ces informations permettent de mieux comprendre l'origine des éruptions solaires.

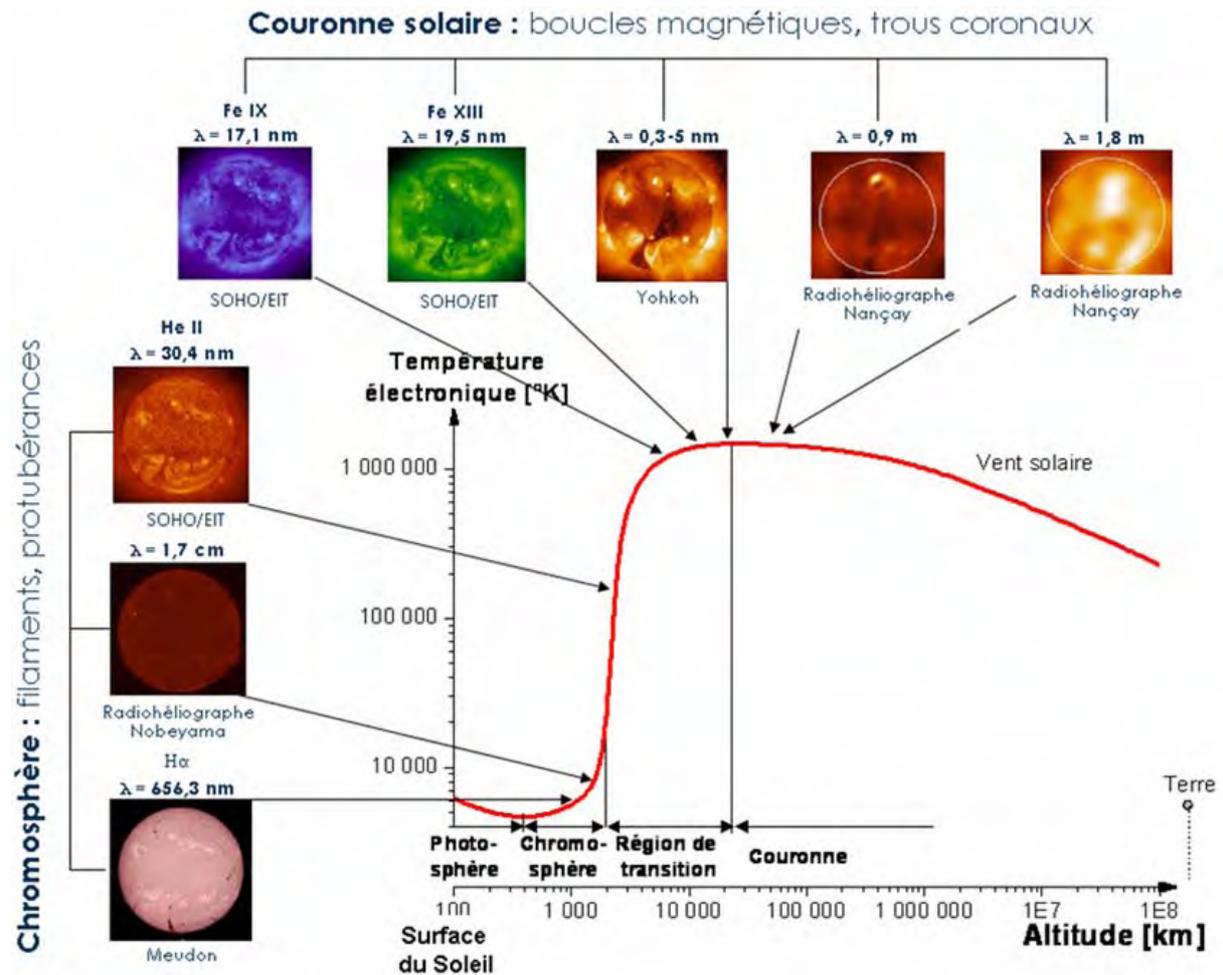


Figure 1.12 : Les différentes gammes de longueurs d'onde émises par le Soleil en fonction de l'altitude<sup>‡</sup>

Aux rayons X, dans la couronne, les régions lumineuses ont été souvent associées aux taches solaires, qui (semble-il) trouvent une énergie supplémentaire dans les régions situées un peu au-dessus d'elles. Par contre, les impalpables "Régions M" se sont avérées être les secteurs foncés intermédiaires, dits "trous coronaux." Il semble que les arches et les boucles des lignes de champ magnétique sont liées aux taches solaires emprisonnées et retiennent le plasma solaire, empêchant son expulsion sous forme de vent solaire. D'autre part le champ magnétique est moins intense dans les "trous coronaux", et les lignes de champ, directement au contact de l'espace, représentent un itinéraire facile le long duquel le vent solaire pourrait s'écouler. Bien que ces régions soient plus froides que leurs voisines, elles sont de meilleures sources de vent solaire. Les calottes polaires solaires sont situées loin des ceintures des taches solaires et forment deux très grands "trous coronaux". On s'attendait donc à ce que le vent

<sup>‡</sup> <http://www.lesia.obspm.fr/solaire/>

solaire qui en est issu soit rapide et régulier, prévision confirmée par Ulysses [63]. Les "trous" qui produisent les rapides jets de vent solaire vers la terre proviennent généralement des régions polaires.

Les origines des vents solaires et des éruptions étant localisées et relativement bien comprises, les astrophysiciens cherchent à prédire les phénomènes par l'étude de la sismologie du Soleil et une meilleure compréhension des phénomènes à l'origine des taches. Les informations du spectre XUV permettent d'avoir une vue stratifiée de notre étoile ce qui permet de suivre le développement des événements sur une grande profondeur. Néanmoins, le spectre le plus simple à étudier est celui des EUV où les systèmes optiques peuvent utiliser des optiques ayant des revêtements réfléchissants avec un bon pouvoir réflecteur en incidence normale. L'utilisation d'optiques travaillant en incidence normale plutôt que rasante permet l'obtention de télescope imageurs plus compacts et ayant une plus grande ouverture numérique.

#### **1.4.2 Historique des missions dans l'EUV**

Les premières images du Soleil dans les XUV réalisées à partir de la station Skylab en 1973 ainsi que des acquisitions à l'aide d'un spectromètre (SO82B) ont permis d'identifier des raies d'émission EUV et leur localisation dans l'atmosphère du Soleil. Chaque région est caractérisée par ses raies spectrales, qui identifient à la fois les éléments qui s'y trouvent et, via leur état d'ionisation, leur température. La sélectivité spectrale des miroirs multicouches déposés sur les optiques des télescopes ( $\lambda/\Delta\lambda \sim 10$ ) permet donc de choisir les zones observées. Les principales missions ayant emportés des imageurs EUV sont les suivantes (en gras pour les satellites) :

- Skylab SXR (~1975) [64, 65]
- Rockets (1985) [66]
- Stanford/MSFC (1987) [67, 68] (Multi-Spectral Solar Telescope)
- PHOBOS-I / TEREK (1988)
- NIXT (1989) [69, 70] (Normal Incident X-Ray Telescope)
- MSSTA (1991) [71, 72] (Multi-Spectral Solar Telescope Array)
- **SOLAR-A** → **Yohkoh/SXT** [73-75] (1991) (Soft X-Ray Telescope)
- Coronas-I / TEREK-C (1994)
- **SOHO/EIT** (1995) [8, 76, 77] (Solar and Heliospheric Observatory/Extreme ultraviolet Imaging Telescope)

- **TRACE** (1998)[9] (Transition Region and Coronal Explorer)
- **Coronas-F/SPIRIT/SRT-C** (2001) [77, 78]
- **STEREO/SECCHI/EUVI** (2006) [79, 80] (Solar Terrestrial Relations Observatory/ Sun Earth Connection Coronal and Heliospheric Investigation / Extreme UltraViolet Imager),
- **MOSES** (2006) [81, 82] (Multi-Order Solar EUV Spectrograph)
- **SDO** (2008) [83, 84] (Solar Dynamics Observatory)
- **PROBA 2/SWAP**[85] en attente

Et encore quelques missions fusées en attente telles que Herschel/HECOR [86]

Depuis 2000, l'International Living With a Star Program (ILWS) coordonne l'effort des différentes agences spatiales dans la compréhension du Soleil.

**Tableau 1.2 : Longueurs d'onde EUV d'intérêt pour l'astrophysique solaire d'après la base de données CHIANTI [87]**

$\lambda$ [nm]	Ion émetteur	Région de l'atmosphère du Soleil	Log(T) [K]	Mission
9,35	Fe XVIII	Zone d'éruption	6,8	SDO
13.1	Fe VIII	Région de transition	5,7	SDO
13.3	Fe XX/XXIII	Zone d'éruption	7,0 – 7,1	
13.6	Fe XXII	Zone d'éruption	7,1	
				SOHO-
17.1	Fe IX	Couronne calme, région de transition haute	5,9	STEREO- SDO
17.5	Fe X	Couronne calme, région de transition haute	6,0	
19.2	Fe XXIV	Couronne et plasma chaud d'éruption	7,2	
				SOHO-
19.5	Fe XI-XII	Couronne et plasma chaud d'éruption	6,1-6,2	STEREO- SDO
21,1	Fe XIV	Région active de la couronne	6,3	SDO
25.4	Fe XVII	Région active	6,9	
28.4	Fe XV	Région active	6,4	SOHO- STEREO
				SOHO-
30.4	He II	Chromosphère, region de transition	4,9	STEREO- SDO
33.5	Fe XVI	Région active	6,8	SDO

Les satellites des missions SOHO et STEREO fonctionnent à ce jour simultanément sur les mêmes plages spectrales. Ils délivrent donc un ensemble de données sous différents points de vue pour les différentes raies d'émission et ce pour un même événement. La mission SDO (NASA) dont le lancement est prévu en décembre 2008 permettra l'observation en continu du Soleil entre  $6,3 \times 10^5$  K et  $15 \times 10^6$  K à six longueurs d'onde : Fe XVIII (9,35 nm), Fe XX,XXIII (13,1 nm), Fe IX (17,1 nm); Fe XII,XXIV (19,3 nm); Fe XIV (21,1 nm); He II (30,4 nm) et Fe XVI (33,5 nm)

Le Tableau 1.2 reprend les différentes raies d'intérêt avec le matériau émetteur, la localisation dans l'atmosphère solaire, la température du plasma correspondante et les missions satellites qui observent la raie.

Le Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique (LCFIO) met son expertise en conception et réalisation d'optique au service des différents projets soutenus par le Centre National d'Études Spatial (CNES) et l'Institut d'Astrophysique Spatiale d'Orsay (IAS) pour les observations dans l'XUV. Le LCFIO est impliqué dans la réalisation d'optiques revêtues de multicouches pour les télescopes d'imagerie solaire EUV depuis la mission SOHO/EIT. Depuis, il a réalisé les dépôts des optiques des deux télescopes STEREO/SECCHI/EUVI A&B (NASA), les revêtements réfléchissants de l'imageur EUV SWAP de la mission fusée Proba2 (ESA), le coronographe EUV HECOR de la mission fusée Herschel (NRL), et la conception des revêtements VUV polarisé pour la mission SEMES [88, 89].

Ces héritages technologiques (caractérisation, polissage, asphérisation par érosion ionique, nettoyage, bâti de dépôt de couches minces) et environnementaux (salle blanche, transport, stockage) permettent au laboratoire de participer au consortium de la prochaine génération de satellites de surveillance du Soleil. Les deux principales missions d'observation seront Solar Orbiter de l'agence européenne spatiale (ESA) et Solar Sentinels de l'agence de spatiale américaine (NASA). L'effort des deux agences a été combiné dans une nouvelle mission sous le nom d' HELEX (HELIophysics EXplorers). L'originalité de cette mission est d'avoir une orbite qui s'approche jusqu'à 0,2 unité astronomique et une inclinaison qui permettra aux instruments de visualiser les pôles (trous coronaux ou « Régions M »). Le chapitre 4 présente les travaux menés sur l'amélioration des revêtements multicouches en réflectivité et sélectivité spectrale et aussi les premiers tests d'évaluation.

## **1.5 Bibliographie**

- [1] B. Henke, E. Gullikson, and J. Davis, "X-ray interactions: Photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at  $e = 50\text{-}30,000$  ev,  $z = 1\text{-}92$ ," *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, vol. 54, pp. 181–342, July 1993.
- [2] E. A. Spiller, *Soft X-Ray Optics*, vol. PM15. PO Box 10, Bellingham, Washington 98227-0010: SPIE-International Society for Optical Engineering, August 1994.
- [3] "henke.lbl.gov/optical\_constants/asf.html."
- [4] E. M. Gullikson, P. Denham, S. Mrowka, and J. H. Underwood, "Absolute photoabsorption measurements of mg, al, and si in the soft-x-ray region below the 12,3 edges," *Phys. Rev. B*, vol. 49, pp. 16283–16288, Jun 1994.
- [5] R. Soufli and E. M. Gullikson, "Reflectance measurements on clean surfaces for the determination of optical constants of silicon in the extreme ultraviolet-soft-x-ray region," *Appl. Opt.*, vol. 36, no. 22, pp. 5499–5507, 1997.
- [6] H. Kinoshita, K. Kurihara, Y. Ishii, and Y. Torii, "Soft x-ray reduction lithography using multilayer mirrors," *J. Vac. Sci. Technol. B, International symposium on electron, ion, and photon beams*, vol. 7, no. 6, pp. 1648–1651, 1989.
- [7] J. E. Bjorkholm, J. Bokor, L. Eichner, R. R. Freeman, J. Gregus, T. E. Jewell, W. M. Mansfield, A. A. M. Dowell, E. L. Raab, W. T. Silfvast, L. H. Szeto, D. M. Tennant, W. K. Waskiewicz, D. L. White, D. L. Windt, O. R. W. II, and J. H. Bruning, "Reduction imaging at 14 nm using multilayer-coated optics: Printing of features smaller than 0.1  $\mu\text{m}$ ," *The 34th International Symposium on Electron, Ion and Photon Beams*, vol. 8, no. 6, pp. 1509–1513, 1990.
- [8] J. P. Delaboudinière, G. E. Artzner, J. Brunaud, A. H. Gabriel, J. F. Hochedez, F. Millier, X. Y. Song, B. Au, K. P. Dere, R. A. Howard, R. Kreplin, D. J. Michels, J. D. Moses, J. M. Defise, C. Jamar, P. Rochus, J. P. Chauvineau, J. P. Marioge, R. C. Catura, J. R. Lemen, L. Shing, R. A. Stern, J. B. Gurman, W. M. Neupert, A. Maucherat, F. Clette, P. Cugnon, and E. L. Dessel, "Eit: Extreme-ultraviolet imaging telescope for the soho mission," *Solar Physics*, vol. 162, pp. 291–312, December 1995.
- [9] L. Golub and D. M. Hassler, "High resolution coronal imaging with multilayers," *Advances in Space Research*, vol. 29, pp. 1999–2008, June 2002.
- [10] P. Troussel, P. Munsch, and J.-J. Ferme, "Microfocusing between 1 and 5 keV with wolter-type optics," *X-Ray Optics Design, Performance, and Applications*, vol. 3773, no. 1, pp. 60–69, 1999.
- [11] D. Evans and J. Katzenstein, "Laser light scattering in laboratory plasmas," *Reports on Progress in Physics*, vol. 12, pp. 207–271, January 1969.
- [12] P. T. Rumsby and J. W. M. Paul, "Temperature and density of an expanding laser produced plasma," *Plasma Physics*, vol. 16, no. 3, pp. 247–260, 1974.
- [13] R. F. Smith, J. Dunn, J. R. Hunter, J. Nilsen, S. Hubert, S. Jacquemot, C. Remond, R. Marmoret, M. Fajardo, P. Zeitoun, L. Vanbostal, C. L. Lewis, M. F. Ravet, and F. Delmotte, "Longitudinal coherence measurements of a transient collisional x-ray laser," *Opt. Lett.*, vol. 28, no. 22, pp. 2261–2263, 2003.
- [14] J. P. Chambaret, F. Canova, R. Martens, G. Lopez-Cheriaux, G. Mourou, A. Cotel, C. L. Blanc, F. Druon, P. Georges, N. Forget, F. Ple, and M. Pittman, "Ile 25pw single laser beamline: The french step for the european extreme light infrastructure (eli)," *Quantum Electronics and Laser Science Conference, 2007. QELS '07*, pp. 1–2, 2007.
- [15] G. A. Mourou, C. L. Labaune, M. Dunne, N. Naumova, and V. T. Tikhonchuk, "Relativistic laser-matter interaction: from attosecond pulse generation to fast ignition," *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 49, no. 12B, pp. B667–B675, 2007.
- [16] A. Cotel, *Réseaux de diffraction à multicouches diélectriques pour la compression d'impulsions laser Petawatt par mosaïques de réseaux*. PhD thesis, Ecole Polytechnique/CNRS, 2007.
- [17] E. Gerstner, "Laser physics: Extreme light," *Nature*, vol. 446, pp. 16–18, March 2007.

- [18] P. Troussel, “Quelques diagnostics x pour les expériences d'interaction laser-matière,” *Annales de Physique*, vol. 27, no. 3, pp. 1–144, 2002.
- [19] P. Zeitoun, P. Balcou, S. Bucourt, F. Delmotte, G. Dovillaire, D. Douillet, J. Dunn, G. Faivre, M. Fajardo, K. Goldberg, S. Hubert, J. Hunter, M. Idir, S. Jacquemot, S. Kazamias, S. le Pape, X. Levecq, C. Lewis, R. Marmoret, P. Mercère, A. Morlens, P. Naulleau, M. Ravet, C. Rémond, J. Rocca, R. Smith, P. Troussel, C. Valentin, and L. Vanbostal, “Recent developments in x-uv optics and x-uv diagnostics,” *Applied Physics B: Lasers and Optics*, vol. 78, pp. 983–988, Mai 2004.
- [20] F. Albert, D. Joyeux, P. Jaeglé, A. Carillona, J. P. Chauvineau, G. Jamelot, A. Klisnick, J. C. Lagron, D. Phalippou, D. Ros, S. Sebban, and P. Zeitoun, “Interferograms obtained with a x-ray laser by means of a wavefront division interferometer,” *Optics Communications*, vol. 142, pp. 184–188, October 1997.
- [21] F. Delmotte, M.-F. Ravet, F. Bridou, F. Varnière, P. Zeitoun, S. Hubert, L. Vanbostal, and G. Soullie, “X-ray-ultraviolet beam splitters for the michelson interferometer,” *Appl. Opt.*, vol. 41, no. 28, pp. 5905–5912, 2002.
- [22] J. Svatos, D. Joyeux, D. Phalippou, and F. Polack, “Soft-x-ray interferometer for measuring the refractive index of materials,” *Opt. Lett.*, vol. 18, no. 16, p. 1367, 1993.
- [23] F. Polack, D. Joyeux, J. Svatos, and D. Phalippou, “Applications of wavefront division interferometers in soft x rays,” vol. 66, pp. 2180–2183, AIP, 1995.
- [24] H. Tang, O. Guilbaud, G. Jamelot, D. Ros, A. Klisnick, D. Joyeux, D. P. M. Kado, M. Nishikino, M. Kishimoto, K. Sukegawa, M. Ishino, K. Nagashima, and H. Daido, “Diagnostics of laser-induced plasma with soft x-ray (13.9 nm) bi-mirror interference microscopy,” *Applied Physics B: Lasers and Optics*, vol. 78, pp. 975–977, May 2004.
- [25] D. Joyeux, F. Polack, and D. Phalippou, “An interferometric determination of the refractive part of optical constants for carbon and silver across soft x-ray absorption edges,” vol. 70, pp. 2921–2926, AIP, 1999.
- [26] J. W. M. DuMond and J. P. Youtz, “Selective x-ray diffraction from artificially stratified metal films deposited by evaporation,” *Phys. Rev.*, vol. 48, p. 703, Oct 1935.
- [27] P. Croce and B. Pardo, “Sur l'application des couches interférentielles a l'optique des rayons x et des neutrons,” *Nouvelle Revue d'Optique Appliquée*, vol. 1, no. 4, pp. 229–232, 1970.
- [28] E. Spiller, “Low-loss reflection coatings using absorbing materials,” *Applied Physics Letters*, vol. 20, no. 9, pp. 365–367, 1972.
- [29] A. Vinogradov and B. Zeldovich, “Multilayer mirrors for x-ray and far-ultraviolet radiation,” *Optics and Spectroscopy*, vol. 42, pp. 404–407, Apr. 1977.
- [30] W. H. Bragg, “The reflection of x-rays by crystals,” *Nature*, vol. 91, pp. 477–477, June 1913.
- [31] W. Friedrich, P. Knipping, and M. Laue, “Interferenzerscheinungen bei röntgenstrahlen,” *Annalen der Physik*, vol. 346, no. 10, pp. 971–988, 1913.
- [32] J. Gautier, *Etude et élaboration de revêtements multicouches pour l'optique extrême ultraviolet dans la gamme spectrale 30-50 nm*. PhD thesis, Université Paris Sud, Institut d'Optique, CNRS, 2005.
- [33] H. Kiessig, “Interferenz von röntgenstrahlen an dünnen schichten,” *Annalen der Physik*, vol. 402, no. 7, pp. 769–788, 1931.
- [34] B. Pardo, T. Megademini, and J. André, “X-uv synthetic interference mirrors : theoretical approach,” *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, vol. 23, pp. 1579–1597, 1988.
- [35] J. I. Larruquert, “Reflectance enhancement in the extreme ultraviolet and soft x rays by means of multilayers with more than two materials,” *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 19, no. 2, pp. 391–397, 2002.
- [36] H. Takenaka, H. Ito, T. Haga, and T. Kawamura, “Design and fabrication of highly heat-resistant mo/si multilayer soft x-ray mirrors with interleaved barrier layers,” *Journal of Synchrotron Radiation*, vol. 5, pp. 708–710, May 1998.
- [37] S. Bajt, J. B. Alameda, T. W. Barbee, W. M. Clift, J. A. Folta, B. Kaufmann, and E. A. Spiller, “Improved reflectance and stability of mo-si multilayers,” *Optical Engineering*, vol. 41, pp. 1797–1804, January 2002.
- [38] T. W. Barbee, “Multilayers for x-ray optics,” *Opt. Eng.*, vol. 25, 1986.

- [39] L. Nénot and P. Croce, "Caractérisation des surfaces par réflexion rasante de rayons x. application à l'étude du polissage de quelques verres silicates," *Revue Phys. Appl.*, vol. 15, pp. 761–779, Mars 1980.
- [40] J. H. Underwood, E. M. Gullikson, and K. Nguyen, "Tarnishing of mo/si multilayer x-ray mirrors," *Appl. Opt.*, vol. 32, no. 34, pp. 6985–6990, 1993.
- [41] M. Singh and J. J. M. Braat, "Design of multilayer extreme-ultraviolet mirrors for enhanced reflectivity," *Appl. Opt.*, vol. 39, no. 13, pp. 2189–2197, 2000.
- [42] S. Bajt, Z. R. Dai, E. J. Nelson, M. A. Wall, J. B. Alameda, N. Q. Nguyen, S. L. Baker, J. C. Robinson, J. S. Taylor, A. Aquila, and N. V. Edwards, "Oxidation resistance and microstructure of ruthenium-capped extreme ultraviolet lithography multilayers," *Journal of Microlithography, Microfabrication, and Microsystems*, vol. 5, no. 2, p. 023004, 2006.
- [43] S. Bajta, N. Edwardsb, and T. E. Madey, "Properties of ultrathin films appropriate for optics capping layers exposed to high energy photon irradiation," *Surface Science Reports*, vol. 63, pp. 73–99, February 2008.
- [44] D. L. Windt, "Imd - software for modeling the optical properties of multilayer films," *Computers in Physics*, vol. 12, p. 360, July/August 1998.
- [45] G. E. Moore, "Cramming more components onto integrated circuits," *Electronics*, vol. 38, p. 4, April 1965.
- [46] G. E. Moore, "Progress in digital integrated electronics," *IEDM Tech Digest, IEEE*, pp. 11–13, 1975.
- [47] M. Switkes and M. Rothschild, "Resolution enhancement of 157 nm lithography by liquid immersion," *Journal of Microlithography, Microfabrication, and Microsystems*, vol. 1, no. 3, pp. 225–228, 2002.
- [48] H.-Y. Liu, L. Karklin, Y.-T. Wang, and Y. C. Pati, "Application of alternating phase-shifting masks to 140-nm gate patterning: Ii. mask design and manufacturing tolerances," vol. 3334, pp. 2–14, SPIE, 1998.
- [49] M. Côté, P. Hurat, V. Malhotra, and M. Sanie, "Practical application of full-feature alternating phase-shifting technology for a phase-aware standard-cell design flow," *Design Automation Conference*, vol. 0, pp. 93–96, 2001.
- [50] L. W. Liebmann, "Layout impact of resolution enhancement techniques: impediment or opportunity?," in *ISPD '03: Proceedings of the 2003 international symposium on Physical design*, (New York, NY, USA), pp. 110–117, ACM, 2003.
- [51] W. Chen and H. Ahmed, "Fabrication of 5–7 nm wide etched lines in silicon using 100 keV electron-beam lithography and polymethylmethacrylate resist," *Applied Physics Letters*, vol. 62, no. 13, pp. 1499–1501, 1993.
- [52] H. Wolter, "Spiegelsysteme streifenden einfalls als abbildende optiken für röntgenstrahlen," *Annalen der Physik*, vol. 445, no. 1-2, pp. 94–114, 1952.
- [53] D. P. Stern, M. Peredo, and G. Batteur, *Les orages magnétiques*. <http://pwg.gsfc.nasa.gov/Education/Fwmagstrm.html>, 2006.
- [54] H. Schwabe, "Excerpts from solar observations during 1843," *Astronomische Nachrichten*, vol. 20, p. 495, 1843.
- [55] J. Luterbacher, R. Rickli, E. Xoplaki, C. Tinguely, C. Beck, C. Pfister, and H. Wanner, "The late maunder minimum (1675–1715) – a key period for studying decadal scale climatic change in Europe," *Climatic Change*, vol. 49, pp. 441–462, June 2001.
- [56] E. W. Maunder, "Greenwich, royal observatory, the "great" magnetic storms, 1875 to 1903, and their association with sun-spots," *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, Vol. 64, p.205, vol. 64, p. 205, 1904.
- [57] E. W. Maunder, "The solar origin of terrestrial magnetic disturbances," *Astrophysical Journal*, vol. 21, pp. 101–115, 1905.
- [58] E. W. Maunder, "The sun and sun-spots, 1820-1920," *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, vol. 82, pp. 534–543, 1922.
- [59] N. F. Ness and J. M. Wilcox, "Solar origin of the interplanetary magnetic field," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 13, pp. 461–464, Oct 1964.

- [60] C. Sonett, D. Colburn, L. Davis, E. Smith, and P. Coleman, "Evidence for a collision-free magnetohydrodynamic shock in interplanetary space," *Phys. Rev. Letter*, vol. 13, August 1965.
- [61] J. M. Wilcox, "The interplanetary magnetic field. solar origin and terrestrial effects," *Space Science Reviews*, vol. 8, no. 2, pp. 258–328, 1968.
- [62] R. A. Kopp and G. W. Pneuman, "Magnetic reconnection in the corona and the loop prominence phenomenon," *Solar Physics*, vol. 50, pp. 85–98, September 1976.
- [63] J. Phillips, S. Bame, W. Feldman, J. Gosling, C. Hammond, D. McComas, B. Goldstein, M. Neugebauer, E. Scime, and S. Suess, "Ulysses solar wind plasma observations at high southerly latitudes," *Science*, vol. 268, no. 5213, pp. 1030–1033, 1995.
- [64] J. A. Vorpahl, E. G. Gibson, P. B. Landecker, D. L. McKenzie, and J. H. Underwood, "Observations of the structure and evolution of solar flares with a soft x-ray telescope," *Solar Physics*, vol. 45, pp. 199–216, November 1975.
- [65] W. R. Crockett, N. P. Patterson, J. D. Purcell, R. J. Schumacher, and R. Tousey, "Nrl-atm extreme ultraviolet solar image tv monitor flown on skylab," *Appl. Opt.*, vol. 16, no. 4, pp. 893–897, 1977.
- [66] J. H. Underwood, M. E. Bruner, B. M. Haisch, W. A. Brown, and L. W. Acton, "X-ray photographs of a solar active region with a multilayer telescope at normal incidence," *Science*, vol. 238 no. 4823, pp. 61–64, October 1987.
- [67] A. B. C. Walker, J. F. Lindblom, R. H. O'Neal, R. B. Hoover, and T. W. Barbee, "Astronomical observations with normal incidence multilayer optics: recent results and future prospects," *Physica Scripta*, vol. 41, no. 6, pp. 1053–1062, 1990.
- [68] D. B. Gore, J. B. Hadaway, R. B. Hoover, A. B. C. Walker, and C. C. Kankelborg, "Optical focusing and alignment of the multi-spectral solar telescope array ii payload," *X-Ray and Extreme Ultraviolet Optics*, vol. 2515, pp. 532–543, 1995.
- [69] L. Golub and M. Herant, "Analysis of the 23 june 1988 flare using nixt multilayer x-ray images," in *Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) Conference Series* (R. Hoover, ed.), vol. 1160 of *Presented at the Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) Conference*, pp. 629–635, 1989.
- [70] L. Golub, "A normal incidence x-ray telescope (nixt) sounding rocket payload," tech. rep., Smithsonian Astrophysical Observatory Report, 1989.
- [71] A. B. C. Walker, R. B. Hoover, J. Troy W. Barbee, J. F. Lindblom, R. H. O'Neal, and M. J. Allen, "Multi-spectral solar telescope array," *Optical Engineering*, vol. 29, no. 6, pp. 581–591, 1990.
- [72] R. B. Hoover, P. C. Baker, J. B. Hadaway, R. B. Johnson, C. Peterson, D. R. Gabardi, A. B. C. W. II, J. F. Lindblom, C. E. DeForest, and R. H. O'Neal, "Performance of the multi-spectral solar telescope array iii: optical characteristics of the ritchey-chretien and cassegrain telescopes," vol. 1343, pp. 189–202, SPIE, 1991.
- [73] Y. Ogawara, T. Takano, T. Kato, T. Kosugi, S. Tsuneta, T. Watanabe, I. Kondo, and Y. Uchida, "The solar-a mission: An overview," *Solar Physics*, vol. 136, pp. 1–16, November 1991.
- [74] S. Tsuneta, L. Acton, M. Bruner, J. Lemen, W. Brown, R. Carvalho, R. Catura, S. Freeland, B. Jurcevich, M. Morrison, Y. Ogawara, T. Hirayama, and J. Owens, "The soft x-ray telescope for the solar-a mission," *Solar Physics*, vol. 136, pp. 37–67, November 1991.
- [75] L. Acton, M. Bruner, J. Lemen, S. Tsuneta, Y. Ogawara, J. Nishimura, R. Bentley, L. Culhane, R. Canfield, H. Hudson, G. Doschek, E. Hiei, T. Hirayama, T. Kosugi, T. Watanabe, J. Lang, K. Makishima, and Y. Uchida, "The yohkoh mission for high-energy solar physics," *Science*, vol. 258, no. 5082, pp. 618–625, 1992.
- [76] J.-P. Chauvineau, J.-Y. Clotaire, G. Colas, O. Lam, J.-C. Manneville, J.-P. Marioge, M. Mullot, A. Raynal, G. Tissot, L. Valiergue, and J.-P. Delaboudiniere, "Description and performance of mirrors and multilayers for the extreme ultraviolet imaging telescope of the soho mission," vol. 1546, pp. 576–586, SPIE, 1992.
- [77] V. A. Slemzin, S. V. Kuzin, I. A. Zhitnik, J.-P. Delaboudiniere, F. Auchere, A. N. Zhukov, R. V. der Linden, O. I. Bugaenko, A. P. Ignat'ev, A. V. Mitrofanov, A. A. Pertsov, S. N. Oparin, A. I. Stepanov, and A. N. Afanas'ev, "Observations of solar euv radiation with the coronas-f/spirit and soho/eit instruments," *Solar System Research*, vol. 39, no. 6, pp. 489–500, 2005.

- [78] I. A. Zhithik, S. V. Kuzin, I. I. Sobel'man, O. I. Bugaenko, A. P. Ignat'ev, A. V. Mitrofanov, S. N. Oparin, A. A. Pertsov, V. A. Slemzin, N. K. Sukhodrev, and A. M. Urnov, "Main results of the spirit experiment onboard the coronas-f satellite," *Solar System Research*, vol. 39, pp. 442–452, November 2005.
- [79] J.-P. Wuelser, J. R. Lemen, T. D. Tarbell, C. J. Wolfson, J. C. Cannon, B. A. Carpenter, D. W. Duncan, G. S. Gradwohl, S. B. Meyer, A. S. Moore, R. L. Navarro, J. D. Pearson, G. R. Rossi, L. A. Springer, R. A. Howard, J. D. Moses, J. S. Newmark, J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, F. Auchere, M. Bougnet, P. Bouyries, F. Bridou, J.-Y. Clotaire, G. Colas, F. Delmotte, A. Jerome, M. Lamare, R. Mercier, M. Mullot, M.-F. Ravet, X. Song, V. Bothmer, and W. Deutsch, "Euvi: the stereo-secchi extreme ultraviolet imager," vol. 5171, pp. 111–122, SPIE, 2004.
- [80] M.-F. Ravet, F. Bridou, X. Zhang-Song, A. Jerome, F. Delmotte, R. Mercier, M. Bougnet, P. Bouyries, and J.-P. Delaboudiniere, "Ion beam deposited mo/si multilayers for euv imaging applications in astrophysics," vol. 5250, pp. 99–108, SPIE, 2004.
- [81] C. C. Kankelborg and R. J. Thomas, "Simultaneous imaging and spectroscopy of the solar atmosphere: advantages and challenges of a 3-order slitless spectrograph," vol. 4498, pp. 16–26, SPIE, 2001.
- [82] S. M. Owens, J. S. Gum, C. Tarrio, S. Grantham, J. Dvorak, B. Kjornrattanawanich, R. Keski-Kuha, R. J. Thomas, and C. C. Kankelborg, "Narrow-band euv multilayer coating for the mooses sounding rocket," vol. 5900, p. 590003, SPIE, 2005.
- [83] R. Soufli, D. L. Windt, J. C. Robinson, S. L. Baker, E. Spiller, F. J. Dollar, A. L. Aquila, E. M. Gullikson, B. Kjornrattanawanich, J. F. Seely, and L. Golub, "Development and testing of euv multilayer coatings for the atmospheric imaging assembly instrument aboard the solar dynamics observatory," vol. 5901, p. 59010M, SPIE, 2005.
- [84] A. D. Rousseau, D. L. Windt, B. Winter, L. Harra, H. Lamoureux, and F. Eriksson, "Stability of euv multilayers to long-term heating, and to energetic protons and neutrons, for extreme solar missions," vol. 5900, p. 590004, SPIE, 2005.
- [85] J. M. Defise, J. P. Halain, D. Berghmans, F. Denis, E. Mazy, T. Thibert, J. H. Lecat, P. Rochus, B. Nicula, A. D. Groof, J. F. Hochedez, U. Schühle, M. F. Ravet, and F. Delmotte, "Swap: a novel euv telescope for space weather," vol. 6689, p. 66890S, SPIE, 2007.
- [86] F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, J.-C. Leclec'h, F. Delmotte, and J. S. Newmark, "Hecor: a helium coronagraphy aboard the herschel sounding rocket," vol. 6689, p. 66890A, SPIE, 2007.
- [87] K. Dere, E. Landi, H. Mason, B. M. Fossi, and P. Young, "Chianti - an atomic database for emission lines i. wavelengths greater than 50 Å," *A&A Supplement Series*, vol. 125, pp. 149–173, October 1997.
- [88] F. Bridou, M. Cuniot-Ponsard, and J.-M. Desvignes, "Experimental determination of optical constants in the vacuum ultra violet wavelength region between 80 and 140 nm: A reflectance versus thickness method and its application to zns," *Optics Communications*, vol. 271, pp. 353–360, March 2007.
- [89] A. Gottwald, F. Bridou, M. Cuniot-Ponsard, J.-M. Desvignes, S. Kroth, U. Kroth, W. Paustian, M. Richter, H. Schöppe, and R. Thornagel, "Polarization-dependent vacuum-ultraviolet reflectometry using elliptically polarized synchrotron radiation," *Appl. Opt.*, vol. 46, no. 32, pp. 7797–7804, 2007.



## 2 Moyens expérimentaux et méthodes

---

Les moyens d'études et les principaux procédés des travaux menés sont présentés dans cette partie. Dans un premier temps, nous présenterons les moyens de caractérisation utilisés qui sont nécessaires à l'étude des propriétés physique et optique des couches minces. Puis nous décrirons les moyens de dépôt utilisés et les méthodes de calibration. Enfin, nous détaillerons les principaux moyens de test à l'environnement.

<b>2</b>	<b><i>Moyens expérimentaux et méthodes</i></b>	<b>53</b>
<b>2.1</b>	<b>Moyens de caractérisation</b>	<b>55</b>
2.1.1	Réflectométrie EUV avec CEMOX	56
	Description du réflectomètre	56
	Méthode de calibration de la longueur d'onde	60
	Méthode de mesure de la réflectivité	62
2.1.2	Goniomètre pour la Réflectométrie en X-rasant (GRX)	65
	Description et caractéristiques de l'instrument	65
	Influence de l'homogénéité de l'échantillon	67
2.1.3	Réflectométrie EUV et spectrométrie de photoémission X sur BEAR	68
	Description de la ligne BEAR	69
	Méthode de caractérisation et de calibration	72
	Méthode de mesure de réflectivité	73
	Méthode de mesure de spectrométrie de photoémission X	74
<b>2.2</b>	<b>Moyens de dépôt</b>	<b>76</b>
2.2.1	Pulvérisation par faisceau d'ions (IBS)	76
	Description du bâti de dépôt IBS	77
	Méthode de calibration de la vitesse de dépôt	78
2.2.2	Pulvérisation cathodique magnétron (MP800)	79
	Description du bâti de dépôt MP800	80
	Méthode de calibration de la vitesse de dépôt	84
	Méthode de réalisation de lots d'échantillons homogènes	90
<b>2.3</b>	<b>Moyens de test à l'environnement</b>	<b>93</b>
2.3.1	Tenue à la température	94
	Description et caractéristique du four	94
	Préparation du four	96
	Procédé de recuit sous balayage d'Ar (recuit 1h)	96
	Procédé de recuit sous atmosphère d'Ar (recuit 1h et plus)	97
2.3.2	Tenue à l'environnement climatique	98
	Définition du test d'évaluation	99
	Description des enceintes thermique et climatique	100
	Procédé d'évaluation à l'environnement climatique.	102
2.3.3	Tenue à l'érosion ionique	105
	Principe du bâti d'usinage ionique	106
	Procédé d'érosion ionique d'une profondeur homogène	108
	Procédé d'érosion ionique d'une profondeur en biseau	109
<b>2.4</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>110</b>

## **2.1 Moyens de caractérisation**

Une bonne connaissance des revêtements est primordiale pour leur réalisation. Nous utilisons différentes méthodes afin de caractériser puis de modéliser au mieux les structures réalisées :

- La réflectométrie EUV qui donne accès aux performances d'utilisation ;
- La réflectométrie en X-rasants qui procure des informations sur l'ensemble de la structure ;
- La spectrométrie de photoémission X (X-ray Photoélectrons Spectroscopy) qui permet l'analyse physico-chimique de surface des composés. ;

La réflectométrie EUV est la méthode de caractérisation indispensable pour évaluer les performances des miroirs multicouches. Elle permet de déterminer les propriétés des multicouches à la longueur d'onde (ou à l'énergie) d'utilisation et sous des angles d'incidence proches des angles sous lesquels seront utilisés les miroirs dans les différentes applications. En effet, les performances d'un miroir multicouche sont liées aux épaisseurs des différentes couches, à la qualité des interfaces mais surtout aux indices des matériaux à l'énergie d'utilisation.

Plusieurs sources EUV peuvent être employées pour effectuer ces mesures. Dans cette thèse toutes les mesures de réflectivité ont été réalisées avec :

- Une source d'émission d'un plasma créé par une impulsion laser sur le réflectomètre EUV de CEMOX (la Centrale d'Elaboration et de Métrologie des Optiques X) [1].
- Une source de rayonnement synchrotron sur la ligne BEAR (Bending magnet for Emission, Absorption and Reflectivity) d'ELETTRA (Trieste, Italie) [2]

La réflectométrie en X-rasants est réalisée au laboratoire sur le goniomètre « historique » de notre laboratoire [3, 4], qui est maintenant automatisé.

Les mesures de spectrométrie de photoémission présentées ont été réalisées sur la ligne BEAR et couplées à une mesure de réflectométrie EUV.

### **2.1.1 Réflectométrie EUV avec CEMOX**

Le rayonnement des sources plasmas générés par impulsion laser est obtenu par excitation du matériau constituant une cible solide ou d'un gaz dans un état d'ionisation élevé. Lorsque les électrons reviennent dans l'état fondamental, ils émettent un spectre discret dans l'EUV, le visible et l'infrarouge en fonction de l'énergie du laser incidente et de la durée de son impulsion.

Nous présentons les caractéristiques et les performances de ce réflectomètre à large spectre fonctionnant dans le domaine EUV que nous avons utilisé. Celui-ci a été développé dans le cadre de la centrale CEMOX, initiée par le pôle PRaXO. Il est implanté dans les locaux du Laboratoire d'Interaction des rayons X avec la Matière (Orsay). Il s'agit d'un modèle amélioré s'inspirant de celui conçu au CXRO [5, 6] utilisant un ruban de cuivre comme cible. L'enceinte expérimentale offre la possibilité d'effectuer les mesures avec le goniomètre automatisé en mode de balayage en longueur d'onde et/ou en  $\theta$ - $2\theta$  sur un large spectre d'analyse et dans un environnement propre. Il constitue un moyen de métrologie de proximité essentiel à la réalisation d'optiques EUV.

### **Description du réflectomètre**

La source plasma émet un large spectre dans la gamme de longueur d'onde comprise entre 8 nm et plus de 40 nm. Le rayonnement émis est ensuite mis en forme spatialement et spectralement pour obtenir un faisceau focalisé sur une zone de 1 mm x 10 mm au centre de l'enceinte expérimentale. L'échantillon est monté sur un goniomètre motorisé. Le système est représenté sur la Figure 2.1. Il est maintenu sous vide par deux groupes de pompage composés d'une pompe primaire et d'une pompe turbo moléculaire. Le vide résiduel de travail est de  $10^{-3}$  Pa.

**Tableau 2.1 : Caractéristique de la source laser**

<b>Paramètre</b>	<b>Valeur</b>
Laser	Nd:YAG doublé
$\lambda_{\text{excitation}}$	532 nm ( $T_{\text{ON}} = 8$ ns)
$F_{\text{impulsion}}$	1 Hz (ou 10 Hz)
$E_{\text{Max}}$	400 mJ
Cible	Cuivre
Durée de l'impulsion EUV (après électronique de détection)	30 $\mu$ s

La source plasma EUV est générée à partir d'une cible métallique en cuivre (Cu) sur laquelle est focalisée une impulsion laser de forte énergie, typiquement 400 mJ. La source laser impulsionnelle utilisée est un laser Nd:YAG doublé en longueur d'onde ( $\lambda = 532$  nm) fourni par Quantel. Elle est utilisée à une fréquence de répétition de 1 Hz. L'énergie crête maximum pour chaque impulsion est de 400 mJ pour une largeur d'impulsion de 8 ns.

La localisation et la dimension de la source d'émission doivent être constantes pour le montage du monochromateur utilisé. La cible est donc régénérée en continu : il s'agit d'un ruban dont la tension et la vitesse de défilement sont asservies afin que la cible soit régénérée et reproductible entre deux impulsions. En pratique, chaque impulsion laser interagit avec une partie vierge du ruban et génère une émission EUV dans  $2\pi$  stéradians, non polarisée. Les débris du matériau sont expulsés principalement derrière le ruban, limitant ainsi la pollution du premier miroir de collection.

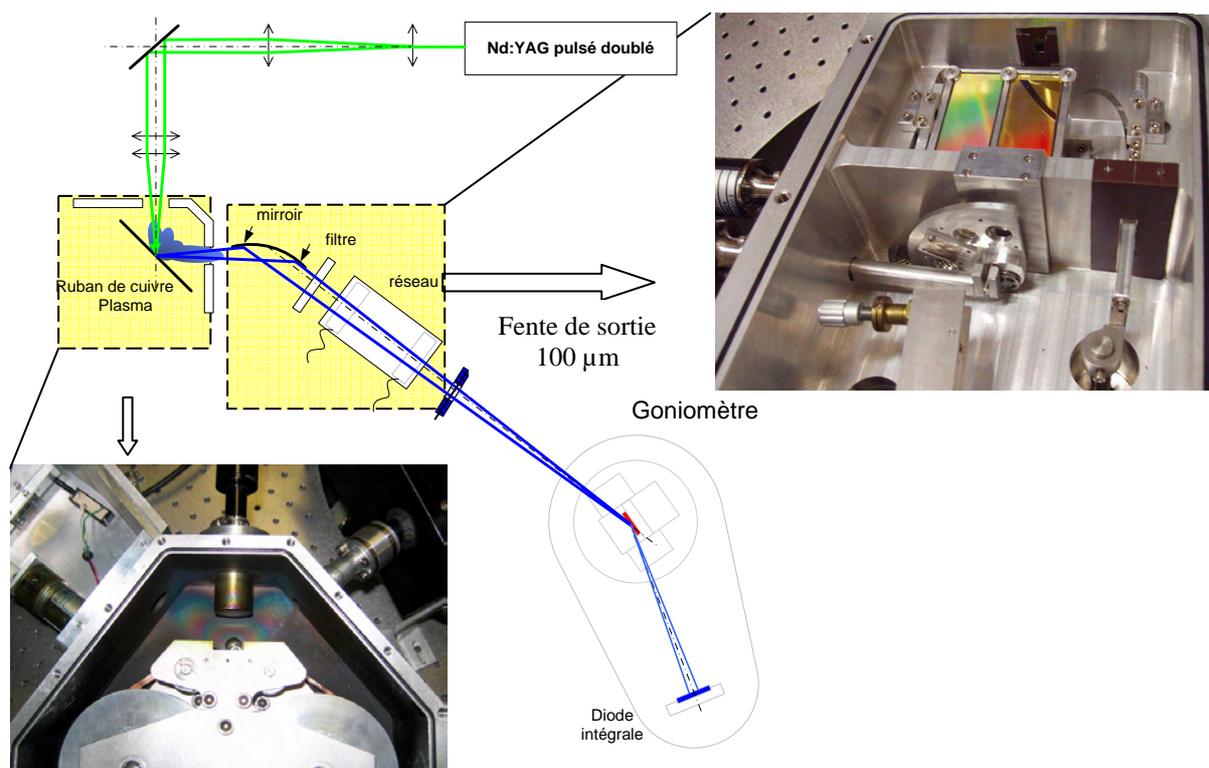
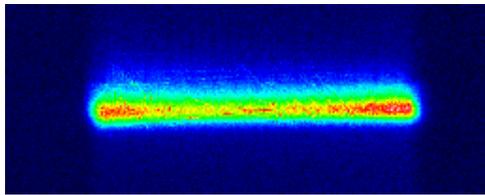


Figure 2.1 : Schéma général du réflectomètre vu du dessus

La focalisation du faisceau sur l'échantillon est réalisée dans le plan horizontal par le premier miroir d'entrée à courbure sphérique revêtu d'une couche de chrome et dans le plan vertical par le réseau sphérique qui focalise sur la fente de sortie et monochromatise. Une

image du profil spatial du faisceau, Figure 2.2, a été réalisée à l'aide d'une caméra CCD amincie face arrière placée au centre du goniomètre, perpendiculairement au faisceau.



Dimension (HxV) = 1 x 10 mm<sup>2</sup>  
Caméra PI-MTE 2048B en acquisition 4x4 pixels

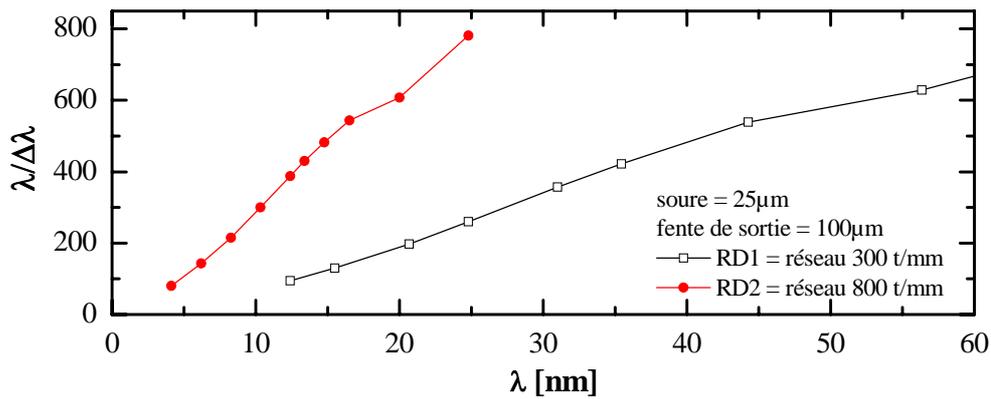
**Figure 2.2 : Image du profil du faisceau au centre du goniomètre à  $\lambda \sim 18,5$  nm**

Le monochromateur est constitué d'un réseau sphérique blazé à l'ordre -1 qui fournit une image de la source plasma sur la fente de sortie. La résolution du monochromateur est donc dépendante de dimension verticale de la source et de la fente de sortie. On dispose de deux réseaux différents : le premier réseau, de 800 traits/mm, est utilisé pour balayer les longueurs d'onde de 8 nm à 22 nm ; le second réseau, de 300 traits/mm pour les balayages allant, de 20 nm à 60 nm.

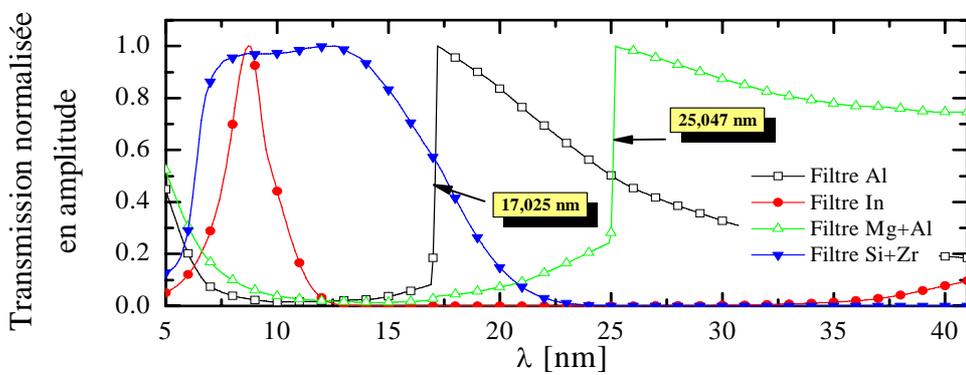
Le pouvoir de résolution du monochromateur en fonction de la longueur d'onde pour chaque réseau est représenté sur la Figure 2.3.

Le système, source – monochromateur – diode, permet de détecter des photons au-dessus de  $\lambda=8$  nm. Malgré le réseau blazé, pour les longueurs d'onde des ordres supérieurs de diffraction sont superposés. Par exemple, pour le réseau de 800 traits/mm l'ordre -1 à  $\lambda = 16$  nm est combiné à la diffraction à l'ordre -2 à  $\lambda = 8$  nm. Afin de supprimer les ordres supérieurs du réseau et la composante visible du spectre, le réseau est précédé d'un filtre métallique ou d'une combinaison : Al, Mg, In ou Zr, selon les domaines de longueur d'onde (cf. Figure 2.3). Les combinaisons réseau et filtre utilisés sont reportés dans le Tableau 2.2.

La pureté spectrale atteinte est la principale cause d'erreur.



a)



b)

Figure 2.3 : Pouvoir de résolution calculé a) du monochromateur du réflectomètre et a) des spectres de transmission normalisés en amplitude calculés à l'aide du logiciel IMD [7] pour les différents filtres utilisés.

Tableau 2.2 : Définition des domaines de longueur d'onde en fonction du réseau et du filtre utilisé

Réseau	Filtre	Domaine de longueur d'onde
800 traits/mm	In	8 nm à 10 nm
	Zr+Si	8 nm à 17 nm
	Al (seuil de référence)	17 nm à 22 nm
300 traits/mm	Al	22 nm à 25 nm
	Mg +Al (seuil de référence)	25 nm à >40 nm

L'enceinte expérimentale est équipée d'un goniomètre motorisé. Elle peut être isolée de celle du monochromateur lors des remises à l'air pour la mise en place d'un nouvel échantillon. Le goniomètre  $\theta$ - $2\theta$  permet de positionner l'échantillon avec un angle de rasance  $\theta$  et le détecteur à  $2\theta$ . Ceci permet d'effectuer un balayage en  $\theta$ - $2\theta$  dans la gamme comprise entre  $0^\circ$  et  $82^\circ$ . Les mouvements disponibles sont représentés sur la Figure 2.4

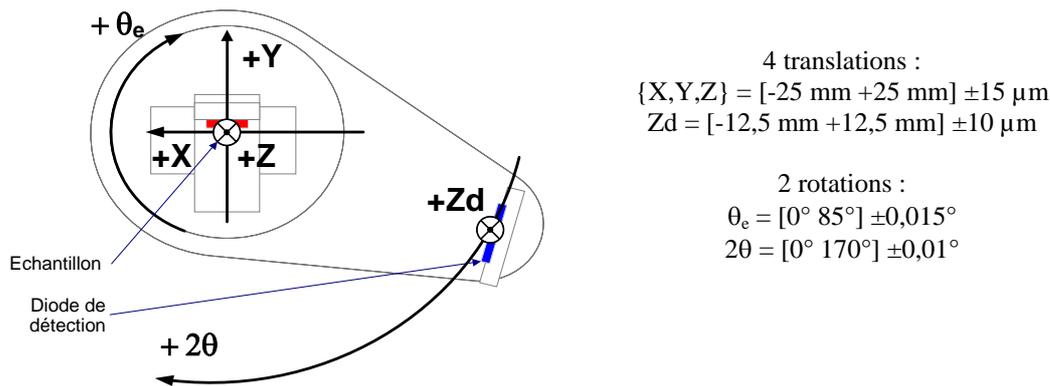


Figure 2.4 : Schéma cinématique du goniomètre du réflectomètre CEMOX

### Méthode de calibration de la longueur d'onde

La répétabilité sur le positionnement en longueur d'onde du monochromateur à l'ordre 0 de  $\pm 0,5 \text{ nm}$  sur une semaine ou lors du changement de réseau. Cette grandeur est donc insuffisante. Nous avons donc mis au point une procédure de mesure permettant d'améliorer le calage en longueur d'onde.

Les références spectrales disponibles lors de la mesure sont d'une part l'ordre 0 du réseau de diffraction, et d'autre part les seuils d'absorption des filtres Al et Mg (cf. Figure 2.3). Donc pour chaque balayage en longueur d'onde sur un réseau, nous mesurons l'ordre zéro puis la zone d'intérêt avec le seuil d'absorption de référence. Dans le cas où le filtre n'est pas utilisé pour la mesure du domaine d'intérêt, on ajoute un balayage avec le filtre dont le seuil est le plus proche.

Le réseau de 800 traits/mm (R1) est calibré en fonction du seuil d'absorption de l'aluminium à 17,025 nm. La résolution calculée du réseau est de 0,03 nm, ce qui n'influe pas sur la position du point d'inflexion du seuil d'absorption. La répétabilité détermine la précision de calage en  $\lambda$  autour  $\pm 0,10 \text{ nm}$ .

De même pour le réseau de 300 traits/mm (R2), il est calibré en fonction du seuil d'absorption de l'aluminium à 17,025 nm ainsi que de celui du magnésium à 25,047 nm. La résolution calculée du réseau pour l'Al à la valeur du seuil est de 0,11 nm et respectivement de 0,096 nm pour le Mg.

Lors de l'exploitation des mesures, on différencie le balayage du faisceau direct de celui du faisceau réfléchi par l'échantillon. Pour le faisceau direct, on soustrait la valeur de la

longueur d'onde correspondant à la position de l'ordre 0 de la longueur d'onde de la mesure puis l'on multiplie par le rapport entre la longueur d'onde correspondant à la position de référence du seuil d'absorption et celle de sa position mesurée. Ceci détermine la longueur d'onde corrigée du faisceau réfléchi comme indiqué dans l'équation (2.1).

$$\lambda_{Direct\_Corrigé} = (\lambda_{Direct\_Mesuré} - \lambda_{Direct\_Ordre0}) \times \frac{\lambda_{Seuil\ Référence}}{(\lambda_{Direct\_Seuil\ Mesuré} - \lambda_{Direct\_Ordre0})} \quad (2.1)$$

Pour le faisceau réfléchi par l'échantillon, on soustrait la valeur de la longueur d'onde correspondant à la position de l'ordre 0 de la longueur d'onde de la mesure puis l'on multiplie par le rapport obtenu précédemment entre la longueur d'onde correspondant à la position de référence du seuil d'absorption et celle de sa position mesurée. Ceci détermine la longueur d'onde corrigée du faisceau réfléchi comme indiqué dans l'équation (2.2).

$$\lambda_{Réfléchi\_Corrigé} = (\lambda_{Réfléchi\_Mesuré} - \lambda_{Réfléchi\_Ordre0}) \times \frac{\lambda_{Seuil\ Référence}}{(\lambda_{Direct\_Seuil\ Mesuré} - \lambda_{Direct\_Ordre0})} \quad (2.2)$$

Les valeurs typiques des décalages en  $\lambda$  sont pour l'ordre zéro de quelques 0,1 nm, et le facteur multiplicatif est de 0,95 à  $\pm 0,002$ .

Nous avons développé un logiciel permettant d'automatiser la recherche des paramètres de correction à partir des fichiers de mesure. L'interface est représentée sur la Figure 2.5.

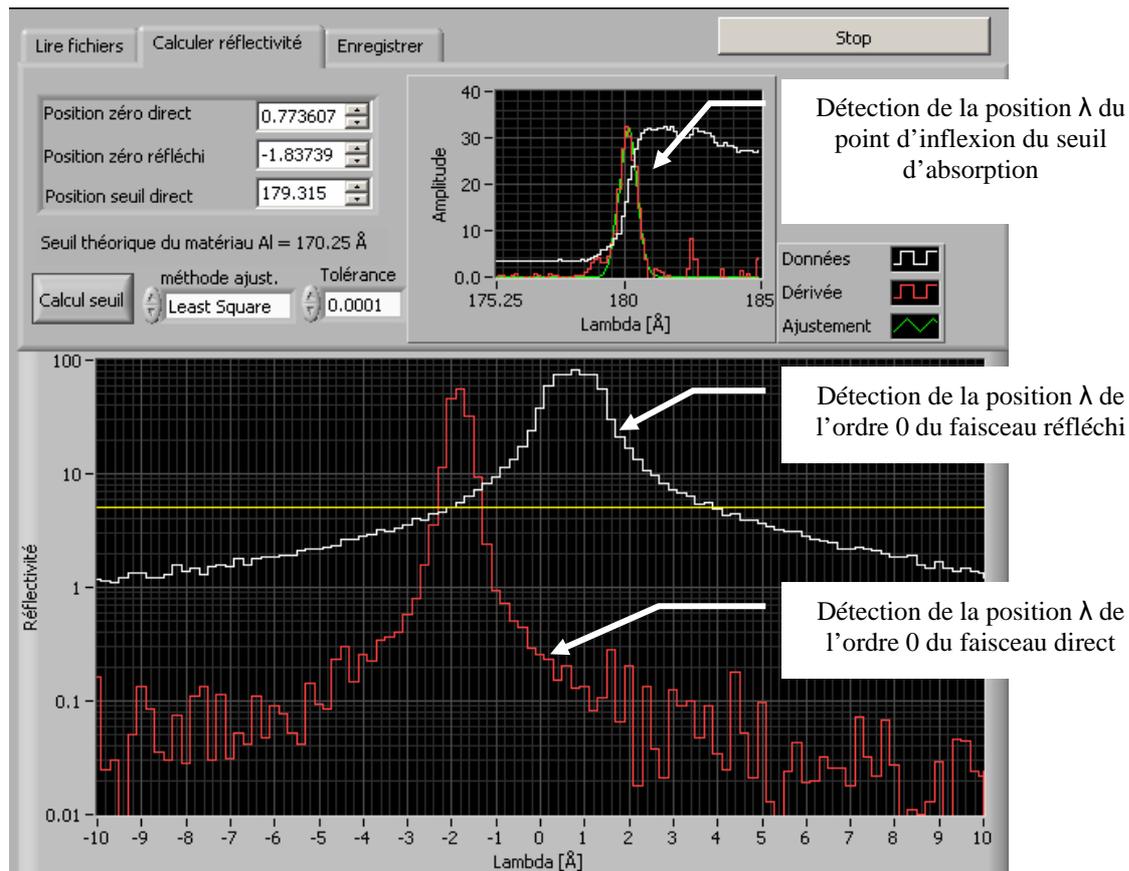


Figure 2.5 : Interface du logiciel de correction des mesures du réflectomètre CEMOX

## Méthode de mesure de la réflectivité

La mesure de réflectivité s'effectue en deux temps.

D'abord, on mesure l'intensité du faisceau direct incident sur la photodiode ( $I_d$ ) sans l'échantillon.

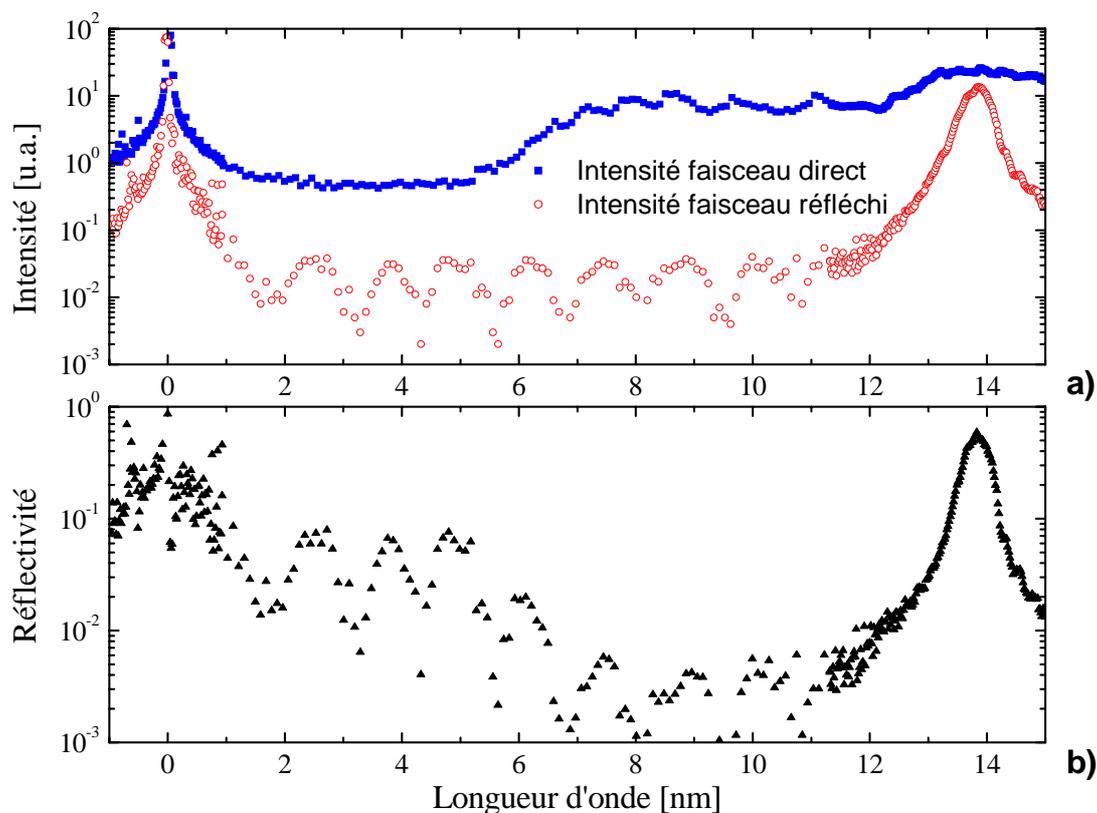
Puis l'échantillon est placé dans le faisceau et aligné de façon à réfléchir avec un angle de rasance de  $80^\circ$ . On mesure le courant correspondant au faisceau réfléchi incident sur la photodiode ( $I_r$ ).

La réflectivité absolue est calculée par le rapport des deux courants du faisceau direct et réfléchi.

$$R(\lambda) = \frac{I_r(\lambda)}{I_d(\lambda)} \quad (2.3)$$

où  $I_r(\lambda)$  est le courant sur la photodiode de mesure correspondant au faisceau réfléchi ;

$I_d(\lambda)$  est le courant sur la photodiode de mesure correspondant au faisceau direct ;



**Figure 2.6 : Mesures brutes a) du faisceau direct et du faisceau réfléchi puis réflectivité calculée a) sur le réflectomètre CEMOX**

La principale source d'erreur dans la mesure de la réflectivité, réside dans la contribution des ordres supérieurs de diffraction du réseau non filtrés par le filtre métallique. Ils sont mesurés par le détecteur dans le faisceau transmis directement mais ne sont pas (ou peu) réfléchis par la multicouche. Ceci a pour effet de diminuer la réflectivité obtenue expérimentalement à une longueur d'onde donnée.

Les filtres utilisés peuvent être considérés comme des filtres passe-bandes en longueur d'onde et peuvent donc limiter la contribution des ordres supérieurs en les filtrant. Leur pouvoir filtrant est limité par la qualité et le vieillissement du filtre qui peut être troué et donc laisser passer une partie des ordres supérieurs par des micro-trous.

La réflectivité des multicouches dépend de l'angle d'incidence et de la polarisation. En polarisation S (perpendiculaire au plan d'incidence), la variation de la réflectivité est peu sensible à l'angle d'incidence alors qu'en polarisation p, la réflectivité diminue rapidement en

fonction de l'angle. La réflectivité en polarisation P est quasi-nulle à l'angle de Brewster. Dans la comparaison des résultats avec les mesures effectuées avec le rayonnement synchrotron, il est nécessaire de prendre en compte la polarisation du faisceau synchrotron (majoritairement S) alors que la source du réflectomètre est non polarisée. L'effet de polarisation constitue un second paramètre de diminution de la valeur de réflectivité mesurée sur le réflectomètre, en particulier pour des angles d'incidence éloignés de la normale ou de la rasance. Dès  $\theta = 85^\circ$ , par rapport au plan de l'échantillon, la simulation montre une diminution de 0,3% (en relatif) de la réflectivité par rapport à la polarisation S pour une structure Mo/Si optimisée à 13,5 nm. Pour le même angle,  $\theta = 85^\circ$ , la réflectivité diminue de 1,9% (en relatif) pour une structure B<sub>4</sub>C/Mo/Si optimisée à 30,4 nm.

Pour assurer une mesure précise, il est nécessaire d'avoir une source stable. Il est préférable de mesurer simultanément la fluence incidente sur l'échantillon et celle réfléchie au même temps. Cependant, il n'existe pas de lame séparatrice large bande pour les EUV et le vignettage partiel du faisceau (par exemple avec l'utilisation d'une diode trouée) est délicat à mettre en œuvre. Actuellement, les mesures du faisceau réfléchi et du faisceau transmis sont faites à la suite l'un de l'autre. La stabilité de la source est calculée par l'écart type de plusieurs mesures d'intensité. Le résultat est une répétabilité de 1,5% rms sur l'intensité mesurée.

Au final, l'erreur sur le calcul de la réflectivité est estimée à  $\pm 0,05$ .

### **2.1.2 Goniomètre pour la Réflectométrie en X-rasant (GRX)**

La réflectométrie des rayons X en incidence rasante permet de caractériser les couches minces ainsi que les miroirs multicouches. La période de l'empilement peut être calculée facilement à partir des courbes de réflectivité expérimentales mais des informations plus complètes sur les paramètres structuraux de la multicouche peuvent également être obtenues, à l'aide de la simulation et de l'ajustement des courbes.

Nous décrirons les caractéristiques de l'instrument puis la méthode d'alignement. La méthode de calcul des épaisseurs des couches simples et des multicouches est décrite dans la thèse de J. Gautier [8] et la méthode d'ajustement des courbes dans la thèse d'A. Hardouin [9].

#### **Description et caractéristiques de l'instrument**

Le schéma de principe du réflectomètre en incidence rasante GRX1 du LCFIO [10] est représenté sur la Figure 2.7.

Il est composé d'une source (tube à rayons X), d'un générateur, d'un goniomètre  $\theta/2\theta$ , d'un détecteur, d'un système de fentes et d'un porte échantillon. Pendant la mesure, la source est fixe et l'échantillon et le détecteur sont mobiles. Les axes de rotation de l'échantillon et du détecteur sont confondus. Le mouvement de l'échantillon et du détecteur sont couplés en  $\theta/2\theta$ .

La source est une anticathode de cuivre\* (de foyer linéaire  $0,04 \times 8 \text{ mm}^2$ ) alimentée par un générateur haute-tension délivrant une tension de 40 kV et une intensité de 25 mA. Le détecteur est un compteur proportionnel à gaz (Argon/Méthane). Afin de travailler toujours dans la zone de détection linéaire du détecteur, il est précédé d'un filtre absorbeurs positionnés sur une roue. On obtient ainsi une dynamique de comptage sur 6 ordres de grandeur.

La source a une émission sous forme d'un spectre de raies discrètes. Afin d'obtenir une bonne résolution, on sélectionne la raie d'émission Cu  $K_\alpha$  ( $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ ,  $E = 8050,6 \text{ eV}$ ) à l'aide d'un monochromateur en carbone graphite, placé après l'échantillon juste devant le détecteur.

L'échantillon est maintenu par aspiration sur le porte-échantillon. L'alignement de la surface de l'échantillon avec le faisceau et le centre du goniomètre est réalisé à l'aide une lunette

---

\* PANalytical 9430 022 13201 (PW2213/20), 1500 W, Fine Focus

auto-collimatrice préréglée lors de l'alignement du système. La précision du réglage est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . La largeur des fentes d'entrée et de sortie est de l'ordre de 40  $\mu\text{m}$ .

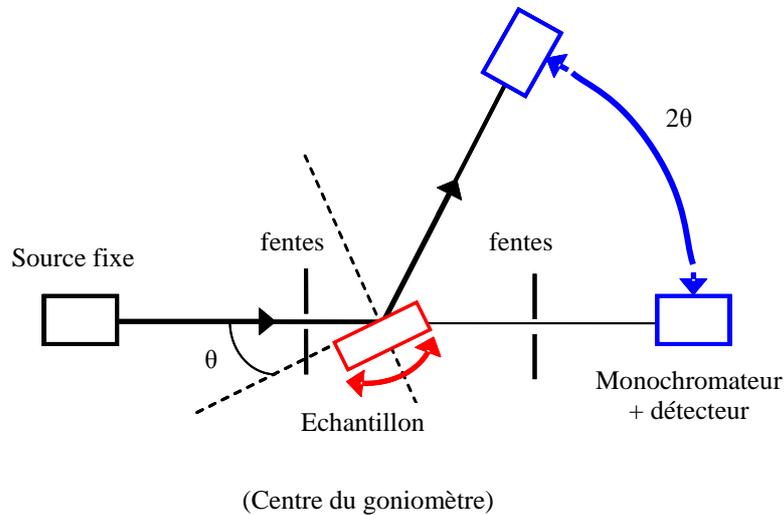


Figure 2.7 : Schéma de principe du réflectomètre X en incidence rasante du LCFIO (GRX1) et photo du système.

Pendant l'analyse, la surface de l'échantillon éclairée varie comme  $1/\sin(\theta)$ . Autour de l'angle critique, la surface éclairée est de l'ordre de  $1 \text{ cm}^2$ . L'exploration angulaire est comprise entre 0 et 25000 secondes d'arc ( $5,5^\circ$ ). Le pas minimum est de 4 secondes d'arc ( $0,0011^\circ$ ), et la résolution angulaire expérimentale est meilleure que 15 secondes d'arc ( $0,0042^\circ$ ).

L'instrument est contrôlé par un ordinateur. Le programme de pilotage est en langage Labview. Le programme principal automatise les phases d'alignement, de mesure auto-

sauvegardée et de diagnostic/alignement. Un second programme permet le calcul des épaisseurs.

**Tableau 2.3 : Principaux paramètres du réflectomètre en X-rosant (GRX1)**

Paramètre	Valeur
Longueur d'onde $K\alpha_{Cu}$	0,15407 nm
Plage angulaire de $\theta$ en mode $\theta/2\theta$	0 à 25000 " (0 à 6,91°)
Pas angulaire	4 " ( $1,1 \times 10^{-3}^\circ$ )
Résolution angulaire expérimentale	15 " ( $4,2 \times 10^{-3}^\circ$ )
Dimension de la zone d'analyse sur l'échantillon	V ~ 10 mm x H ~ $1/\sin(\theta)$

### **Influence de l'homogénéité de l'échantillon**

La dimension verticale du faisceau induit une mesure intégrée de la structure mesurée le long de cet axe. S'il existe un faible gradient d'épaisseur, c'est-à-dire inférieur à quelques pour-cent alors les différentes mesures seront moyennées. Ceci se caractérisera sur une courbe de réflectivité par l'élargissement des pics de Bragg et des franges de Kiessig qui auront une forme plus arrondie et une amplitude plus faible.

A titre d'exemple, la Figure 2.8 représente la réflectivité d'un échantillon réalisé sur le bâti par pulvérisation cathodique magnétron (MP800). Il possède un gradient latéral d'épaisseur suivant une dimension ; dans la direction perpendiculaire, le gradient est négligeable. On observe que la mesure de l'échantillon en position horizontale se caractérise par des pics plus fins et de plus fortes amplitudes que la mesure en position verticale. Il est possible de simuler cette différence de finesse par un gradient d'épaisseur linéaire de 1% sur les épaisseurs de la période entre celle de la surface et celle sur le substrat.

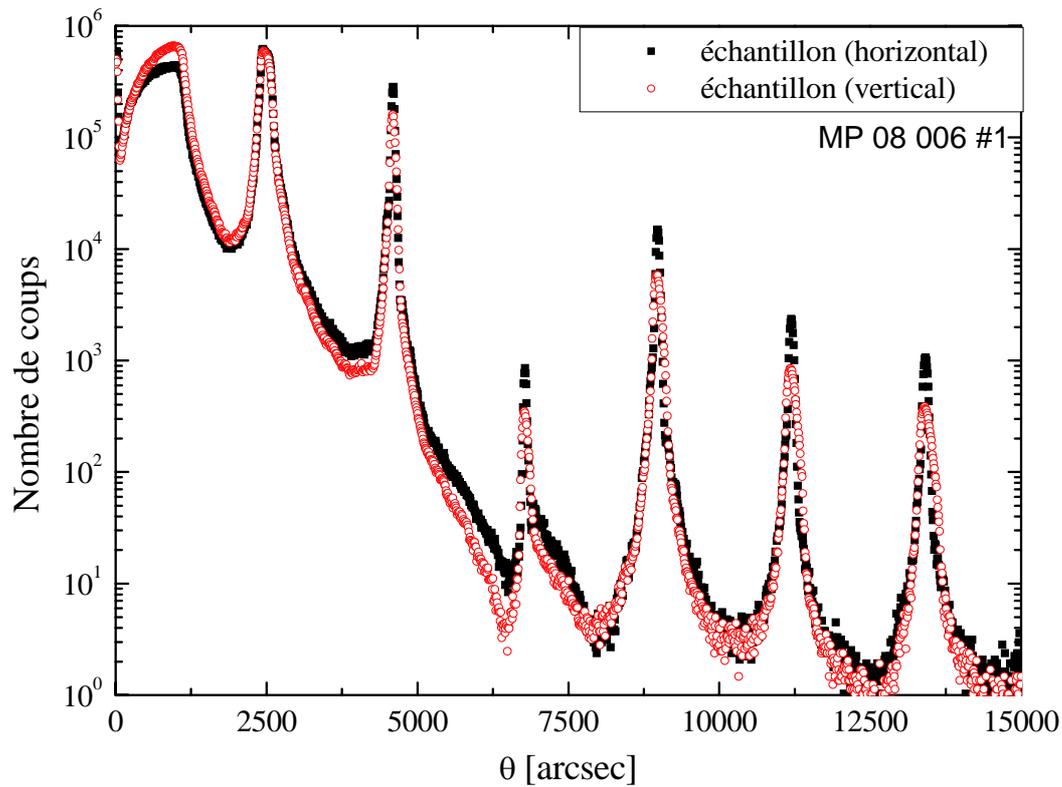


Figure 2.8 : Influence de l'orientation du gradient d'épaisseur sur les mesures de réflectivité en X-rosant

### **2.1.3 Réflectométrie EUV et spectrométrie de photoémission X sur BEAR**

Le rayonnement synchrotron est une lumière émise par des électrons relativistes de très haute énergie, qui tournent dans un anneau de stockage. Il est obtenu par des dispositifs magnétiques qui courbent la trajectoire des électrons ou les font osciller. Ceux-ci, sous l'effet de l'accélération, perdent alors de l'énergie sous forme de lumière. Les dispositifs magnétiques utilisés sont soit des aimants de courbures, soit des onduleurs (succession d'aimants alternés). Le rayonnement synchrotron est ensuite dirigé, sélectionné et conditionné par des systèmes optiques qui constituent des « lignes de lumières » vers les stations expérimentales. Le synchrotron de Trieste que nous avons utilisé est de type troisième génération. Le spectre émis continu sur une large gamme de longueurs d'onde (des ondes millimétriques aux rayons X) et a un flux intense.

## **Description de la ligne BEAR**

L'énergie de 2 GeV des électrons tournant dans l'anneau de stockage permet l'obtention d'un spectre d'émission large sur l'aimant de courbure en tête de la ligne BEAR qui s'étend de 4 à 1600eV. L'intensité maximale du courant présent dans l'anneau après injection est de 300 mA en mode multi-paquet ce qui permet pour ce courant l'obtention d'une brillance maximale de  $10^{14}$  photons/s/mm<sup>2</sup>/mrad<sup>2</sup>/0,1%ΔE en sortie de l'aimant de courbure.

Après la source d'émission de photons se trouve un système optique de mise en forme du faisceau et des propriétés du rayonnement (sélection de la longueur d'onde et de sa polarisation). Il vient ensuite la chambre d'expérience où sont réalisées les mesures. Le porte - échantillon est introduit dans un sas de pompage, puis dans une zone de stockage. A partir de là, l'échantillon peut être modifié dans la chambre de préparation ou transféré dans la chambre d'expérience.

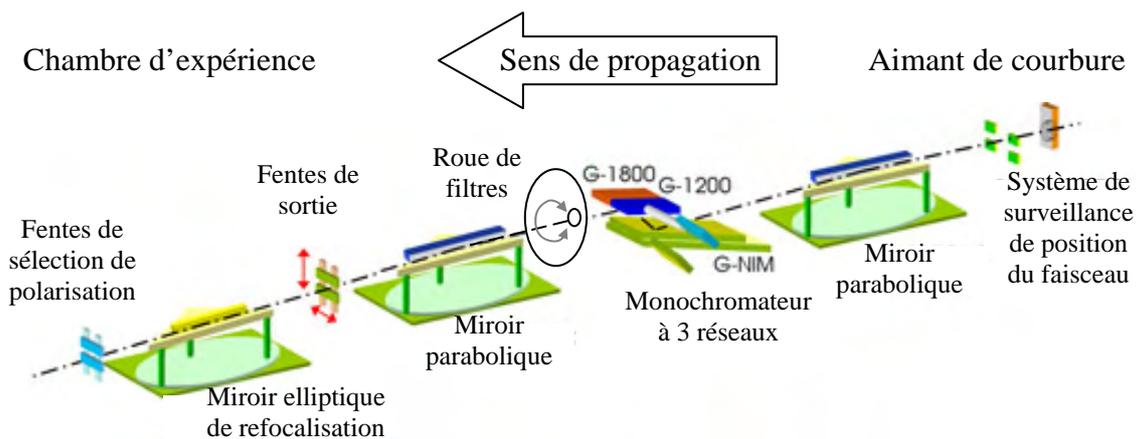
Le **système optique** est représenté sur Figure 2.9. Il débute par un système de contrôle de position du faisceau dans le référentiel de la ligne de mesure (sensibilité de 0,1 mm). Ceci permet une corrélation en cas de variations de l'énergie photonique lors de la mesure.

Le premier miroir parabolique collimate le faisceau qui arrive sur le monochromateur. Il traverse une roue de filtres pour atteindre un second miroir parabolique qui le focalise sur la fente de sortie du monochromateur. Sa dimension maximale est verticalement de 450 μm et horizontalement de 888 μm.

Le miroir elliptique image le faisceau au niveau des fentes de sortie au centre de la chambre d'expérience. La taille du faisceau incident sur l'échantillon et la résolution énergétique sont donc définies par les fentes de sortie.

Par la fente de sélection de polarisation, on sélectionne la partie du faisceau qui est polarisée majoritairement rectilignement (S). La chambre peut tourner entièrement autour de l'axe optique. Ceci permet de changer de polarisation (par exemple rectiligne (S) → parallèle (P)) par simple rotation de la chambre.

En bout de chaîne optique, le faisceau traverse une fine grille d'or qui produit un photo-courant proportionnel à l'intensité du faisceau. Ce courant est proportionnel à l'intensité vue par l'échantillon et est propre à la ligne contrairement au courant d'anneau.


**Figure 2.9 : Schéma optique de la ligne de lumière BEAR [11]**

Afin de couvrir ces gammes d'énergies avec une résolution spectrale élevée, la ligne BEAR est équipée de différents monochromateurs. Un carrousel de filtres est utilisé pour atténuer la contribution des harmoniques élevées des monochromateurs pour des énergies inférieures à 100 eV. Les caractéristiques de ces monochromateurs sont détaillées dans le Tableau 2.4.

**Tableau 2.4 : Caractéristiques principales des monochromateurs utilisés sur les lignes BEAR.**

Réseau	Incidence	Nombre de lignes/trait/mm	Domaine d'énergie (domaine spectral)	Filtre	Domaine d'énergie
GNIM	Normale	1200	4 – 40 eV (310 – 31 nm)	SiO <sub>2</sub>	3,9 – 7,8 eV
				LiF	5,7 – 11,5 eV
				In	12 – 17 eV
				Sn	15 – 24 eV
				-	24 – 36,5 eV
G1200	Rasante	1200	40 – 800 eV (31 – 1,55 nm)	Al	40 – 72,5 eV
				Si	50 – 100 eV
G1800	Rasante	1800	800 – 1600 eV (1,55 – 0,775 nm)		

La mesure du flux en fonction de l'énergie est représentée en Figure 2.10.a [2, 11], elle se caractérise par un minimum d'énergie autour de 40 eV ( $\Leftrightarrow$  30 nm) avec un faible recouvrement entre les 2 réseaux.

La résolution en fonction de l'énergie pour différentes ouvertures des fentes est représenté sur la Figure 2.10.b. Avec les fentes verticales ouvertes à 100  $\mu$ m pour une énergie

de 100 eV en utilisant le réseau G1200, on obtient une résolution en énergie meilleure que 0,08 eV.

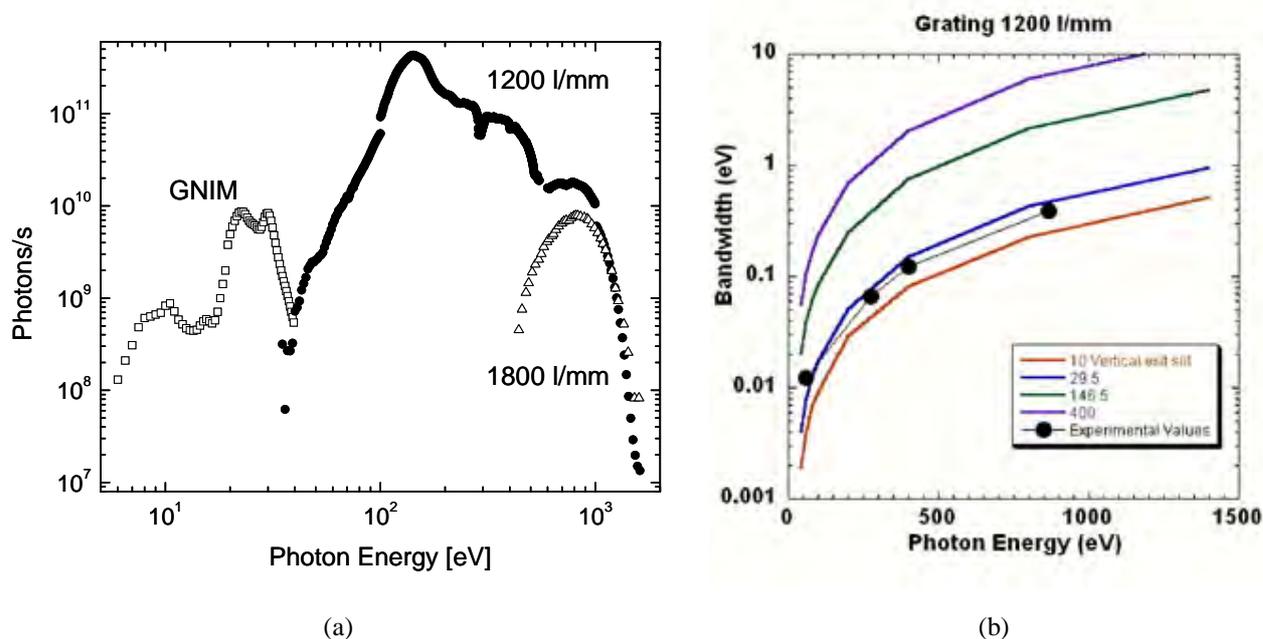


Figure 2.10 : Le flux mesuré (à gauche) en fonction de l'énergie sur la ligne BEAR pour un courant d'anneau de 200 mA et des fentes de sortie à  $50 \times 889 \mu\text{m}^2$  et la résolution expérimentale et théorique  $\Delta E$  (à droite) [2, 11].

Les **chambres d'expérience** et de préparation sont maintenues sous ultravide lors des mesures autour de  $10^{-8}$  Pa ( $10^{-10}$  mbar).

Pour les mesures de réflectivité, le flux photonique incident/réfléchi est mesuré à l'aide d'une photodiode en silicium (IRD AXUS 100) équipée d'un masque en forme de fente pour augmenter la résolution spatiale et diminuer la sensibilité de la diode à tout effet de thermique. Les photodiodes sont reliées à un picoampèremètre.

Pour les mesures de spectrométrie de photoémission, le flux d'électrons est mesuré à l'aide d'un analyseur d'électrons hémisphérique de rayon 66 mm. Il permet de mesurer des énergies cinétiques de 0 à 1500 eV avec une acceptation angulaire de  $\pm 2^\circ$ . Dans notre configuration de mesure, il est situé dans le plan normal à l'axe optique.

Le goniomètre de la ligne de mesure BEAR compte 10 degrés de liberté. Les courses et résolutions des différents degrés de liberté possibles sont regroupées dans le Tableau 2.5. Ils

permettent de positionner le porte échantillon dans la position désirée. Ce dernier a une surface utile maximale de  $26 \times 30 \text{ mm}^2$ .

**Tableau 2.5 : Courses et résolutions des différents degrés de liberté des goniomètres des chambres de mesure des lignes BEAR**

Mouvement	Course	Résolution
Rotation détecteur	$\theta_A = 360^\circ$	0,001°
Rotation détecteur	$\varphi_A = 220^\circ$	0,01°
Rotation de la chambre	$\varphi_c = 100^\circ$	0,1°
Translation échantillon x	15 mm	1 $\mu\text{m}$
Translation échantillon y	15 mm	1 $\mu\text{m}$
Translation échantillon z	15 mm	1 $\mu\text{m}$
Correction inclinaison échantillon	3 mm	10 $\mu\text{m}$
Rotation échantillon	$\theta_m = 360^\circ$	0,001°
Rotation azimutal échantillon	$\varphi_m = 200^\circ$	0,01°
Précession manipulateur	$\varphi_p = 3^\circ$	0,01°

### Méthode de caractérisation et de calibration

Le calage de la ligne est obtenu par la mesure de la position absolue des raies d'absorption de gaz purs pour le calage en énergie et de leur largeur à mi-hauteur pour la résolution spectrale. Le Tableau 2.6 représente les différentes raies spectrales d'absorption et leurs résolutions spectrales associées utilisées pour une dimension de fentes de sortie de  $20 \times 889 \mu\text{m}^2$ .

**Tableau 2.6 : Raies d'absorption de gaz purs utilisés de référence**

Raie spectrale d'absorption	G1200 $\Delta E$ [meV]	G1800 $\Delta E$ [meV]	GNIM $\Delta E$ [meV]
Ne K 1s (~867 eV)	390	308	---
N2 K 1s (~400 eV)	124	96	---
Ar L3 2p3/2 (~247 eV)	67	---	---
He 1s II ion. (~60 eV)	12,3	---	---
He 1s (~21 eV)	---	---	5,6

Pour nos études, nous avons utilisés les énergies comprises entre 25eV et 100 eV. Le réseau GNIM est particulièrement stable dans le temps avec une erreur de position inférieure à 0,1 eV. Le réseau G1200 se décale d'avantage notamment lors de changement de réseau. Une méthode rapide de calage est mise en œuvre pour la zone 100 eV à 70 eV.

On mesure la position du seuil L d'absorption du filtre de Si autour de la valeur de référence  $E_{Si} = 99,65$  eV et la vallée d'absorption proche du seuil Pt  $N_7 4f_{7/2}$  du revêtement des miroirs du système optique de la ligne  $E_{Pt} = 70,65$  eV. On calcule la dérivée pour interpoler la position de la valeur maximum du seuil d'absorption du silicium  $E_{Si\_mes}$  et la position de la valeur nulle pour le platine  $E_{Pt\_mes}$ . Les coefficients de correction sont obtenus par l'équation suivante :

$$\begin{bmatrix} E_0 \\ E_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{Pt\_mes} \\ E_{Si\_mes} \end{bmatrix}^{-1} \times \begin{bmatrix} E_{Pt} \\ E_{Si} \end{bmatrix} \quad (2.4)$$

La valeur de l'énergie corrigée  $E_{corr}$  est alors obtenue par la relation suivante :

$$E_{corr} = E_1 \times E_{mes} + E_0 \quad (2.5)$$

Avec cette procédure, la précision de l'énergie est meilleure que  $\pm 0,2$  eV lorsque l'on utilise le réseau G1200. Le réseau GNIM est plus stable dans le temps. Sa précision de l'énergie est meilleure que  $\pm 0,2$  eV sans correction.

### Méthode de mesure de réflectivité

La mesure de réflectivité est réalisée à angle constant en faisant varier l'énergie. Les monochromateurs utilisés au cours des études sont GNIM et G1200. Ils permettent de couvrir le domaine spectral de 25 eV à 100 eV ce qui équivaut au domaine de longueur d'onde de (soit 50,0 nm à 12,4 nm). La Figure 2.11 représente les différents couples réseau-filtre utilisés pour les mesures de réflectométrie EUV.



**Figure 2.11 : Domaine d'énergie de mesure utilisé en fonction du réseau de diffraction et du filtre**

La mesure de réflectivité s'effectue en deux temps en suivant la procédure d'alignement détaillée dans l'annexe 1.

D'abord, on mesure le courant correspondant au faisceau direct incident sur la photodiode ( $I_{d1}$ ) dans la configuration présentée en Annexe 1. Ce courant est normé par rapport à l'intensité du courant disponible, c'est-à-dire le courant présent dans l'anneau. Il est

néanmoins très sensible aux erreurs de position du faisceau en entrée de ligne BEAR. On lui préférera la mesure du photo-courant créé dans la grille d'or traversée par le faisceau juste avant la chambre de mesure ( $I_{dGrille}$ ).

Puis l'échantillon est placé dans le faisceau comme présenté en Annexe 1. On mesure le courant correspondant au faisceau réfléchi incident sur la photodiode ( $I_{r1}$ ) ainsi que le courant des électrons dans la grille ( $I_{rGrille}$ ). La réflectivité absolue est calculée par le rapport des deux courants du faisceau direct et réfléchi normalisés au flux de photons en sortie du monochromateur.

$$R = \frac{\frac{I_{r1} - I_{rb1}}{I_{d1} - I_{db1}}}{\frac{I_{rGrille}}{I_{dGrille}}} \quad (2.6)$$

où  $I_{r1}$  est le photocourant sur la photodiode de mesure correspondant au faisceau réfléchi ;  
 $I_{rGrille}$  celui créé par le faisceau traversant la grille d'or correspondant au faisceau réfléchi ;  
 $I_{d1}$  celui sur la photodiode de mesure correspondant au faisceau direct ;  
 $I_{dGrille}$  celui créé par le faisceau traversant la grille d'or correspondant au faisceau direct ;  
 $I_{rb1}$  et  $I_{db1}$  correspondent au bruit de fond moyen de la chaîne de mesure (photodiode + picomètre) sur chaque instrument dépendant du calibre de l'instrument lors de la mesure.

La précision sur la valeur de la réflectivité absolue est de  $\pm 1\%$ . Les mesures sont réalisées avec une polarisation du faisceau estimée à 80% en S.

### **Méthode de mesure de spectrométrie de photoémission X**

La spectrométrie de photoémission X (XPS) est basée sur la mesure de l'énergie cinétique des photoélectrons éjectés de l'échantillon sous l'impact de rayons X d'énergie  $h\nu$  connue. Le spectre en énergie des photoélectrons comporte des raies dont l'interprétation permet une analyse chimique de l'échantillon.

Le principe à la base de l'XPS est l'effet photoélectrique. Si la majorité des photons X traversant un échantillon n'interagissent pas avec les atomes le constituant, une partie de ces

photons est cependant absorbée selon la loi de Beer (cf. Chapitre 1). La photo-ionisation en couche atomique profonde est réalisée pour des énergies supérieures à 100 eV pour les éléments légers ( $Z < 6$ ). Dans notre cas, l'énergie des photons incidents  $E_{\text{BEAR}}$  est de 400 eV ce qui permet d'explorer quelques couches atomique soit environ 1 nm.

Le principe de la conservation de l'énergie stipule que l'énergie des photons incidents se répartit entre  $E_L$ , l'énergie d'ionisation correspondant à l'éjection d'un électron d'une orbitale de cœur de l'atome et  $E_{\text{cin}}$ , l'énergie cinétique communiquée au photoélectron émis. L'énergie des photons  $E_{\text{BEAR}}$  étant connue, la mesure de l'énergie cinétique  $E_{\text{cin}}$  des photoélectrons permet de déterminer l'énergie de liaison  $E_L$  de l'électron. Elle est définie comme l'énergie à fournir pour éjecter un électron d'une orbitale atomique. Cette valeur est corrigée par le potentiel d'extraction  $\Phi_{\text{ext}}$ . Celui-ci est défini par la différence entre les fonctions d'extraction respectives de l'échantillon et du spectromètre, elle est estimée à 5 eV dans l'expérience réalisée sur la ligne BEAR avec un échantillon en substrat de Si.

$$E_L = E_{\text{BEAR}} - \Phi_{\text{ext}} - E_{\text{cin}} \quad (2.7)$$

Les énergies de liaisons sont connues et tabulées [12] pour les éléments purs. Lorsque les matériaux forment des composés, l'énergie de liaison est modifiée. Une étude bibliographique permet alors de trouver les différentes énergies de liaison participant à la forme du spectre mesuré.

**Tableau 2.7 : Principaux paramètres de spectrométrie de photoémission X sur la ligne BEAR**

Paramètre	Valeur
Energie d'excitation $E_{\text{BEAR}}$	400 eV
Fentes du monochromateur (VxH)	200 x 120 $\mu\text{m}^2$
$\Delta E_{\text{BEAR}}$	0,9 eV
Dimension de la zone d'analyse (VxH)	~280 x 120 $\mu\text{m}^2$
Type d'analyseur	hémisphérique de rayon 66 mm
Potentiel d'extraction $\Phi_{\text{ext}}$	5 eV
$E_{\text{cin}}$	102 eV-118 eV → C (1s) et ses composés 158 eV-173 eV → Mo (3d <sub>3/2</sub> & 3d <sub>5/2</sub> ) et ses composés 288 eV-298 eV → Si (2p) et ses composés
$\Delta E_{\text{cin}}$	0,2 eV

## **2.2 Moyens de dépôt**

Les systèmes de dépôt utilisés lors de ces études sont basés sur des procédés de pulvérisation physique de la matière : pulvérisation par faisceau d'ions (IBS) [13] et pulvérisation cathodique magnétron (MP800) [8]. Les deux bâtis fonctionnent à basse pression de dépôt ce qui réduit les défauts dans les dépôts de couches minces et multicouches [14]. Pour garantir une bonne répétabilité et stabilité des couches minces déposées, les systèmes de dépôt ont été implantés en salle blanche à empoussièremement contrôlé (Classe 1000) du LCFIO, régulée à une température de  $21^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  et dont l'humidité est contrôlée entre 40 et 60%. Dans notre équipe, la pulvérisation par faisceau d'ions est le moyen utilisé au LCFIO pour la réalisation des optiques pour les missions spatiales [13, 15-17]. Dans le présent travail, cette machine de pulvérisation ionique a été utilisée pour réaliser les dépôts de  $\text{B}_4\text{C}/\text{Mo}/\text{Si}$ , destinés à compléter à titre comparatif l'étude détaillée menée sur les multicouches déposées par pulvérisation cathodique magnétron, et pour réaliser les optiques de la mission HECOR, décrite dans le chapitre 4.

La pulvérisation cathodique magnétron est conçue dans un bâti plus récent et plus flexible. Dans le présent travail, cette machine de pulvérisation cathodique magnétron a été utilisée pour réaliser les dépôts des études systématiques sur les miroirs multicouches Mo/Si avec ou sans barrières d'interdiffusion, décrite dans le chapitre 3. Ce bâti a aussi été utilisé pour la mise au point des miroirs « bi-bandes » dont l'étude est décrite dans le chapitre 4.

### **2.2.1 Pulvérisation par faisceau d'ions (IBS)**

La pulvérisation par faisceau d'ions, Ion Beam Sputtering (IBS) en anglais, consiste à éroder une cible de matériau à déposer à l'aide d'ions. Dans notre cas les ions sont neutralisés par un faisceau d'électrons juste avant la cible. Les atomes sont émis dans une direction privilégiée formant un cône, aussi appelé plume d'éjection. Le substrat à revêtir est placé dans la trajectoire des atomes pulvérisés. La faible pression de travail permet un libre parcours moyen du matériau pulvérisé sur plusieurs dizaines de centimètres, la distance cible-substrat est donc de faible influence sur l'énergie balistique des atomes déposés.

## **Description du bâti de dépôt IBS**

Le bâti de dépôt utilisé est représenté sur Figure 2.12. Il est équipé d'une pompe primaire, d'une pompe cryogénique et d'un piège à azote liquide. La pression résiduelle avant dépôt est de quelques  $10^{-7}$  Pa ( $10^{-9}$  mbar).

Le canon à ions utilise une cathode creuse. Il est alimenté par un mélange d'argon et d'hydrogène (10%  $H_2$  dans l'Ar). Le courant et la tension d'alimentation du canon sont respectivement compris entre 30 – 40 mA et 550 – 650 V. En sortie du canon, le faisceau d'ions  $Ar^+$  a un diamètre de 3 cm et est légèrement divergent. Il est orienté vers une cible de 12,7 cm de diamètre. Pour éviter de charger électriquement la cible, la charge positive des ions est compensée à hauteur de la cible par le faisceau d'électrons émis par le neutraliseur. Un axe tournant est équipé de trois cibles de matériaux.

Le substrat est situé au-dessus de la cible. Le porte échantillon a un mouvement de rotation sur lui-même fixé à 50 tours / min. Ceci donne un profil de dépôt radial à partir du centre du disque du porte-échantillon. L'homogénéité d'épaisseur du dépôt est obtenue grâce à un masque d'occultation fixe placé au plus près de la surface à traiter, dont la géométrie a été calculée afin de compenser le gradient naturel d'épaisseur.

La phase de dépôt est automatisée. Le contrôle de l'épaisseur est asservi par la mesure de la dérive en fréquence d'une microbalance à quartz refroidie et régulée en température.

**Tableau 2.8 : Principaux paramètres du bâti de dépôt de pulvérisation par faisceau d'ions**

Paramètre	Valeur
Vide résiduel	Quelques $10^{-7}$ Pa ( $10^{-9}$ mbar)
Gaz ionisé	Ar 95% $H_2$ 5%
Dimension du faisceau en sortie de canon	3 cm divergent
Energie nominale des ions ( $E_{Max}$ )	650 eV (max 1500 eV)
Courant nominal d'ions ( $I_{Max}$ )	30 mA (max 100 mA)
Dimension	Ø12,7 cm x 6 mm
Matériaux disponibles	Mo, Si, $B_4C$
Rotation d'homogénéisation de dépôt	50 tr/min
Dimension maximale du substrat	Ø110 mm x 80 mm
Fréquence fondamentale	6 MHz
Précision de la mesure de fréquence	±0,1 Hz

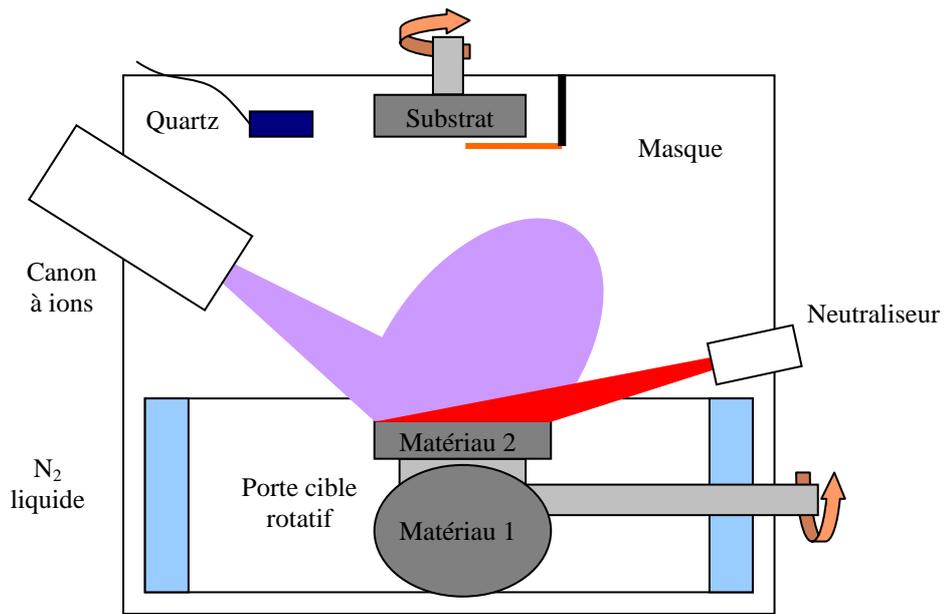


Figure 2.12 : Schéma du bâti de pulvérisation par faisceau d'ions

### **Méthode de calibration de la vitesse de dépôt**

La fréquence fondamentale du quartz est de 6 MHz. Le matériau se dépose simultanément sur le quartz et le substrat. Cet ajout de matière à la surface du cristal modifie linéairement sa fréquence de résonance.

Une phase de calibration consiste à déposer quelques nanomètres pour une dérive de fréquence donnée, puis de mesurer l'épaisseur réellement déposée. Ceci permet d'obtenir la correspondance entre la valeur de fréquence du quartz et l'épaisseur du matériau réellement déposé sur l'échantillon.

La réponse linéaire du quartz en fonction des épaisseurs de matériau déposé est garantie pour une variation de fréquence inférieure à 10% de la fréquence fondamentale. Au-delà, il faut changer de quartz et refaire une série de calibrations avec le nouveau quartz pour les différents matériaux.

La méthode de calibration systématique mise au point sur cette machine de dépôt permet de contrôler l'épaisseur des couches déposées à mieux que 0,1 nm. Les vitesses de dépôt caractéristiques sont données dans le Tableau 2.8.

**Tableau 2.9 : Vitesses de dépôt des matériaux utilisés sur le bâti IBS**

Matériau	Vitesse de dépôt par rapport à la dérive en fréquence du quartz	Vitesse de dépôt en fonction du temps
a-Si	0,05355 nm/Hz	$18,34 \cdot 10^{-3}$ nm/s
Mo	0,01083 nm/Hz	$9,83 \cdot 10^{-3}$ nm/s
B <sub>4</sub> C	0,04686 nm/Hz	$4,95 \cdot 10^{-3}$ nm/s

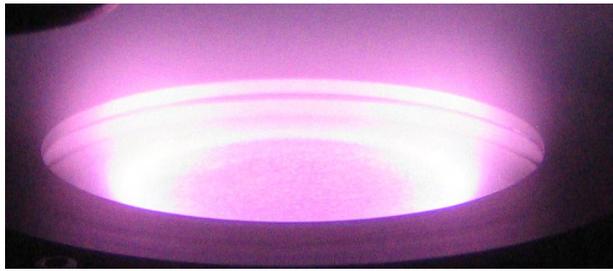
### **2.2.2 Pulvérisation cathodique magnétron (MP800)**

La pulvérisation cathodique est un procédé basé sur la pulvérisation d'une cible solide à partir d'un plasma généré dans un gaz à basse pression. Suivant la nature de la cible, deux types de pulvérisation cathodique sont possibles : la pulvérisation cathodique en courant continu (DC) et la pulvérisation cathodique radio-fréquence (RF).

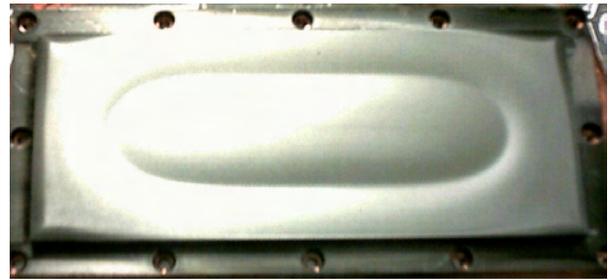
Les cathodes RF permettent de réaliser des plasmas même si le matériau est un isolant électrique.

L'effet magnétron consiste à confiner les électrons libres en surface de la cible dans un champ magnétique afin d'augmenter l'efficacité d'ionisation. Ceci a deux intérêts principaux :

- augmentation de la densité ionique aux alentours de la cible, ce qui permet de réduire la pression de travail, de diminuer les risques de contamination ;
- augmentation de la vitesse de dépôt comme le montre la photo de la Figure 2.13 ;
- réduction du bombardement électronique du substrat, les électrons étant confinés près de la cible. Cet effet permet d'une part d'éviter un échauffement du substrat et d'autre part de réduire la contamination des films en limitant les processus d'oxydation assistés par flux électronique en présence d'oxygène résiduel éventuel.



Bâti de pulvérisation cathodique magnétron monocible en fonctionnement



Cible de molybdène du bâti MP800S

**Figure 2.13: Photos de l'effet magnétron lorsque le plasma est actif (à gauche) et de l'usure d'une cible du bâti du bâti MP800S (à droite)**

Si cette technologie permet d'accroître la vitesse de dépôt, elle pose d'autres problèmes. En fait, la cible n'est pas consommée de manière homogène précisément à cause de la localisation du plasma, entraînant un usage très limité de la cible (de l'ordre de 30 à 35% de la cible de matériau). En conséquence, la cible doit être changée avant d'avoir été entièrement consommée.

D'autre part, cette usure privilégiée augmente la surface érodée au cours du temps et donc la vitesse d'érosion. De plus, les aimants permanents utilisés évoluent dans le temps et ont une durée de vie nominale de 4 ans. Ces deux effets combinés nécessitent une calibration régulière de la vitesse de dépôt de tous les matériaux utilisés.

### **Description du bâti de dépôt MP800**

La machine MP800S a été fabriquée par la société Plassys conformément à un cahier des charges établi au laboratoire. Elle est complètement automatisée et pilotée par un ordinateur. La géométrie du bâti de dépôt est représentée schématiquement sur la Figure 2.14. Le plasma est généré à partir d'argon (Ar) qui peut être mélangé à des gaz réactifs ( $O_2$  ou  $N_2$ ). La pression de travail est de 1,3 Pa à 13 Pa (1 à 10 mTorr) pour un débit de gaz total à 50 sccm\*.

L'enceinte de dépôt est un cylindre de 800 mm de diamètre qui possède quatre cathodes pouvant accueillir des cibles rectangulaires de 200 x 80 mm<sup>2</sup>. Les distances des cathodes au substrat peuvent être réglées de 5 cm à 10 cm indépendamment les unes des autres. Deux cathodes sont alimentées par des générateurs RF en radio-fréquence (13,56 MHz). Les générateurs peuvent délivrer une puissance de 300 W pour l'une et de

\* Rappelons que 1 sccm (standard cm<sup>3</sup> /min) représente  $2,69 \cdot 10^{18}$  mol/min pour un gaz parfait.

1000 W pour l'autre. Les points de fonctionnement usuellement utilisés sont de 80 W ou 150 W pour les cathodes RF, ce qui correspond à une puissance de 0,5 W/cm<sup>2</sup> et 0,93 W/cm<sup>2</sup> respectivement. Deux boîtes d'adaptation d'impédance permettent de régler l'impédance du circuit automatiquement.

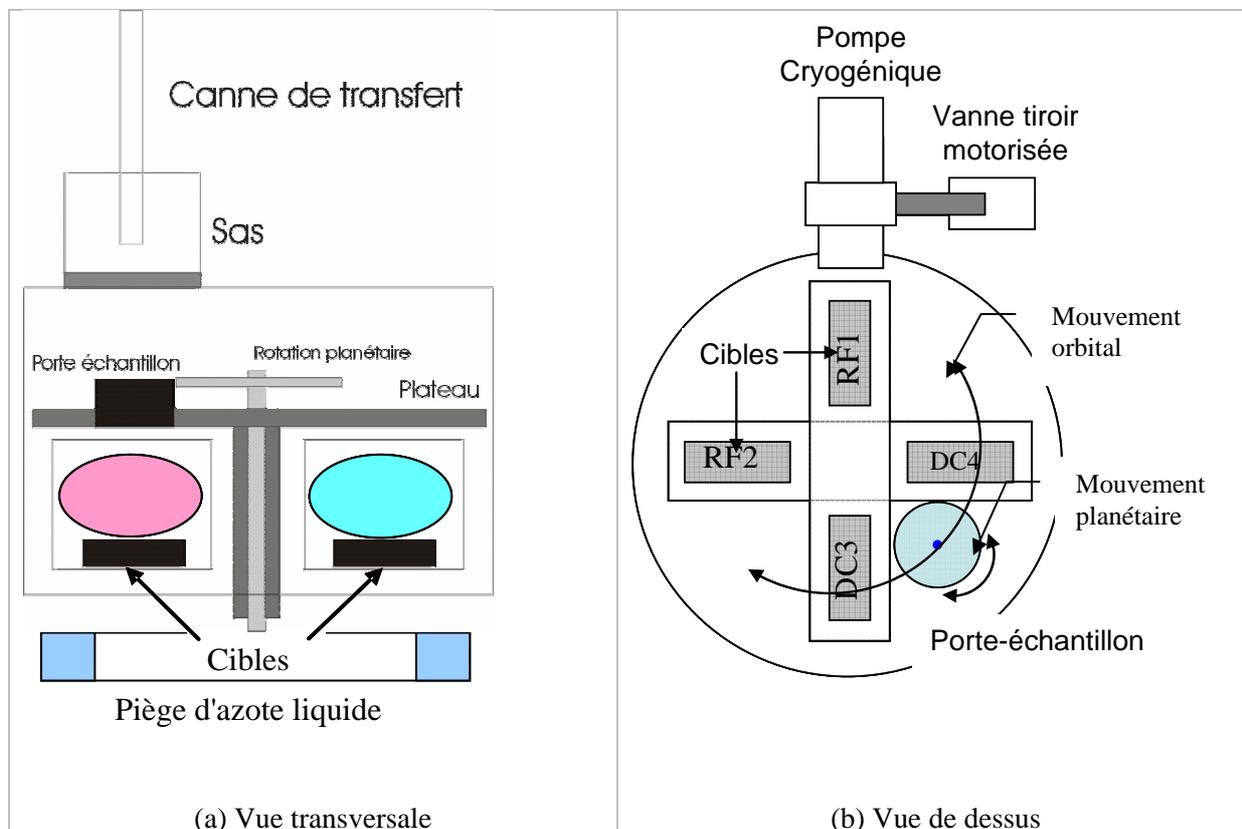


Figure 2.14 : Schéma de la géométrie de la machine MP800S

Les deux autres cathodes sont alimentées par des générateurs en courant continu (DC) pouvant délivrer un courant de 1,0 A. Un courant de 0,09 A est généralement utilisé soit 0,56 mA / cm<sup>2</sup>. Les vitesses caractéristiques de dépôt des matériaux utilisés sont présentées dans le Tableau 2.10.

Tableau 2.10 : Vitesses de dépôt des matériaux utilisés sur le bâti MP800

Matériau	Cathode	Puissance/Courant	Vitesse de dépôt en fonction de la vitesse de passe	Vitesse de dépôt en fonction du temps pour $\Omega = 1^\circ/s$
a-Si	RF	150 W	1,52 nm.s/°	0,038 nm/s
Al	RF	150 W	8,04 nm.s/°	0,201 nm/s
Mo	DC	0,06 A	1,42 nm.s/°	0,036 nm/s
B4C	RF	80 W à 150 W	0,31 à 5,60 nm.s/°	0,008 à 0,140 nm/s
SiC	RF	60 W à 150 W	0,56 à 1,60 nm.s/°	0,014 à 0,040 nm/s

Les différents paramètres de gestion des plasmas (gaz et cathodes) sont accessibles par un écran de contrôle représenté sur la Figure 2.15.

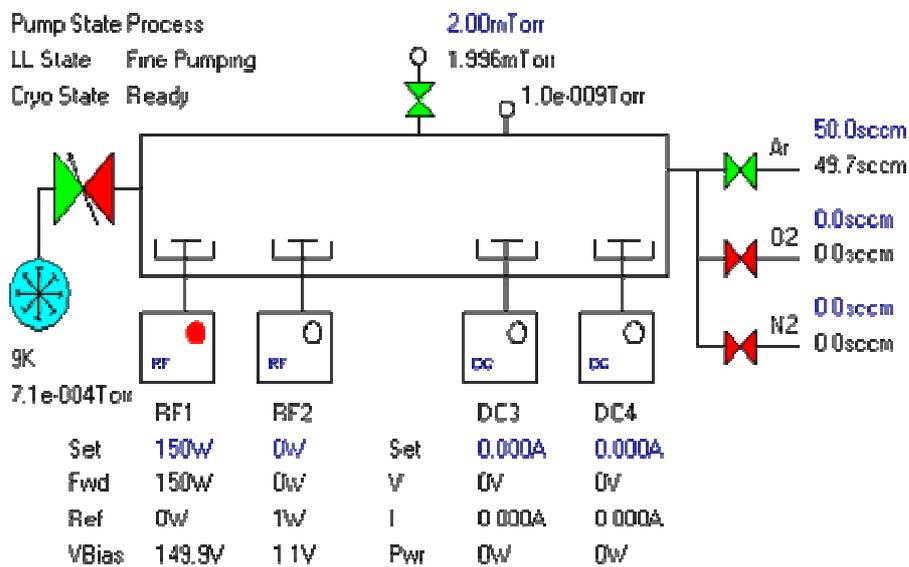


Figure 2.15 : Ecran de contrôle des paramètres de génération des plasmas pour les 4 cathodes

Chaque emplacement des cibles est compartimenté par des caches pour confiner le plasma et éviter la contamination inter-cible. Chaque cible est montée sur un support en cuivre fixé sur le magnétron refroidi par un circuit d'eau.

Le vide de l'enceinte est assuré par une pompe cryogénique. Un piège à azote liquide est placé au fond de l'enceinte afin d'améliorer le vide résiduel autour de  $5 \cdot 10^{-6}$  Pa.

Le bâti est équipé d'un sas pour éviter de remettre à l'air l'enceinte à chaque dépôt. Le porte-substrat repose dans un panier qui permet le transfert entre le sas et l'enceinte de dépôt. Dans l'enceinte de dépôt, le panier est déposé sur un plateau. Le porte-substrat a un mouvement planétaire et un mouvement orbital.

Le mouvement planétaire donne un profil de dépôt radial à partir du centre du disque du porte échantillon.

Le mouvement orbital permet d'amener le porte échantillon au-dessus de chaque boîte de confinement. Nous verrons plus loin qu'il est possible de corriger le profil d'épaisseur par variation de la vitesse orbitale en fonction de la position de l'échantillon sur la boîte [18].

En cours de dépôt, une vanne asservie en position, placée devant la pompe cryogénique, permet d'asservir la pression dans l'enceinte indépendamment des débits de gaz dont la somme est autour de 50 sccm. Le système de régulation est représenté sur la Figure 2.15.

La température de l'enceinte varie en fonction de la puissance des sources utilisées simultanément et de la durée d'utilisation. Une montée en température fait varier les paramètres de dépôt, ce qui est non désirée dans les dépôts périodiques. Afin de limiter l'augmentation de température de l'enceinte, nous limitons d'une part la puissance totale dissipée par les cathodes et nous utilisons d'autre part le piège à azote liquide pour évacuer les calories. Ceci se traduit part une mise en vieille des cathodes et par un remplissage périodique du piège à azote.

**Tableau 2.11 : Principaux paramètres du bâti de dépôt de pulvérisation cathodique magnétron**

Paramètre	Valeur
Vide résiduel de l'enceinte	$5.10^{-6}$ Pa ( $5.10^{-8}$ mbar)
Vide résiduel du sas	$8.10^{-6}$ Pa ( $8.10^{-8}$ mbar)
Gaz passif ionisé	Ar
Débit nominal total	50 sccm (consigne $\pm 0,1$ sccm)
Pression de travail	2 mTorr (consigne $\pm 0,002$ mTorr)
Dimension cible	200 x 80 mm <sup>2</sup> x 6 mm
Puissance RF1 adapté	0 à 1000 W (consigne $\pm 1$ W)
Puissance RF2 adapté	0 à 300 W (consigne $\pm 1$ W)
Courant DC3 et DC4	0 à 1000 mA (consigne $\pm 1$ mA)
Courant DC4	0 à 1000 mA (consigne $\pm 1$ mA)
Dimension maximale du substrat	$\varnothing 127$ mm x 35 mm
Rotation planétaire (homogénéisation radiale du dépôt )	50 tr/min
Rotation orbitale $\Omega$ (vitesse de dépôt)	0°/s à $\pm 3$ °/s à $\pm 0,01$ °/s
Position absolue du plateau	0 à 359,9° à $\pm 0,1$ °

### **Méthode de calibration de la vitesse de dépôt**

Les structures multicouches périodiques présentées dans cette étude sont toutes périodiques ou constituées d'un empilement de plusieurs structures périodiques. Leur réalisation nécessite une bonne conception de l'empilement et une calibration précise des vitesses de dépôt. Nous considérerons dans la suite une multicouche périodique à trois matériaux.

La calibration des vitesses de dépôt sur le bâti de dépôt se déroule en deux temps. Tout d'abord, on calibre la vitesse de dépôt de chaque matériau en fonction des paramètres optimums qui seront utilisés (puissance de la source, pression de dépôt). Puis chaque couple de matériau est calibré individuellement.

La puissance / le courant de la cathode et le temps de passage de l'échantillon sont les deux paramètres qui déterminent la vitesse de dépôt. Dans les études présentées, la puissance est fixée pour optimiser le nombre de passages du substrat au-dessus du plasma. Elle détermine un point de fonctionnement pour une épaisseur optimale. La vitesse angulaire du plateau, donc du substrat, ajuste l'épaisseur déposée autour du point de fonctionnement. Cette vitesse angulaire  $\Omega$  est inversement proportionnelle à  $e_{\text{passage}}$ , l'épaisseur de matériau déposé à

chaque passage du substrat au-dessus du plasma. Le facteur de proportionnalité  $\alpha$  est propre à chaque matériau.

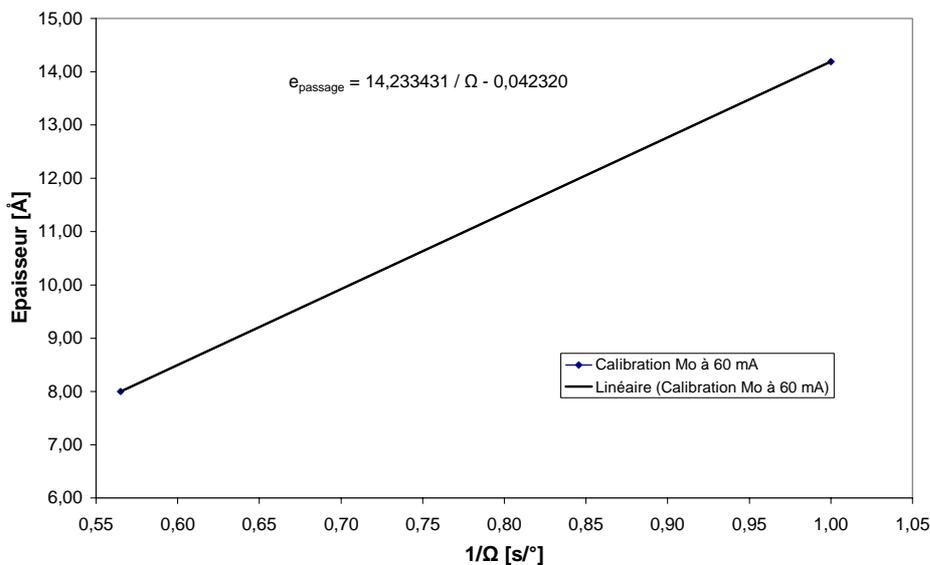
$$e_{\text{passage}} \approx \alpha / \Omega \quad (2.8)$$

Les vitesses angulaires nominales  $\Omega$  sont comprises entre 0,70 et 2,00°/s. Elles permettent, pour une vitesse planétaire de 50 tours/min, une homogénéité du profil de dépôt [8] presque constant sur tout le rayon du porte échantillon en prenant en compte le mouvement planétaire (cf. Figure 2.19).

La calibration de la vitesse de dépôt d'un matériau est donc obtenue en fixant l'énergie. On réalise ensuite une calibration autour de  $\Omega_1 = 1,00^\circ/\text{s}$  pour une vingtaine de passages au-dessus de la cible à calibrer. L'échantillon est mesuré sur GRX pour déterminer l'épaisseur déposée. Puis, en fonction de  $e_{\text{passage}}$  l'épaisseur par passage obtenue, on fixe une vitesse de passage  $\Omega_2$  proche de celle désirée  $e_{\text{visée}}$  en fonction de  $Nb\_passage$  nombre de passages à réaliser tel que :

$$e_{\text{visée}} = e_{\text{passage}} * Nb\_passage \quad (2.9)$$

En calculant la courbe passant par les deux points déterminés par l'épaisseur déposée par passage en fonction de l'inverse de la vitesse angulaire de passage, on obtient la droite de calibration comme celle représentée en Figure 2.16.



**Figure 2.16 : Exemple de calibration de la vitesse de dépôt en de la vitesse de passage angulaire au-dessus d'un plasma de Mo généré par une cathode en tension continu ayant un courant de 60 mA**

Pour les structures, il est nécessaire de calibrer les empilements périodiques pour déterminer les vitesses de dépôt de chaque matériau en prenant en compte les effets d'interdiffusion. La calibration des sous structures est réalisée avec chacun des couples de matériaux mis en jeu.

Dans le cas d'un tri-matériau sans couche barrière, c'est-à-dire [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si], ceci signifie une calibration des interfaces Mo/a-Si, B<sub>4</sub>C/Mo et B<sub>4</sub>C/a-Si. L'ajout de barrière de B<sub>4</sub>C à la structure, c'est-à-dire [B<sub>4</sub>C/Mo/B<sub>4</sub>C/a-Si], permet de se limiter aux interfaces B<sub>4</sub>C/Mo et B<sub>4</sub>C/a-Si. Chaque binôme de matériau nécessite lui-même trois dépôts en permutant les 2 vitesses de dépôt proches de la valeur nominale,  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$ . On obtient une différence d'épaisseur pour les deux matériaux pour deux vitesses différentes. Ceci permet d'obtenir les courbes de calibration représentées sur la Figure 2.17. Le décalage observé correspond à l'interdiffusion entre les deux matériaux. Pour le B<sub>4</sub>C, on observe une vitesse de dépôt différente en fonction du matériau du couple de calibration.

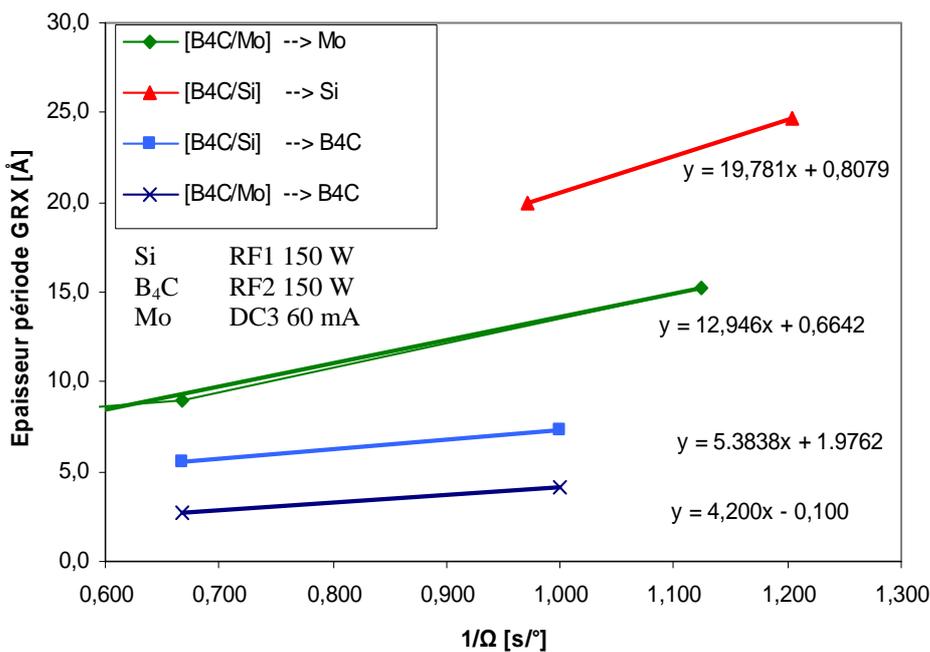


Figure 2.17 : Courbe de calibration des matériaux calibrés en couple

Ceci permet de remonter aux vitesses de dépôt de chaque matériau en fonction de son interface avec le matériau voisin. L'assemblage de l'ensemble des matériaux d'une sous-structure est réalisé pour validation et peut nécessiter un second dépôt correctif.

La facilité des phases de calibration de la vitesse de dépôt d'un matériau ou d'une structure est déterminée principalement par le contraste d'indice des matériaux  $\Delta\delta$ . Le Tableau 2.12 représente les indices des matériaux de tous les matériaux disponibles sur la MP800S et des substrats utilisés.

Pour les couches minces, on privilégiera un contraste maximum d'indice de réfraction à 0,154 nm entre le substrat et le matériau déposé. Par exemple, dans le cas d'une calibration du  $B_4C$ , on préférera utiliser un substrat d'AsGa. La modélisation de cette mesure permet de prendre en compte des effets de surfaces tel que l'oxydation et la rugosité de surface de la couche mince.

Dans le cas des structures multicouches, les paires de 2 composés bien contrastés seront plus simples à modéliser : rapport des épaisseurs et rugosité aux interfaces. Ceci est limité aux cas où il n'y a pas de nouveaux composés formés.

L'ajustement des mesures de calibration en utilisant la méthodologie décrite par A. Hardouin [9] permet la réalisation d'un modèle physique plus réaliste et de mieux prendre en compte les phénomènes d'interdiffusion des matériaux.

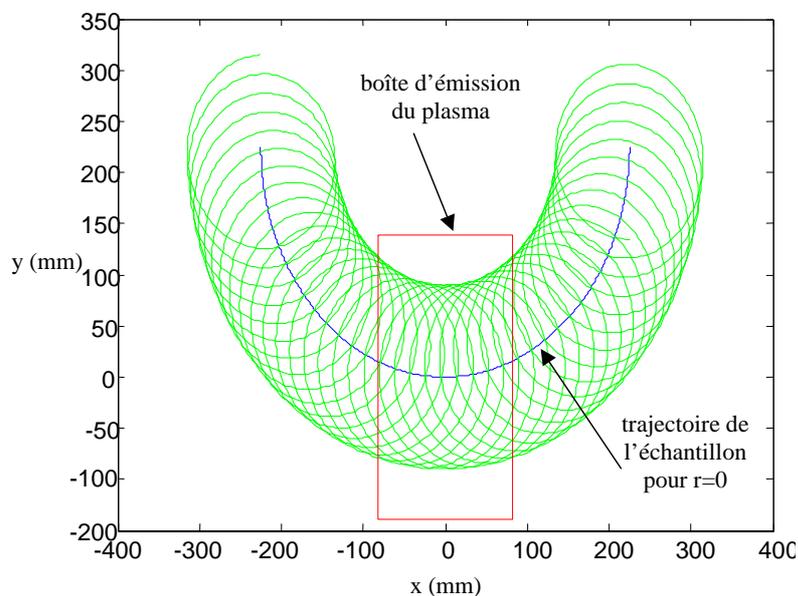
**Tableau 2.12 : Indices complexes à  $\lambda = 0,154$  nm des matériaux (normal) et des substrats (gras) utilisés**

Matériau	$\delta-1$	$\beta$
Al	8,477E-6	1,5496E-7
a-Si	7,14E-6	1,624E-7
a-SiC	1,011E-5	1,665E-7
a-SiO <sub>2</sub>	7,1E-6	9,1705E-8
B <sub>4</sub> C	7,62E-6	7,5773E-9
Mo	2,86E-5	2,0417E-6
<b>AsGa</b>	<b>1,451E-5</b>	<b>4,3427E-7</b>
<b>Si</b>	<b>7,6E-6</b>	<b>1,7279E-7</b>
<b>SiO<sub>2</sub> (Silice fondue)</b>	<b>8,597E-6</b>	<b>1,1097E-7</b>

L'exemple de la calibration d'un miroir bi-bande à sélectivité paramétrable (Chapitre 4.3) est présenté dans le Tableau 2.13.

**Tableau 2.13 : Récapitulatif du nombre de calibrations nécessaires à la réalisation d'une structure bi-bande à sélectivité paramétrable.**

Sous structure	Couple de calibration	Nombre de dépôt de calibration minimum
Matériaux	B <sub>4</sub> C	2
	a-Si	2
	Mo	2
Total		6
MC1 (B <sub>4</sub> C/Mo/B <sub>4</sub> C/a-Si)	B <sub>4</sub> C/Mo	3
	a-Si/B <sub>4</sub> C	3
	B <sub>4</sub> C/Mo/B <sub>4</sub> C/a-Si	2
Total		14



**Figure 2.18 : Simulation de la trajectoire d'un échantillon au-dessus d'une boîte d'émission de plasma de la MP800S, pour un rayon donné.**

La nature même de la trajectoire de l'échantillon au-dessus d'une cible de la MP800S (cf. Figure 2.18) assure une bonne uniformité azimutale pour un même rayon [8, 19]. De plus, nous pouvons constater sur la Figure 2.19 un profil d'uniformité radial avec une perte d'épaisseur de 4% sur un rayon de 50 mm, pour un dépôt réalisé avec une vitesse de passage de l'échantillon sur la cible constante. L'utilisation d'une variation de vitesse de passage de l'échantillon sur la cible sur la MP800S permet d'obtenir une uniformité de  $\pm 0.5\%$  sur un rayon de 50 mm (cf. Figure 2.19).

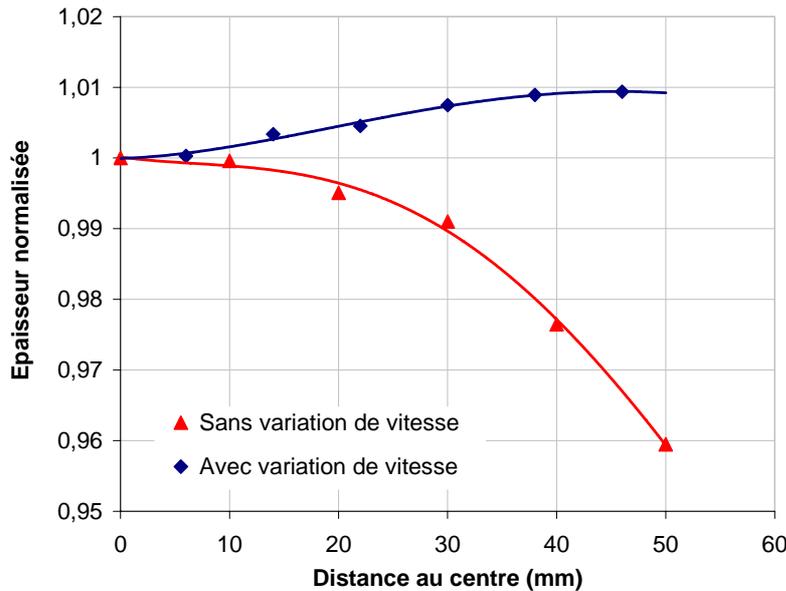


Figure 2.19 : Uniformité radiale d'une couche simple de molybdène déposée sur la MP800S.

La géométrie du problème est définie d'une part par le rayon du substrat et d'autre part par la boîte de confinement du plasma. Il existe une simplification géométrique en considérant que la position angulaire du plateau au centre de la boîte de confinement est superposée à la médiane de la cible de matériau et donc du plasma. Les paramètres optimums pour la réalisation du profil corrigé sont donnés dans la figure suivante.

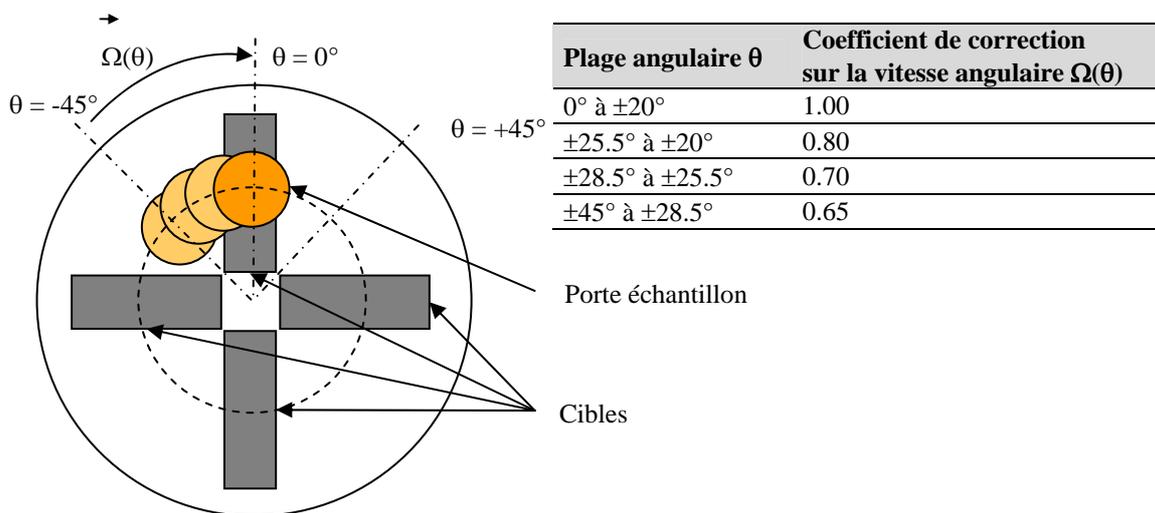


Figure 2.20 : Valeur de correction de la vitesse angulaire en fonction de la plage angulaire définie par le centre de la cible pour un profil d'épaisseur plan à  $\pm 0.5\%$

## **Méthode de réalisation de lots d'échantillons homogènes**

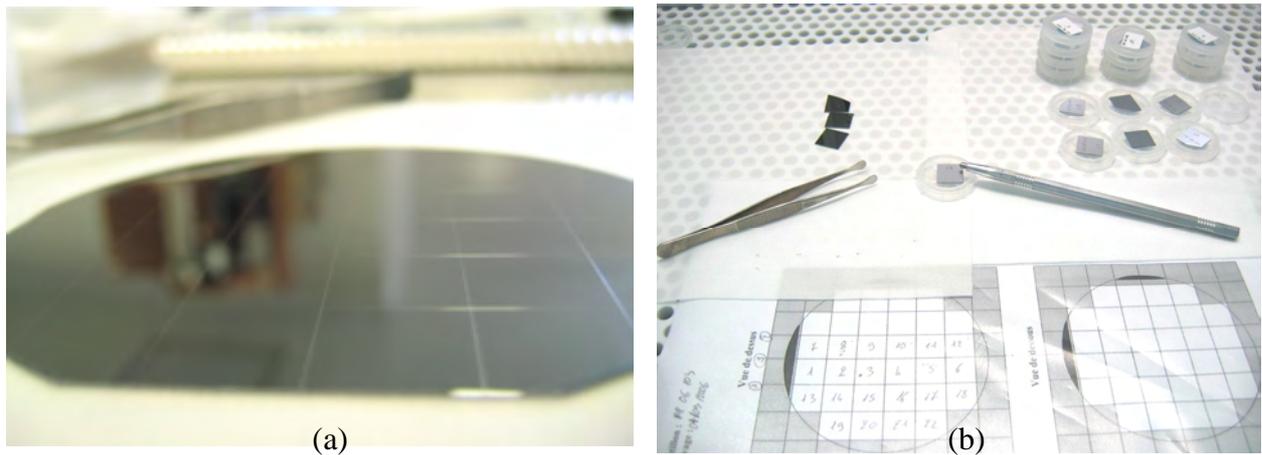
Les études de comparaison de résistance à l'environnement qui seront décrites plus loin mettent en œuvre un grand nombre d'échantillons, en particulier dans le chapitre 3 où l'on compare plusieurs structures multicouches exposées à différents environnements (cf. partie 2.3). Or, nous venons de voir que la réalisation d'un échantillon bien calé en période requiert un grand nombre de calibrations et que le bâti a une légère dérive entre plusieurs dépôts de plusieurs heures. Nous avons donc mis au point une méthode de réalisation de lots d'échantillons homogènes.

L'objectif, visé et obtenu, est une dispersion sur l'épaisseur de la période mesurée inférieure à 1% sur l'ensemble des échantillons d'un même lot de fabrication. La surface de dépôt est un disque de cristal de silicium orienté (100) de 100 mm de diamètre et d'une épaisseur autour de 750  $\mu\text{m}$ . Ce type de substrat standard en microélectronique est compatible avec le porte-échantillon utilisé.

Le dépôt est calibré au centre du porte-échantillon. Pour le revêtement final, la vitesse de passage au-dessus du plasma est décomposée en fonction de la plage angulaire en utilisant les paramètres du tableau de la Figure 2.20.

Une fois l'échantillon sorti, il est prédécoupé par le tracé d'un quadrillage à l'aide d'une pointe diamantée, sur les deux faces en coïncidence (cf. Figure 2.21.a). Le marquage de la face non déposée sert uniquement à la gravure de l'identifiant de l'échantillon, il doit donc être très peu marqué.

Le substrat est alors clivé le long des axes du quadrillage. Chaque échantillon est repéré et stocké dans une boîte individuelle (cf. Figure 2.21.b).



**Figure 2.21: (a) Vue du dépôt sur le substrat de Si(100) après quadrillage à la pointe diamant puis (b) découpage et identification des échantillons.**

Dans le cas de la photolithographie EUV à 13,5 nm la période nominale est proche de 7 nm. L'erreur de période tolérée correspond à une variation maximale de  $\pm 0,035$  nm. Elle se traduit sur la position du pic réfléchi dans le spectre EUV à  $\sim \pm 0,071$  nm pour un angle de rasance de  $80^\circ$  comme cela est représenté sur la Figure 2.22.

La Figure 2.23 représente la relation linéaire entre la période de la structure mesurée sur GRX  $d_{GRX}$  et la position du centre du pic mesurée sur le réflectomètre CEMOX à 75% de sa valeur maximale  $\lambda_{75\%}$ . Le décalage de période de 0,245 nm représente l'erreur cumulée principalement due à l'indice effectif des différents dépôts (pas les mêmes matériaux).

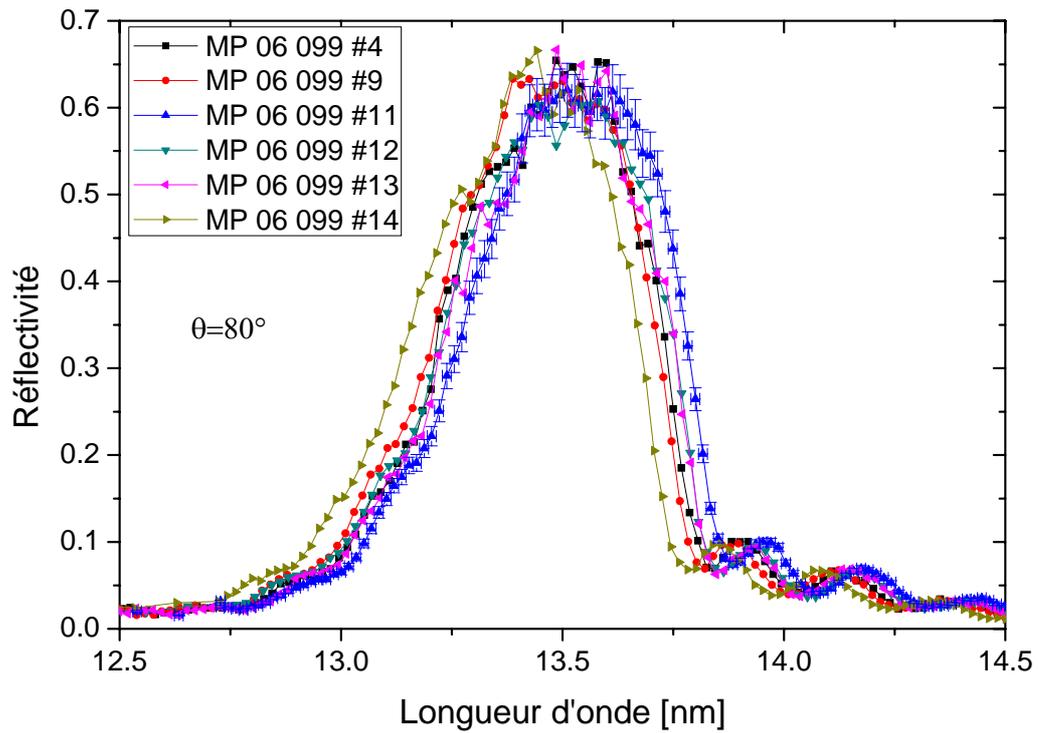


Figure 2.22 : Mesure des échantillons d'un lot d'un même dépôt sur le réflectomètre EUV CEMOX

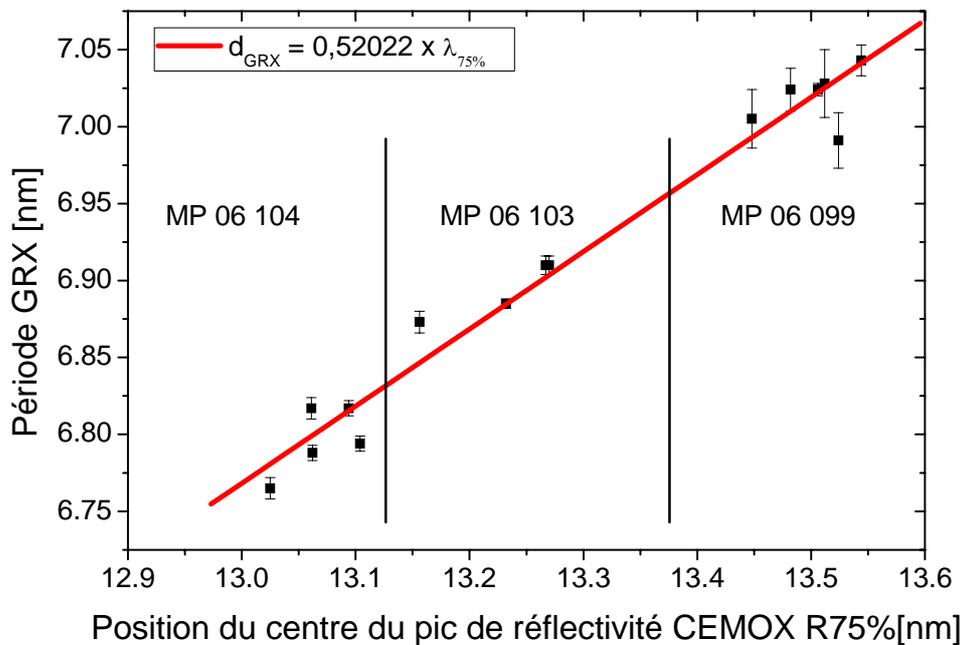


Figure 2.23 : Mesure des échantillons de 3 lots de fabrication avec la période GRX en fonction de la position du centre du pic mesuré sur le réflectomètre EUV CEMOX

## **2.3 Moyens de test à l'environnement**

Les revêtements réalisés doivent avoir une durée de vie compatible avec leur environnement de fonctionnement et de stockage. Pour simuler et anticiper les détériorations plusieurs tests d'évaluation ont été mis en œuvre.

L'environnement durant la mission et durant le stockage, vis-à-vis des applications spatiales, sera simulé par différents environnements climatiques, c'est-à-dire par des cyclages thermiques et l'exposition à la chaleur humide. Le suivi temporel du stockage est réalisé sur des échantillons stockés sous azote.

Les environnements de travail les plus agressifs, vis-à-vis de l'utilisation des optiques pour la photolithographie EUV, sont décrits dans le chapitre 3. Ils sont simulés par recuit thermique, érosion ionique et tenue à la mise sous vide. Pour ce dernier point, les mesures de réflectométrie EUV se font sous vide secondaire (réflectomètre EUV de CEMOX) ou sous ultravide (chambre expérimentale de la ligne BEAR du synchrotron Elettra), si l'échantillon n'évolue pas, alors il sera considéré comme stable.

### **2.3.1 Tenue à la température**

Pour évaluer la tenue en température des revêtements, nous avons choisi d'utiliser un four classique à géométrie radiale. Il permet de recuire des échantillons de petites tailles dans une atmosphère contrôlée. Après une description des caractéristiques, nous expliquerons les procédés utilisés.

#### **Description et caractéristique du four**

Le four est constitué d'un élément chauffant à géométrie radiale. Il peut être translaté le long d'un tube en quartz où se trouve une nacelle en quartz recouverte d'un substrat de silicium porte-échantillon de 5,1 cm de diamètre. Le tube peut être mis sous vide, sous un balayage de gaz ou à l'air. La pression est mesurée par une jauge à fil chaud de type Pirani, calibrée pour l'air. Les bouchons aux extrémités du tube sont parcourus par de l'eau froide afin d'assurer une température basse au joint d'étanchéité. Le système décrit est représenté sur la Figure 2.24.

La régulation sur la température de consigne est réalisée par la mesure du thermocouple du four  $T_{\text{four}}$ . Le système a une correction de type proportionnelle intégrale dérivée (PID) pour contrôler la rampe de montée en température et limiter le dépassement de la consigne en température. Le substrat de silicium porte-échantillon est un bon conducteur thermique contrairement à la nacelle en quartz. Il est donc équipé d'un thermocouple qui mesure la température du substrat qui est proche de celle des échantillons, en particulier s'ils sont aussi en silicium. Nous considérerons cette température comme la température de recuit des échantillons  $T_{\text{échantillon}}$ .

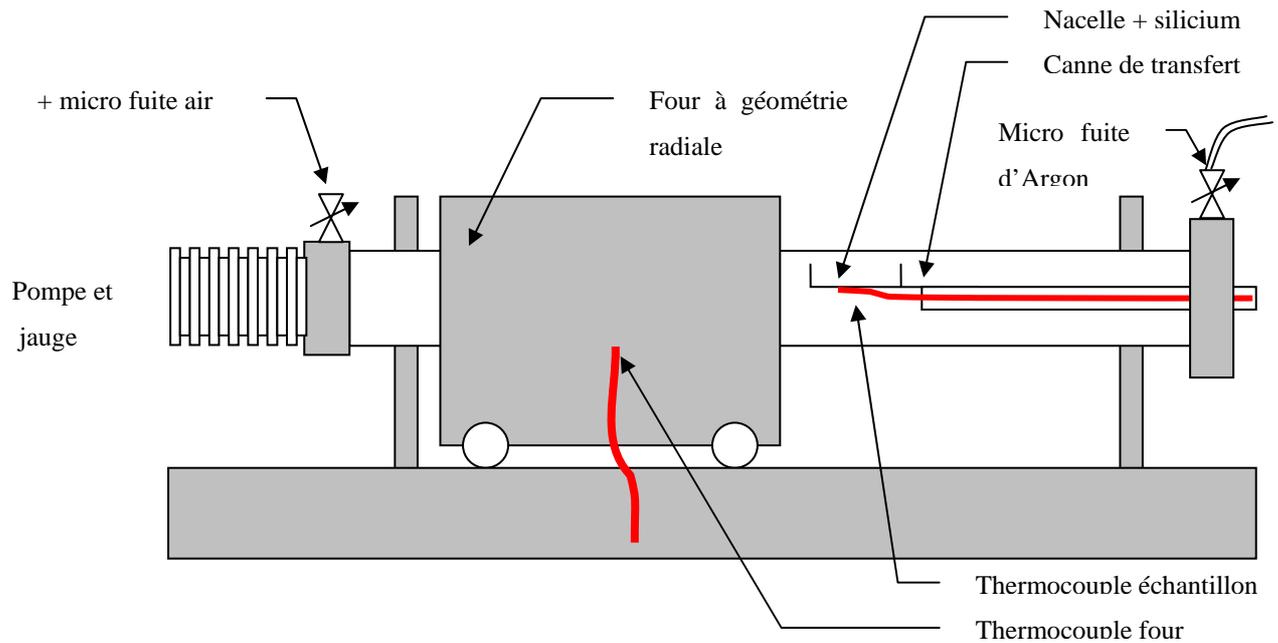


Figure 2.24 : Schéma du four classique à géométrie radiale du LCFIO

Le Tableau 2.14 reprend les principales caractéristiques du four.

Tableau 2.14 : Principaux paramètres du four classique à géométrie radiale

Paramètre	Valeur
Température minimale	Ambiante
Température maximale	1000°C
Capteur de température	Thermocouple type K
Précision sur la température	T±10%
Résolution sur la température	±1°C
Système d'asservissement	PID
Pente de chauffe maximale du four	+30 ±2°C/min
Dépassement de consigne	+3%
Perte calorifique $T_{\text{four}}-T_{\text{échantillon}}$ (sous vide)	-5 ±3°C
Perte calorifique $T_{\text{four}}-T_{\text{échantillon}}$ (sous 1at Ar)	-2 ±2°C
Dimension du porte échantillon	Ø5,1 cm
Groupe de pompage	Primaire + turbo
Pression résiduelle de pompage	0,33 Pa (< 3,3.10 <sup>-3</sup> mbar)
Gaz de recuit	Ar

## **Préparation du four**

Les échantillons sont disposés sur le substrat de silicium posé sur la nacelle en quartz. Le tube de quartz est refermé et le bloc de pompage mise en route. L'eau est mise en circulation dans le circuit de refroidissement des joints quartz-métal. Le four est dégagé de l'emplacement de la nacelle.

Le système de chauffage est mis sous tension ; la température de consigne est fixée. Durant la chauffe du four, l'atmosphère du tube est nettoyée. On réalise une série de trois rinçages sous argon, avec à chaque fois une remonté en pression d'argon plus faible. Lorsque la pression du vide est inférieure à 0,40 Pa ( $4 \cdot 10^{-3}$  mbar) et la température de consigne du four atteinte, on passe au procédé de recuit.

## **Procédé de recuit sous balayage d'Ar (recuit 1h)**

Pour les recuits courts, l'atmosphère de recuit est sous balayage d'argon. Pour cela, on réalise une micro-fuite d'argon pour stabiliser la pression à 3 Pa ( $3 \cdot 10^{-2}$  mbar) (pression mesurée équivalente à celle de l'air). Le four est alors translaté au-dessus de la nacelle.

Le début du recuit commence lorsque la température atteint la température désirée moins 1% de cette valeur. On constate une inertie d'environ 15 min avant que le thermocouple n'indique une température stable. La température de consigne du four est ajustée afin d'atteindre la température désirée au niveau du thermocouple des échantillons à la bonne valeur.

A la fin du temps de recuit, 1h, le four est translaté en dehors de la position de la nacelle et la consigne de chauffage mise à zéro. La fuite d'argon permet de refroidir plus rapidement les échantillons et leur support. Lorsque le thermocouple de la nacelle mesure une température inférieure à 30°C, la pompe est arrêtée.

La Figure 2.25 représente la dynamique du système de chauffage pour un recuit d'1h sous balayage d'Ar. On observe les trois phases : montée en température, recuit puis refroidissement des échantillons.

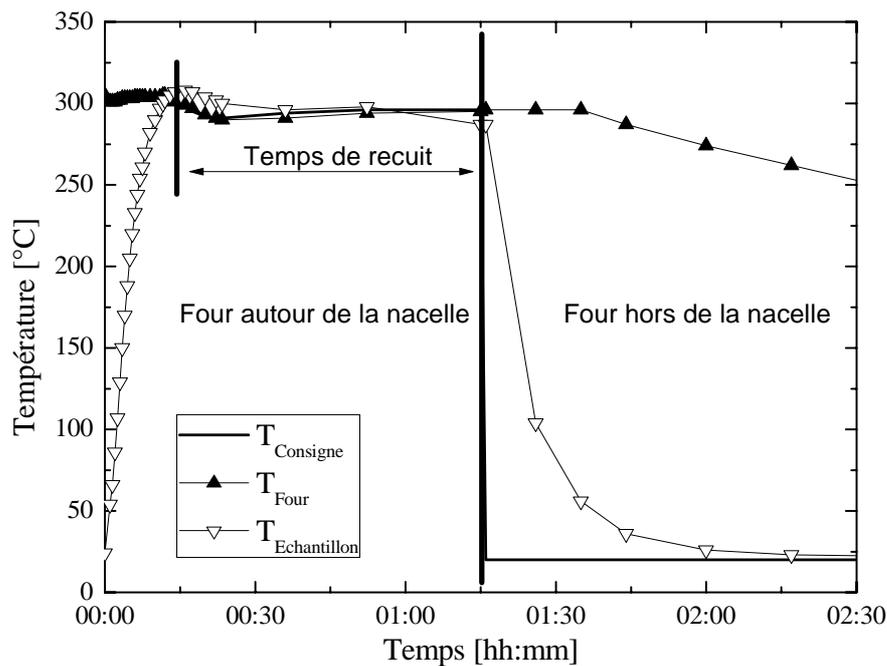


Figure 2.25 : Evolution des températures du système de recuit en fonction du temps

### Procédé de recuit sous atmosphère d'Ar (recuit 1h et plus)

Pour les recuits longs, l'atmosphère de recuit est stabilisée sous une pression d'1 bar d'argon statique à la température désirée.

Le début du recuit commence lorsque la température de l'échantillon atteint la température désirée moins 1% de cette valeur. On constate une inertie d'environ 15 min avant que le thermocouple n'indique une température stable. La température de consigne du four est ajustée afin d'atteindre la température désirée au niveau du thermocouple des échantillons. Pour les recuits de plusieurs heures, il est nécessaire de vérifier périodiquement la température des échantillons ainsi que la pression d'Ar.

### **2.3.2 Tenue à l'environnement climatique**

L'évaluation de la résistance à l'exposition à l'environnement climatique consiste à faire varier rapidement et grandement les conditions que sont la température et l'humidité. Afin de pouvoir dissocier les effets, on évalue les effets des variations de température indépendamment des effets d'hygrométrie.

Les miroirs de vol pour l'EUV utilisés pour l'astrophysique ne sont pas qualifiés expérimentalement à l'environnement climatique, contrairement aux composants pour le spectre visible ou infrarouge. La raison en est que les risques de détérioration des optiques par les pollutions dues à l'environnement lors des tests de qualification soient irréversibles. En particulier pour les risques de pollution (dépôt par condensation, trace d'hydrocarbure,...) pour lesquels il n'existe pas de procédé de nettoyage et qui peuvent fortement endommager les performances de réflectivité.

Les nouvelles missions d'observation solaire vont néanmoins fortement augmenter les risques d'endommagement (cf. Solar Orbiter Environmental Specification édité par l'ESA). Il est donc nécessaire de réaliser des expériences sur des échantillons tests, aussi appelés éprouvettes. Ces évaluations sont menées lors de la conception et de la réalisation des miroirs pour mieux apprécier l'influence de l'environnement en aval de la réalisation du modèle de vol et permettre une pré-qualification des nouvelles structures avant des vols en mission fusée (cf. chapitre 4.1.2).

La qualification pour le spatial se termine normalement par une expérience de tenue à l'arrachement, afin d'évaluer l'adhérence des revêtements optiques. Le test est réalisé à l'aide d'un ruban collant collé à la surface de l'optique et tiré brusquement. Ce test introduit des polluants destructeurs pour les surfaces étudiées et doit être réalisé en fin de séquence d'évaluation.

Dans le domaine des revêtements EUV, les contraintes mécaniques présentes dans le revêtement réfléchissant sont élevées. Elles peuvent entraîner des problèmes de décollement dans le temps. Si des défauts apparaissent, ils se caractériseront par des craquelures observables au microscope seules sources de décollement. Le test d'adhérence est donc qu'une confirmation des observations, de plus la pertinence du test est dépendante du pouvoir d'adhésion de la colle à la couche de surface du revêtement. Nous avons considéré ce test comme non représentatif et trop polluant en cas de tenue du dépôt.

Les tests d'évaluation mis en place en collaboration avec le CNES sont plus sévères que l'environnement de stockage des composants au sol. Le procédé décrit sera donc notre test de référence à la tenue à l'environnement des revêtements multicouches.

### Définition du test d'évaluation

Comme nous l'avons expliqué, les tests sont définis par rapport à la mission Solar Orbiter.

Le test de chaleur humide a été défini en fonction des contraintes liées aux conditions climatiques lorsque le satellite est dans la coiffe de la fusée dans un climat tropical. Ceci équivaut à une attente de 48h à une température moyenne de 40°C et à une humidité de 90% à 95%.

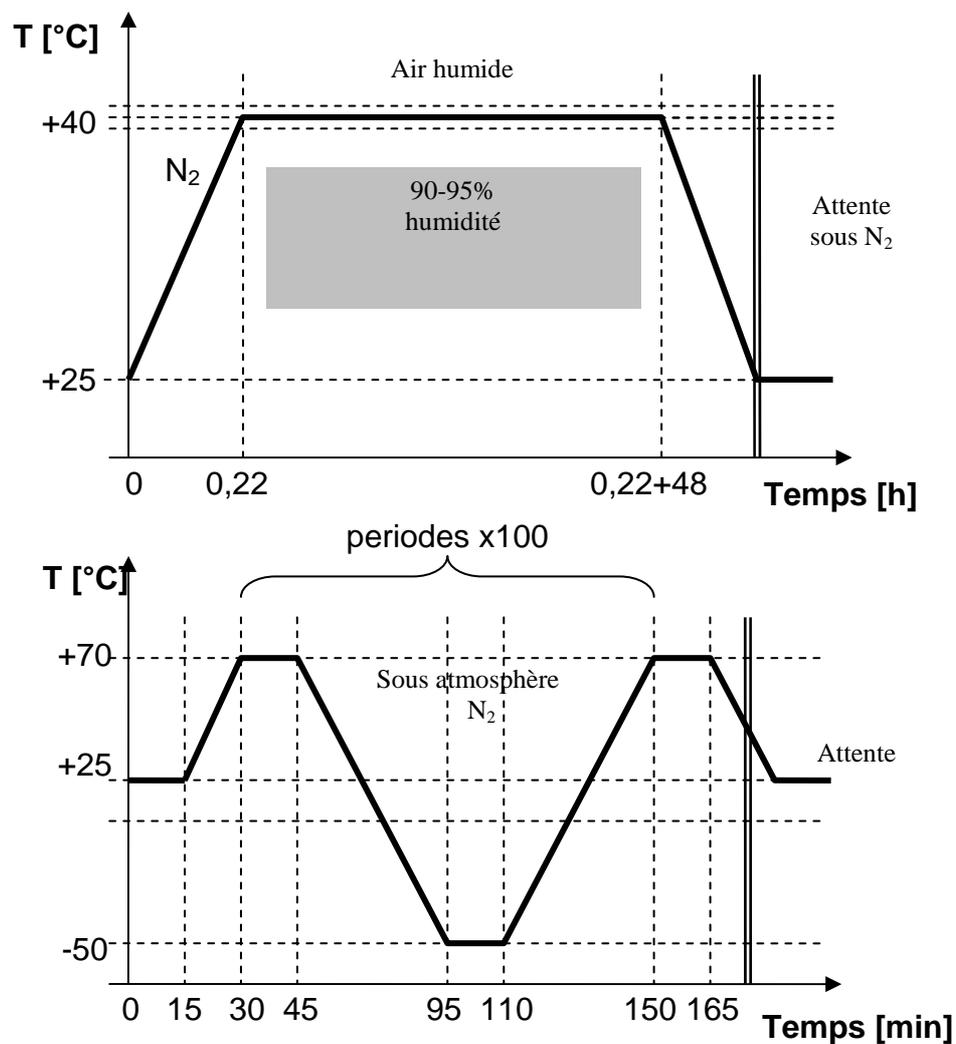


Figure 2.26 : Définition temporelle des expériences de cyclage thermique et de chaleur humide.

Le cyclage thermique est défini en fonction des contraintes extrêmes de la mission Solar Orbiter. La température minimum de  $-50^{\circ}\text{C}$  correspond au mode de survie du satellite, la température maximale correspond à la température de polymérisation des colles des montures d'optique ( $+60^{\circ}\text{C}$ ) et est proche de la température opérationnelle des optiques en mission ; on y ajoute une marge de  $+10^{\circ}\text{C}$ . Le satellite réalisera une vingtaine de passages près du soleil (cf. chapitre 4.1.3). En appliquant les règles de validation des instruments classiques, on multiplie le nombre de passages par un facteur 5 ce qui donne un total de 100 cycles de température. Le temps imparti pour ces évaluations est d'une semaine ce qui a dimensionné les pentes de montée et descente en température à  $\pm 3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ainsi que les plateaux thermalisés qui durent 15 min.

Les paramètres des deux évaluations sont représentés sur la Figure 2.26.

### **Description des enceintes thermique et climatique**

Pour chacune des deux expériences, nous utilisons des enceintes climatiques dédiées qui se trouvent au CNES de Toulouse.

Le cyclage thermique est réalisé dans une enceinte climatique conçue par la société Sun Electronic Systems modèle EC11 avec un contrôleur modèle TC10. Les échantillons sont soumis soit à du froid soit à du chaud par circulation d'air dans la chambre d'expérience. De l'air est extrait à l'arrière de l'enceinte. Il est entraîné par un ventilateur vers une batterie de résistances chauffantes puis vers une buse d'azote liquide qui permet de refroidir l'air. La circulation de l'air continue dans le toit de la chambre d'expérience pour retomber verticalement sur les échantillons sous test. Ceci permet d'obtenir un faible gradient de température.

Une première sonde de température est placée dans le toit et une seconde au niveau des échantillons. Le contrôleur asservit la température sur la sonde échantillon par un système de correction de type PID.

Le Tableau 2.15 reprend les principales caractéristiques de l'enceinte utilisée pour le cyclage thermique.

**Tableau 2.15 : Principaux paramètres de l'enceinte en fonctionnement climatique**

Paramètre	Valeur
Plage de température	-184°C à +315°C
Erreur absolue du contrôleur	±0,25°C
Résolution de la température	±0,02°C
Taux de variation maximum de la température	±48°C/min
Résolution de la température	±0,02°C
Type de sonde de température	PT100

La chaleur humide est réalisée dans une enceinte climatique conçue par WEISS Technik modèle WK-340/70 avec un contrôleur SIMCON/32. L'intérieur de l'enceinte est en acier inoxydable.

Sur le fond sont implantés selon le volume un ou deux ventilateurs axiaux à moteurs externes pour le recyclage de l'air, un évaporateur à ailettes raccordé à la machine frigorifique, une batterie de résistances électriques, le bain-marie pour assurer le contrôle de l'hygrométrie. Sur l'avant sont installées des sondes PT100 de régulation de la température et des sondes psychrométriques PT100 pour la régulation de l'hygrométrie. L'asservissement en température et hygrométrie est réalisé par deux sondes placées près du porte-échantillon. Cet appareil permet d'obtenir une forte humidité relative avec des dissipations thermiques importantes. Cette propriété constitue un système d'anti-condensation sur les échantillons en théorie.

Le Tableau 2.16 reprend les principales caractéristiques de l'enceinte utilisée pour la chaleur humide.

Les étuves du CNES sont aussi utilisées pour tester des composants électroniques qui dégazent fortement. Nous avons donc prévu une journée de nettoyage de l'enceinte avant chaque expérience. Il s'avère que cela n'est pas suffisant et qu'il serait préférable d'utiliser des enceintes dédiées aux composants optiques sans trace d'hydrocarbure et autres composés carbonés fortement volatiles.

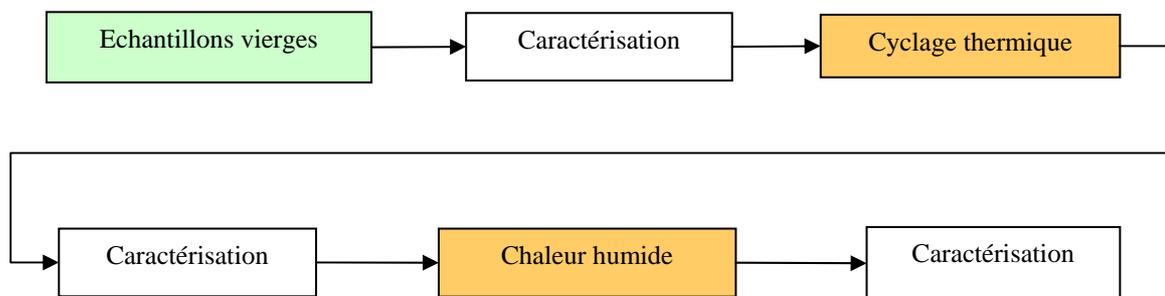
Le porte-échantillon conçu pour ces expériences est un prisme à base triangulaire massif en aluminium dont deux faces sont utilisées pour poser les échantillons. Chaque échantillon repose sur trois points d'appui : le support et deux vis de butée comme indiqué sur la Figure 2.28.

**Tableau 2.16 : Principaux paramètres de l’enceinte en fonctionnement climatique**

Paramètre	Valeur
Plage de température	+10°C à +95°C
Plage du point de rosée	+4°C à 94°C
Plage d’humidité relative	10% à 98% Hr
Précision de l’humidité relative	±1,0% à ±3,0% Hr
Précision de la température (fonction de la température)	±0,1°K à ±0,3°K
Homogénéité de la température (fonction de la température)	±0,5°K à ±1,0°K
Type de sonde de température	PT100
Type de sonde psychrométrique	PT100

**Procédé d’évaluation à l’environnement climatique.**

La séquence mise en œuvre est représentée sur la Figure 2.27. Avant, entre et après chaque exposition à un environnement contrôlé défini sur la Figure 2.26, une phase de caractérisation est mise en œuvre. Les échantillons voyagent entre les différents laboratoires et sont stockés dans des boîtes en fluoroware. Elles sont fermées avec une araignée pour les substrats en silicium minces et entre le couvercle et le fond en fluoroware pour les substrats épais (en silice), le tout maintenu dans une boîte par un tissu non pelucheux.



**Figure 2.27 : Diagramme de la séquence d’évaluation normale des échantillons**

La caractérisation est composée d’une partie métrologie et d’une partie observation. La partie métrologie est réalisée au Laboratoire Charles Fabry de l’Institut d’Optique (Orsay) pour la mesure de réflectométrie en X-rasants, au Laboratoire d’Interaction des rayons X avec la Matière (Orsay) pour la réflectométrie EUV du pic de Bragg utilisé et sur la ligne de mesure BEAR du synchrotron Elettra (Trieste, Italie) pour la réflectométrie EUV fine sur un

large domaine spectral. Cela permet de mesurer et de modéliser les modifications structurelles et fonctionnelles de la structure.

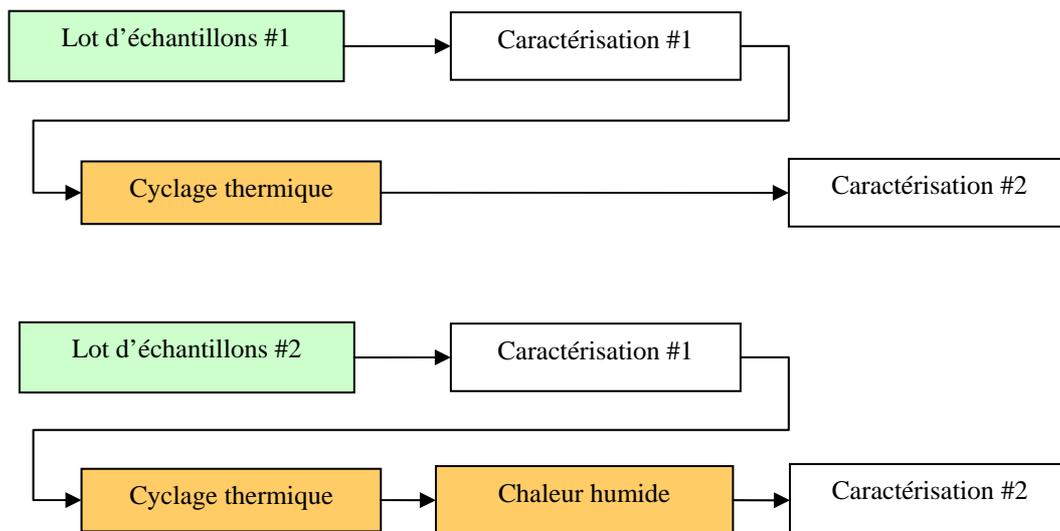
La partie observation est réalisée au CNES sous binoculaire et sous microscope interférométrique avant et après chaque passage dans une enceinte climatique. Cela permet d'observer les effets de pollution des différentes phases et les défauts éventuels qui apparaissent.



Figure 2.28 : Repérage des échantillons montés sur le support pour les tests de tenue à l'environnement climatique

Pour les phases de cyclage thermique et de chaleur humide les échantillons sont disposés sur le support et repérés par une photo cf. Figure 2.28. Le support est placé dans un bac lui-même déposé dans l'enceinte.

La synchronisation des campagnes est lourde à mettre en place en particulier pour les mesures de réflectométrie sur la ligne de mesure BEAR limitées à deux par an. Nous avons donc mis en place une variante qui requiert une étape de moins de caractérisation comme représentée sur la Figure 2.29. Cette version traite deux lots d'échantillons en parallèle dont l'un subira juste le cyclage thermique et le second lot le cyclage thermique et la chaleur humide. Cette version nécessite néanmoins deux fois plus d'échantillons pour une comparaison relative et non plus absolue des endommagements.



**Figure 2.29 : Diagramme de la séquence d'évaluation rapide des échantillons**

Lors de la réalisation de ces évaluations, nous avons constaté une forte pollution de surface des miroirs. Cette contamination reste en surface et semble provenir des polluants présents dans les étuves et au milieu des observations. Ce dernier point a été amélioré. La contamination principale reste celle des étuves qui ne sont pas dédiées uniquement aux optiques.

La description complète des expositions climatiques et des observations est disponible dans le document « Procédures expérimentales\_IO-CNES ».

### 2.3.3 Tenue à l'érosion ionique

Les sources EUV de laboratoire sont pour la plus part générées par des plasmas chauds issus de matériaux solides ou de gaz. Comme expliqué dans le chapitre 3, ces plasmas se caractérisent par une émission EUV mais aussi par une émission de rayonnement dans d'autres régions spectrales, d'ions et de débris neutres. Dans cette partie nous nous intéressons à l'effet des débris, en régime balistique, qui arrivent à la surface du miroir et érodent la structure multicouche. Dans les applications pour la Lithographie EUV, ce type d'érosion est un facteur d'endommagement majeur des optiques soumises aux sources plasma de haute énergie.

Les sources plasmas sont très différentes les unes des autres et possèdent des systèmes de protection contre les ions et particules rapides plus ou moins efficaces. Un domaine d'énergie représentatif est donc difficile à dégager comme le montre la Figure 2.30.

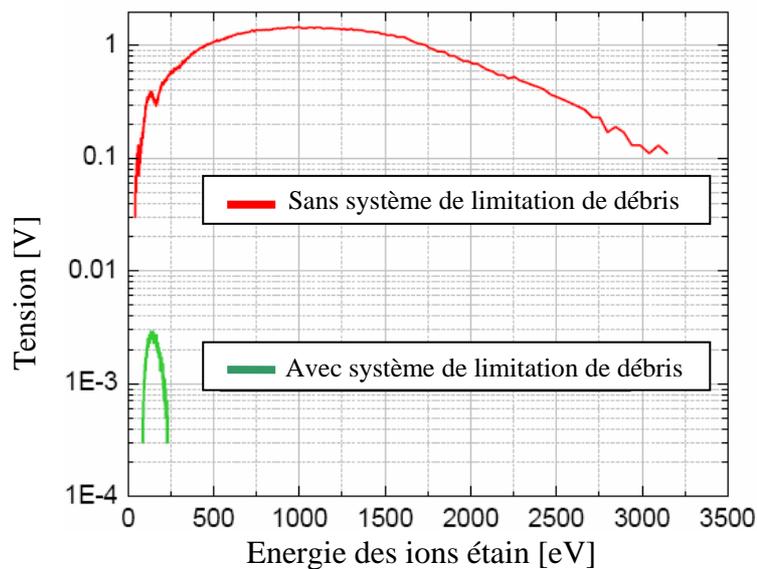


Figure 2.30 : Tension dans la coupe de Faraday en fonction de l'énergie des ions d'étain émis par une source plasma générée par laser avec et sans système de protection de contamination [20].

Nous avons décidé pour cette étude de fixer une énergie engendrant principalement de l'érosion et non de l'implantation. De plus cette énergie doit majorer l'énergie résiduelle après le système de protection, nous avons donc retenu une énergie de 700 eV.

Pour simuler les effets d'érosion, nous avons utilisé les bâtis d'érosion ionique de Sagem sur le site de Saint Pierre du Perray.

## **Principe du bâti d'usinage ionique**

L'usinage ionique est basé sur le principe d'enlèvement de matière par un procédé physique appelé pulvérisation ionique. La pulvérisation ionique consiste en l'éjection d'atomes ou de molécules d'une cible par suite d'un transfert d'énergie cinétique provenant d'ions énergétiques. Ceux-ci sont créés par un canon à ions travaillant sous vide selon un profil de faisceau connu qui est l'outil d'usinage. La maîtrise de l'usinage est assurée par le pilotage du positionnement et de la vitesse du faisceau d'ions qui scanne l'ensemble de la face optique à corriger.

La machine Usion 1.3 est représentée sur la Figure 2.31. L'enceinte est équipée d'un groupe de pompage pour obtenir une pression résiduelle de  $3.10^{-3}$  Pa ( $3.10^{-5}$  mbar). Le porte-substrat permet de supporter des composants face optique dirigée vers le bas, de dimensions maximales 1300 mm x 1300 mm et d'une masse maximale de 800 kg. Une platine porte-canon pilotée suivant 5 axes par une commande numérique permet un déplacement précis et reproductible du canon à ions sous la face optique à usiner.

Les ions Ar sont générés par un canon à ions avec filament dont la sortie est équipée d'une grille définissant la convergence du faisceau. Ce dernier est bien défini géométriquement, stable et reproductible. L'alimentation du canon et la pression d'Ar permet d'ajuster la densité et l'énergie des ions. Pour obtenir le régime balistique de l'érosion, le faisceau d'ions est neutralisé par un faisceau d'électrons avant qu'il atteigne la surface des échantillons.



Figure 2.31 : Photo du poste de commande et de l'enceinte de la machine Usion 1.3

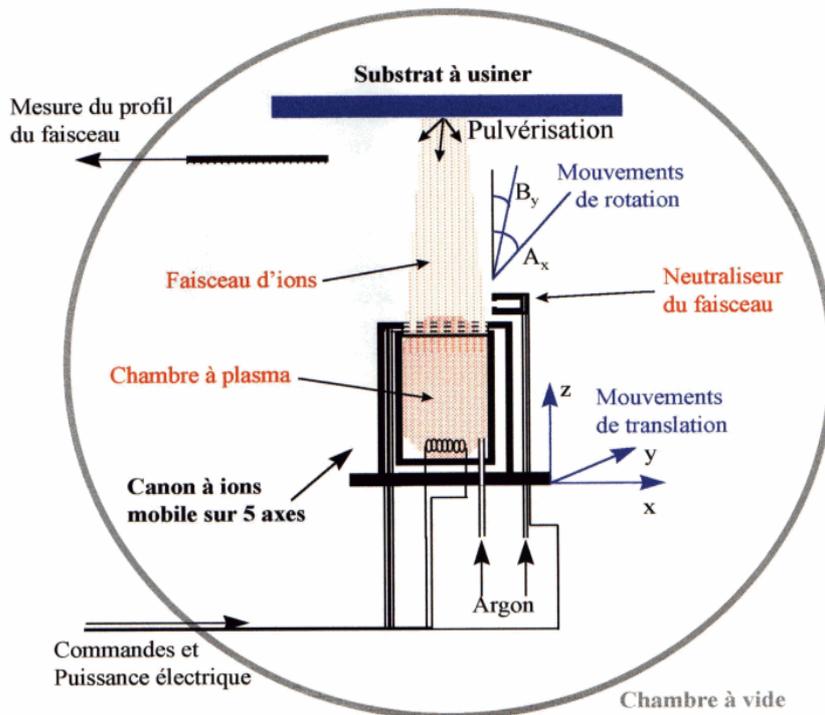


Figure 2.32 : Schéma de principe du bâti d'usinage ionique de la machine Usion 1.3

### Procédé d'érosion ionique d'une profondeur homogène

Les échantillons sont montés côte à côte sur un support et maintenus sur deux bords. Ce type de maintien crée deux zones d'épargne (non affectées par l'érosion) de référence.

Le profil retenu est large afin de permettre une bonne homogénéité d'érosion sur toute la surface. Celle-ci est améliorée par le calcul d'un balayage du canon à ions réalisant une répartition homogène de densité des ions sur toute la surface à éroder.

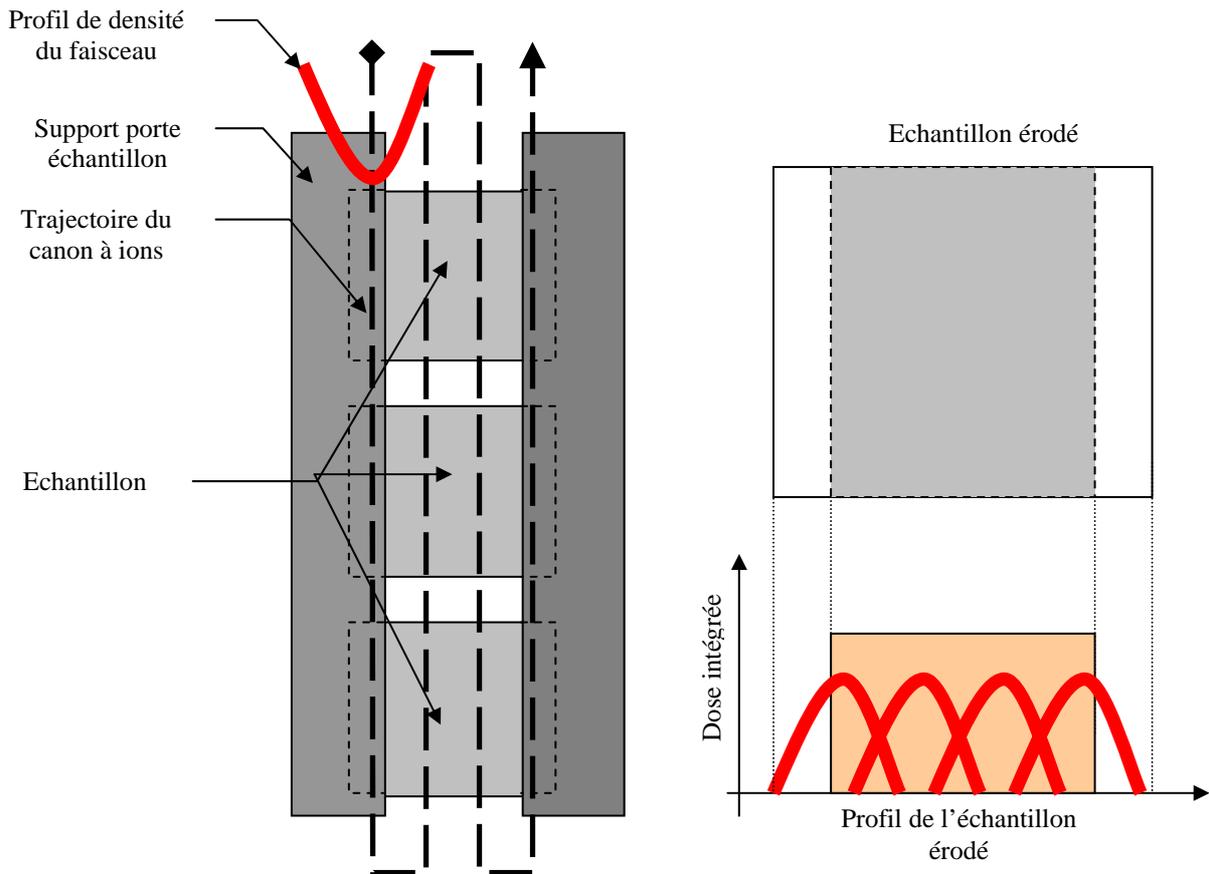


Figure 2.33 : Méthode d'érosion ionique homogène

### Procédé d'érosion ionique d'une profondeur en biseau

Les échantillons sont montés côte à côte sur un support et maintenus par deux bords. Ce type de maintien crée deux zones d'épargne de référence.

Le profil retenu est large afin d'utiliser le flanc du faisceau pour une érosion en biseau. Celle-ci est améliorée par le calcul d'un balayage du canon à ions réalisant une répartition linéaire de densité des ions sur le profil.

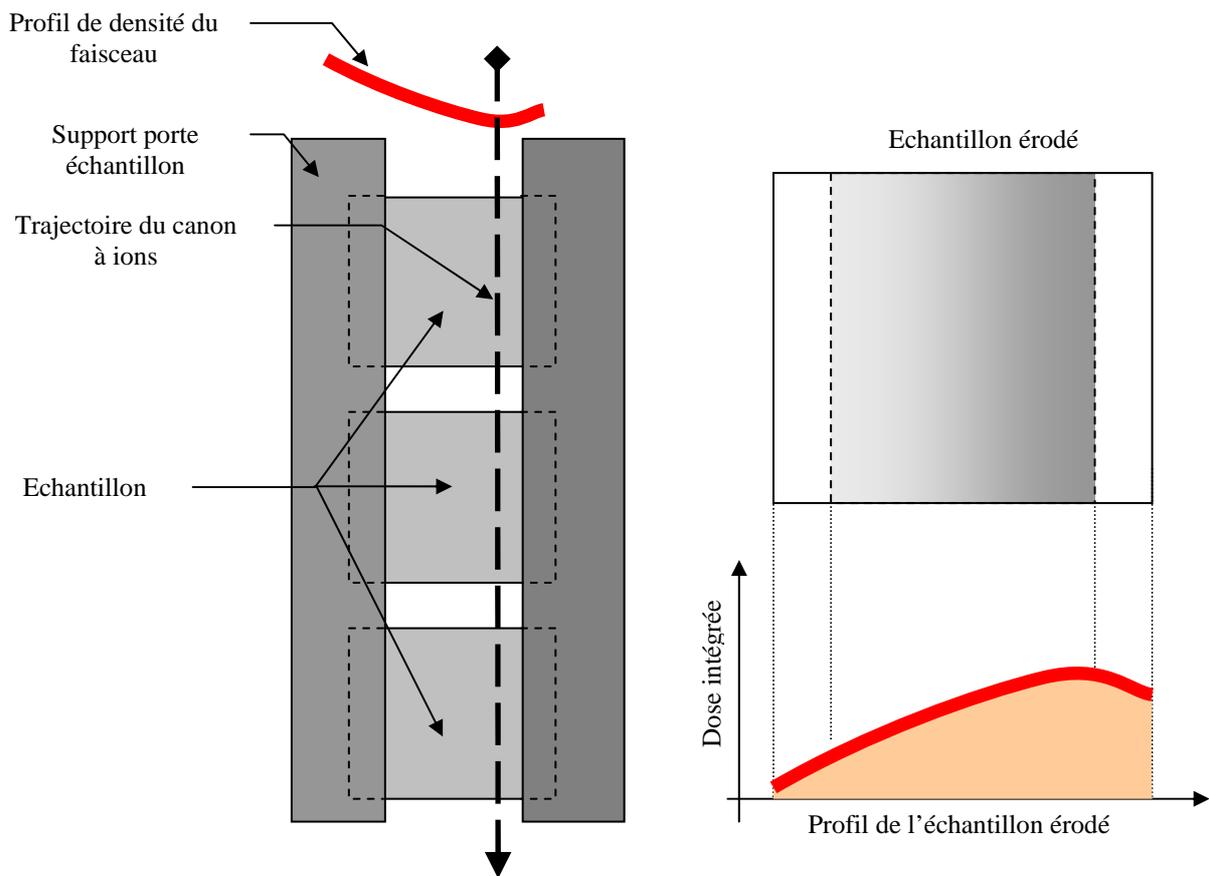


Figure 2.34 : Méthode d'érosion ionique en biseau

## **2.4 Bibliographie**

- [1] C. Hecquet, M. Roulliay, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, A. Hardouin, and M. Idir, "Réflectomètre à large spectre euv pour la métrologie d'optiques," in 8e Colloque sur les Sources cohérentes et incohérentes UV, VUV et X : Applications et développements récents VVF de Colleville-sur-Mer, France, 6-9 Juin 2006 (R. Moncorgé and J. Doualan, eds.), vol. 138, pp. 259–264, December 2006.
- [2] S. Nannarone, F. Borgatti, A. Deluisa, B. P. Doyle, G. C. Gazzadi, A. Giglia, P. Finetti, N. Mahne, L. Pasquali, M. Pedio, G. Selvaggi, G. Naletto, M. G. Pelizzo, and G. Tondello, "The bear beamline at elettra," in American Institute of Physics Conference Series (T. Warwick, J. Arthur, H. A. Padmore, and J. Stöhr, eds.), vol. 705 of American Institute of Physics Conference Series, pp. 450–453, May 2004.
- [3] P. Croce and B. Pardo, "Sur l'application des couches interférentielles a l'optique des rayons x et des neutrons," *Nouvelle Revue d'Optique Appliquée*, vol. 1, no. 4, pp. 229–232, 1970.
- [4] P. Croce, L. Nevot, and B. Pardo, "Contribution a l'étude des couches minces par réflexion spéculaire de rayons x," *Nouvelle Revue d'Optique Appliquée*, vol. 3, no. 1, pp. 37–50, 1972.
- [5] E. Gullikson, J. Underwood, P. Batson, and V. Nikitin, "A soft x-ray/euv reflectometer based on a laser produced plasma source," *J. X-Ray Sci. Technol*, vol. 3, 1992.
- [6] S. Mrowka, J. H. Underwood, E. M. Gullikson, and P. J. Batson, "Laser-produced plasma-based reflectometer for euv metrology," vol. 3997, pp. 819–822, SPIE, 2000.
- [7] D. L. Windt, "Imd - software for modeling the optical properties of multilayer films," *Computers in Physics*, vol. 12, p. 360, July/August 1998.
- [8] J. Gautier, *Etude et élaboration de revêtements multicouches pour l'optique extrême ultraviolet dans la gamme spectrale 30-50 nm*. PhD thesis, Université Paris Sud, Institut d'Optique, CNRS, 2005.
- [9] A. Hardouin, *Développement de composants optiques asphériques avec traitement de multicouches réfléchissantes pour l'analyse X*. PhD thesis, Institut d'optique - Université Paris Sud 11, 2007.
- [10] L. Nevot, B. Pardo, and J. Corno, "Characterization of x-uv multilayers by grazing incidence x-ray reflectometry," *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, vol. 23, pp. 1675–1686, 1988.
- [11] F. Borgatti, A. Deluisa, B. P. Doyle, A. Giglia, N. Mahne, L. Pasquali, M. Pedio, G. Selvaggi, S. Nannarone, G. Naletto, M. G. Pelizzo, and G. Tondello, "The new bear beamline : a short presentation," september 2003.
- [12] C. Wagner, W.M.Riggs, L.E.Davis, J.F.Moulder, and G.E.Mullenberg, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*. Perkin-Elmer Corp., Eden Prairie, MN, USA, 1979.
- [13] M.-F. Ravet, F. Bridou, X. Zhang-Song, A. Jerome, F. Delmotte, R. Mercier, M. Bougnet, P. Bouyries, and J.-P. Delaboudiniere, "Ion beam deposited mo/si multilayers for euv imaging applications in astrophysics," vol. 5250, pp. 99–108, SPIE, 2004.
- [14] P. Kearney and al., "Mask blanks for extreme ultraviolet lithography : ion beam sputter deposition of low defect density mo/si multilayer," *J.Vac. Sc. Tech. B*, vol. 15, pp. 2452–2454, 1997.
- [15] J.-P. Wuelser, J. R. Lemen, T. D. Tarbell, C. J. Wolfson, J. C. Cannon, B. A. Carpenter, D. W. Duncan, G. S. Gradwohl, S. B. Meyer, A. S. Moore, R. L. Navarro, J. D. Pearson, G. R. Rossi, L. A. Springer, R. A. Howard, J. D. Moses, J. S. Newmark, J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, F. Auchere, M. Bougnet, P. Bouyries, F. Bridou, J.-Y. Clotaire, G. Colas, F. Delmotte, A. Jerome, M. Lamare, R. Mercier, M. Mulot, M.-F. Ravet, X. Song, V. Bothmer, and W. Deutsch, "Euvi: the stereo-secchi extreme ultraviolet imager," vol. 5171, pp. 111–122, SPIE, 2004.
- [16] J. M. Defise, J. P. Halain, D. Berghmans, F. Denis, E. Mazy, T. Thibert, J. H. Lecat, P. Rochus, B. Nicula, A. D. Groof, J. F. Hochedez, U. Schühle, M. F. Ravet, and F. Delmotte, "Swap: a novel euv telescope for space weather," vol. 6689, p. 66890S, SPIE, 2007.
- [17] F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, J.-C. Leclec'h, F. Delmotte, and J. S. Newmark, "Hecor: a helium coronagraphy aboard the herschel sounding rocket," vol. 6689, p. 66890A, SPIE, 2007.

- [18] C. Montcalm, S. Bajt, P. B. Mirkarimi, E. A. Spiller, F. J. Weber, and J. A. Folta, "Multilayer reflective coatings for extreme-ultraviolet lithography," vol. 3331, pp. 42–51, SPIE, 1998.
- [19] M. Roulliay, "Mise en place et caractérisation d'un bâti de dépôt de couches minces," Master's thesis, Stage ingénieur CNAM, 2003.
- [20] D. C. Brandt, I. V. Fomenkov, N. R. Böwering, A. I. Ershov, W. N. Partlo, D. W. Myers, G. O. Vaschenko, O. Khodykin, A. N. Bykanov, J. R. Hoffman, C. P. Chrobak, J. A. Chavez, R. D. Simmons, and A. Hsu, "Lpp source development for hvm euv lithography," in 2007 International EUVL Symposium, Sapporo Japan (Sematech, ed.), vol. 8059 of International EUVL Symposium, pp. SO–06, 2007.
- [1] C. Hecquet, M. Roulliay, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, A. Hardouin, and M. Idir, "Réflectomètre à large spectre euv pour la métrologie d'optiques," in *8e Colloque sur les Sources cohérentes et incohérentes UV, VUV et X : Applications et développements récents VVF de Colleville-sur-Mer, France, 6-9 Juin 2006* (R. Moncorgé and J. Doualan, eds.), vol. 138, pp. 259–264, December 2006.
- [2] S. Nannarone, F. Borgatti, A. Deluisa, B. P. Doyle, G. C. Gazzadi, A. Giglia, P. Finetti, N. Mahne, L. Pasquali, M. Pedio, G. Selvaggi, G. Naletto, M. G. Pelizzo, and G. Tondello, "The bear beamline at elettra," in *American Institute of Physics Conference Series* (T. Warwick, J. Arthur, H. A. Padmore, and J. Stöhr, eds.), vol. 705 of *American Institute of Physics Conference Series*, pp. 450–453, May 2004.
- [3] P. Croce, L. Nevot, and B. Pardo, "Contribution a l'étude des couches minces par réflexion spéculaire de rayons x," *Nouvelle Revue d'Optique Appliquée*, vol. 3, no. 1, pp. 37–50, 1972.
- [4] P. Croce and B. Pardo, "Sur l'application des couches interférentielles a l'optique des rayons x et des neutrons," *Nouvelle Revue d'Optique Appliquée*, vol. 1, no. 4, pp. 229–232, 1970.
- [5] E. Gullikson, J. Underwood, P. Batson, and V. Nikitin, "A soft x-ray/euv reflectometer based on a laser produced plasma source," *J. X-Ray Sci. Technol*, vol. 3, 1992.
- [6] S. Mrowka, J. H. Underwood, E. M. Gullikson, and P. J. Batson, "Laser-produced plasma-based reflectometer for euv metrology," vol. 3997, pp. 819–822, SPIE, 2000.
- [7] D. L. Windt, "Imd - software for modeling the optical properties of multilayer films," *Computers in Physics*, vol. 12, p. 360, July/August 1998.
- [8] J. Gautier, *Etude et élaboration de revêtements multicouches pour l'optique extrême ultraviolet dans la gamme spectrale 30-50 nm*. PhD thesis, Université Paris Sud, Institut d'Optique, CNRS, 2005.
- [9] A. Hardouin, *Développement de composants optiques asphériques avec traitement de multicouches réfléchives pour l'analyse X*. PhD thesis, Institut d'optique - Université Paris Sud 11, 2007.
- [10] L. Nevot, B. Pardo, and J. Corno, "Characterization of x-uv multilayers by grazing incidence x-ray reflectometry," *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, vol. 23, pp. 1675–1686, 1988.
- [11] F. Borgatti, A. Deluisa, B. P. Doyle, A. Giglia, N. Mahne, L. Pasquali, M. Pedio, G. Selvaggi, S. Nannarone, G. Naletto, M. G. Pelizzo, and G. Tondello, "The new bear beamline : a short presentation," september 2003.
- [12] C. Wagner, W.M.Riggs, L.E.Davis, J.F.Moulder, and G.E.Mullenberg, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*. Perkin-Elmer Corp., Eden Prairie, MN, USA, 1979.
- [13] M.-F. Ravet, F. Bridou, X. Zhang-Song, A. Jerome, F. Delmotte, R. Mercier, M. Bougnet, P. Bouyries, and J.-P. Delaboudiniere, "Ion beam deposited mo/si multilayers for euv imaging applications in astrophysics," vol. 5250, pp. 99–108, SPIE, 2004.
- [14] P. Kearney and al., "Mask blanks for extreme ultraviolet lithography : ion beam sputter deposition of low defect density mo/si multilayer," *J.Vac. Sc. Tech. B*, vol. 15, pp. 2452–2454, 1997.
- [15] J.-P. Wuelser, J. R. Lemen, T. D. Tarbell, C. J. Wolfson, J. C. Cannon, B. A. Carpenter, D. W. Duncan, G. S. Gradwohl, S. B. Meyer, A. S. Moore, R. L. Navarro, J. D. Pearson, G. R. Rossi, L. A. Springer, R. A. Howard, J. D. Moses, J. S. Newmark, J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, F. Auchere, M. Bougnet, P. Bouyries, F. Bridou, J.-Y. Clotaire, G. Colas, F. Delmotte, A. Jerome, M. Lamare, R. Mercier, M. Mullot, M.-F. Ravet, X. Song, V. Bothmer, and W. Deutsch, "Euvi: the stereo-secchi extreme ultraviolet imager," vol. 5171, pp. 111–122, SPIE, 2004.

- [16] J. M. Defise, J. P. Halain, D. Berghmans, F. Denis, E. Mazy, T. Thibert, J. H. Lecat, P. Rochus, B. Nicula, A. D. Groof, J. F. Hochedez, U. Schühle, M. F. Ravet, and F. Delmotte, "Swap: a novel euv telescope for space weather," vol. 6689, p. 66890S, SPIE, 2007.
- [17] F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, J.-C. Leclec'h, F. Delmotte, and J. S. Newmark, "Hecor: a helium coronagraphy aboard the herschel sounding rocket," vol. 6689, p. 66890A, SPIE, 2007.
- [18] C. Montcalm, S. Bajt, P. B. Mirkarimi, E. A. Spiller, F. J. Weber, and J. A. Folta, "Multilayer reflective coatings for extreme-ultraviolet lithography," vol. 3331, pp. 42–51, SPIE, 1998.
- [19] M. Roulliay, "Mise en place et caractérisation d'un bâti de dépôt de couches minces," Master's thesis, Stage ingénieur CNAM, 2003.
- [20] D. C. Brandt, I. V. Fomenkov, N. R. Böwering, A. I. Ershov, W. N. Partlo, D. W. Myers, G. O. Vaschenko, O. Khodykin, A. N. Bykanov, J. R. Hoffman, C. P. Chrobak, J. A. Chavez, R. D. Simmons, and A. Hsu, "Lpp source development for hvm euv lithography," in *2007 International EUVL Symposium, Sapporo Japan* (Sematech, ed.), vol. 8059 of *International EUVL Symposium*, pp. SO–06, 2007.

# 3 Multicouches pour les collecteurs de sources plasmas générées par laser

---

Le troisième chapitre est dédié à l'étude des miroirs de collection pour les sources EUV de forte puissance. Nous ferons un bilan sur l'environnement "hostile" généré par les plasmas ; puis présenterons les différentes solutions proposées pour améliorer la stabilité des revêtements vis-à-vis des effets de l'environnement climatique, de la résistance à l'érosion ionique et de la stabilité sur de longues durées à des températures de 400°C et 500°C. Nous étudierons tout particulièrement l'influence de l'ajout de couches de carbure de bore ( $B_4C$ ) et de carbure de silicium (SiC) dans la multicouche périodique en silicium amorphe - molybdène (a-Si/Mo).

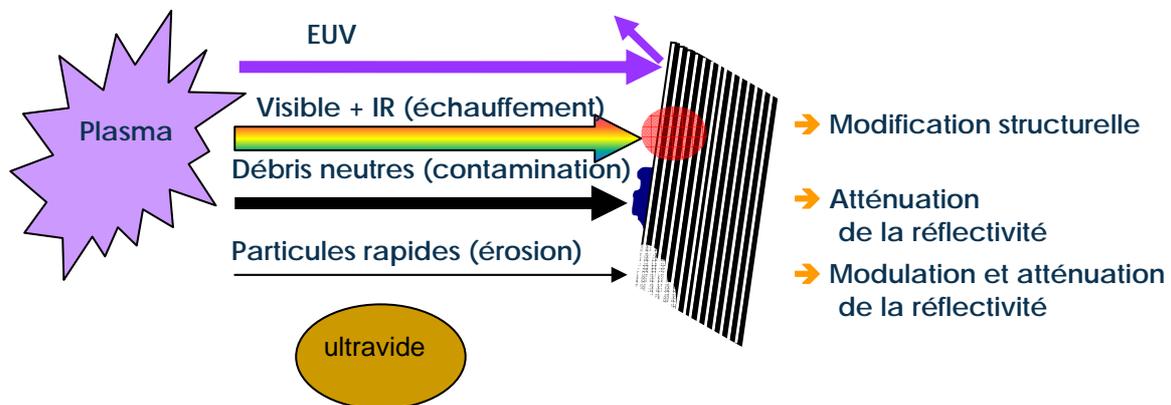


Figure 3.1 : Principaux facteurs influençant la réflectivité d'un miroir multicouche.

<b>3</b>	<b><i>Multicouches pour les collecteurs de sources plasmas générées par laser</i></b>	<b>113</b>
<b>3.1</b>	<b>Conception &amp; réalisation</b>	<b>118</b>
3.1.1	Choix du matériau barrière	120
3.1.2	Conception	123
	Familles d'étude comparative pour les collecteurs refroidis	123
	Echantillons réalisés	127
<b>3.2</b>	<b>Etude de la résistance à l'environnement</b>	<b>128</b>
<b>3.3</b>	<b>Étude de la résistance à l'érosion ionique</b>	<b>130</b>
3.3.1	Simulation	131
3.3.2	Vitesse d'érosion ionique	133
3.3.3	Érosion ionique en biseau	136
3.3.4	Conclusion	140
<b>3.4</b>	<b>Étude de la stabilité en température</b>	<b>141</b>
3.4.1	Etude pour les collecteurs pour les basses températures	142
3.4.2	Etude pour les collecteurs chauds	144
	Optimisation et réalisation des structures à barrières	145
	Résultats expérimentaux et analyse	150
<b>3.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>160</b>
<b>3.6</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>163</b>

Les nouvelles générations de source plasma laser EUV pour la photolithographie à  $\lambda = 13.5$  nm permettent d'obtenir des puissances de plus de  $1000 \text{ W}/2\pi.\text{sr}$ . Les traitements réfléchissants des optiques de collection du flux lumineux sont actuellement un facteur limitant pour les performances et la durée de vie de ces sources.

Les principaux problèmes à résoudre sont représentés sur la Figure 3.1. Par ordre croissant d'importance d'influence sur la réflectivité, nous pouvons citer la contamination surfacique des miroirs multicouches par les débris des matériaux de la cible (Sn ou Li dans notre étude) qui absorbent le rayonnement EUV, l'érosion par les particules rapides de la structure multicouche qui module la réflectivité puis l'atténue et enfin l'absorption sous forme thermique du rayonnement non utile EUV, visible et IR, par la multicouche qui modifie la structure physico chimique des couches et des interfaces. L'érosion par les particules rapides ne peut être vue comme un moyen de nettoyage des dépôts sur la surface car les particules insèrent aussi de la pollution tout en enlevant un peu de matière en surface.

La Figure 3.2 représente l'influence d'un dépôt d'étain à la surface d'un miroir [a-Si/Mo]. Une épaisseur de seulement 4,5 nm d'étain diminue la réflectivité de moitié ; de plus on observe que la position du maximum de réflectivité  $\lambda_{\text{Max}}$  fluctue de  $\pm 0.1$  nm et la largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda$  de  $\pm 0.04$  nm en fonction de l'épaisseur d'étain déposée. En parallèle à ce phénomène, l'érosion due aux particules rapides limite cette croissance de pollution mais érode aussi les couches de l'empilement multicouche du miroir. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, chaque couche apporte sa contribution à la réflectivité et l'érosion d'une couche modifie très légèrement la réflectivité totale de l'empilement. Si le nombre de couches diminue, donc l'épaisseur totale de l'empilement, en deçà de la profondeur de pénétration du rayonnement, alors la réflectivité chute définitivement.

A chaque technologie de source est associée une technique de limitation de contamination mais aussi une technique de nettoyage des revêtements, dans le . Une des solutions consiste à limiter les dépôts de matériaux polluants sur la surface des miroirs en chauffant ces miroirs à des températures supérieures à  $400^\circ\text{C}$ .

La structure [Mo/a-Si] est peu affectée jusqu'à une température de  $200^\circ\text{C}$  sur des durées d'environ 1h de recuit [1-5]. De précédentes études [6-11] ont montré que l'ajout de "barrières antidiffusion" en matériaux carbonés ( $\text{B}_4\text{C}$ , C, a-SiC,  $\text{Mo}_2\text{C}$ ) entre chacune des couches minces de Molybdène et de Silicium procurent un lissage des interfaces [12] et une meilleure stabilité thermique de l'empilement multicouches. De plus, ces matériaux présentent

une vitesse d'érosion plus faible que le Mo ou le Si ce qui permet d'augmenter la durée de vie des revêtements en conditions extrêmes.

L'objectif de notre étude est de déterminer les épaisseurs optimales de couches barrières aux deux interfaces afin d'obtenir un miroir EUV résistant à des températures élevées en utilisation prolongée et présentant une meilleure résistance à l'érosion ionique que le revêtement [a-Si/Mo].

L'étude des matériaux barrières portera sur le carbure de silicium amorphe a-SiC et le carbure de bore B<sub>4</sub>C qui sont les matériaux maîtrisés pour le dépôt par pulvérisation ionique et par pulvérisation cathodique magnétron, et qui sont les plus prometteurs comme couche d'interface. D'autre part, les publications [4, 5] et l'expérience de l'équipe ont montré de bons compromis entre la réflectivité EUV et la tenue en température. Enfin, ces matériaux ont une vitesse de pulvérisation plus lente que Mo/Si lors de la réalisation, on peut donc espérer une meilleure résistance à l'érosion.

Dans un premier temps, nous nous interrogerons sur la structure et sa conception des échantillons à réaliser, puis présenterons les différentes familles réalisées. Puis dans une seconde partie, nous étudierons les effets de l'environnement en température et de la chaleur humide sur les structures. Dans une troisième partie, nous étudierons les effets de l'érosion ionique sur les couches minces et les structures multicouches. Enfin, dans la quatrième partie, nous étudierons l'influence des barrières sur la stabilité à haute température des miroirs multicouches.

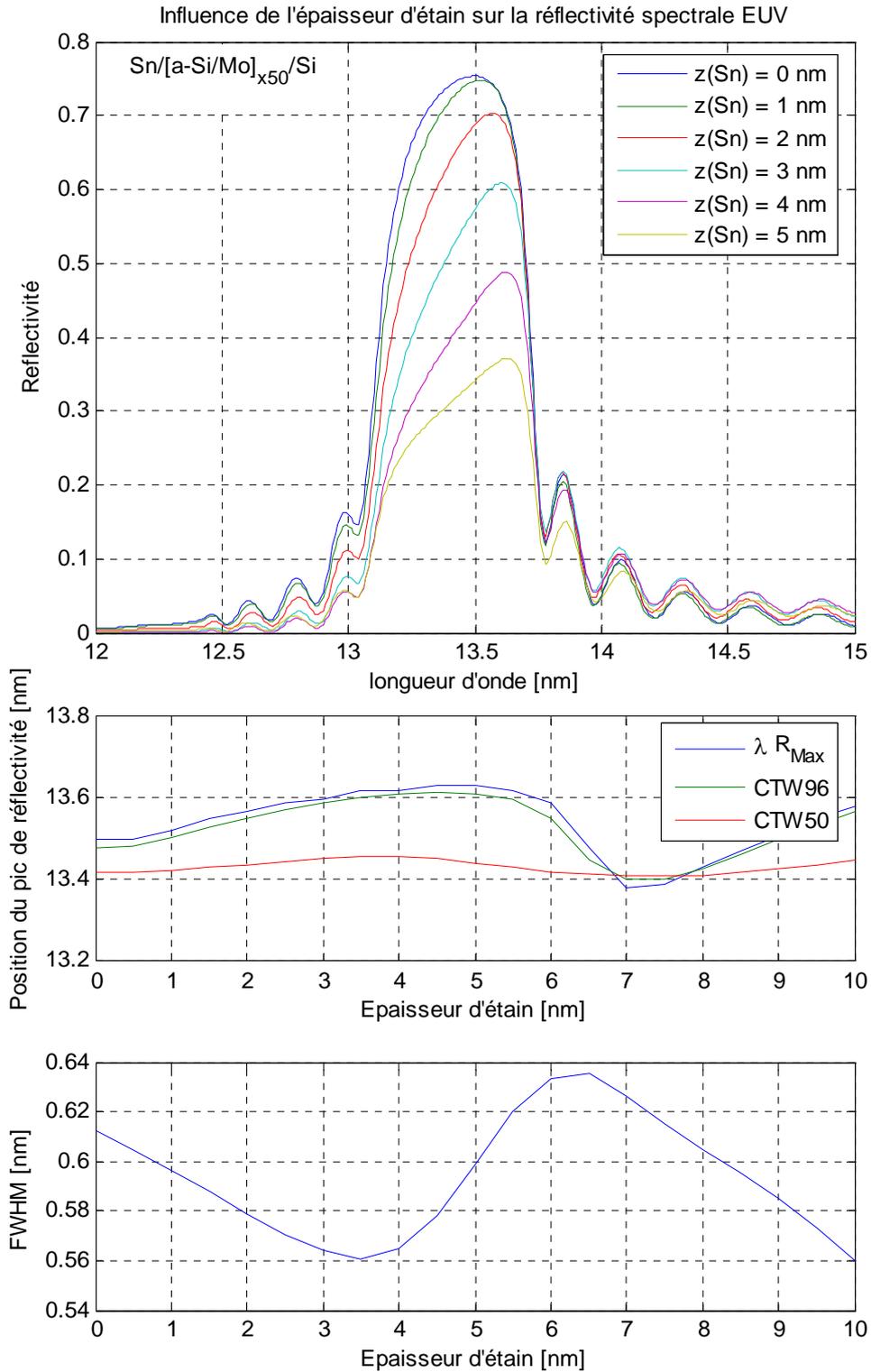


Figure 3.2 : Simulation de l'influence d'une couche de Sn de surface sur la réponse spectrale du miroir [Mo/a-Si]

### **3.1 Conception & réalisation**

Comme nous l'avons vu précédemment, la structure multicouche [Mo/a-Si] permet l'obtention des meilleures performances à 13,5 nm. Le diagramme de phase Mo-Si indique que différents composés sont susceptibles de se former. Les interfaces Mo/a-Si sont un mélange de composés de type  $\text{Mo}_x\text{Si}_y$ . La présence de ce mélange aux interfaces Mo/a-Si a pour effet de diminuer le contraste d'indice et par conséquent le pouvoir réflecteur de la multicouche. Lorsque l'on chauffe la structure, les deux matériaux tendent à s'équilibrer en formant plus de siliciures aux interfaces qui sont plus denses et présentent des cristallisations. Ceci a pour effet de diminuer le contraste aux interfaces et donc de diminuer le pouvoir réflecteur.

La formation de cette interface est accompagnée par une contraction de la période de la bicouche, puisque la densité du composé de Si et de Mo est plus élevée que la moyenne pondérée de la densité du composé formé. Etant donné que la longueur d'onde d'utilisation des miroirs multicouches dépend de leur période, il est important que les interfaces soient les plus stables possibles afin de ne pas induire un décalage en longueur d'onde sur le pic de réflectivité.

Il peut alors être nécessaire d'ajouter une couche interfaciale de matériau, lors du procédé de dépôt, pour éviter cette contraction. L'idée est de limiter l'interdiffusion du Mo et du Si en utilisant un troisième matériau, très stable thermodynamiquement, agissant comme une barrière, et lequel serait transparent aux radiations EUV.

Cette idée fut aussi utilisée afin d'améliorer la stabilité thermique des multicouches [13]. En effet, lors de leur utilisation, nous avons vu que la puissance des sources est partiellement absorbée par les revêtements multicouches. Leur résistance à la chaleur est alors un facteur important à considérer quant à la fiabilité de leurs performances. Du fait des méthodes de dépôt des miroirs multicouches, les matériaux composites qui les composent, et dont les périodes sont de l'ordre de grandeur du nm, sont hors d'équilibre thermodynamique. Ils ne sont alors pas stables à température élevée, spécialement dans le cas du système Mo/Si en raison du phénomène d'interdiffusion. Le matériau barrière à considérer doit alors avoir un point de fusion élevé, ce qui est le critère de sa stabilité.

L'insertion d'une couche barrière dans le système Mo/Si a aussi un autre intérêt, loin d'être négligeable pour l'application souhaitée. En effet, elle permet de diminuer les contraintes résiduelles des multicouches. De trop fortes contraintes internes peuvent entraîner

une déformation du substrat, voire même le décollement de la multicouche. Globalement, le système Mo/Si est généralement en compression. L'idée est de rajouter un matériau barrière dont la contrainte est en tension, et donc de compenser les contraintes internes de la multicouche.

La structure multicouche [a-Si/Mo] dans laquelle on introduit des couches barrières d'un matériau X aux 2 interfaces est définie sur la Figure 3.3. Par la suite nous utiliserons le paramètre  $\eta$  défini par l'équation (3.1) pour exprimer le rapport d'épaisseur entre les 2 barrières. Pour la couche de surface, en contact avec l'air, il est important de terminer par le matériau le moins pénalisant pour la réflectivité, en particulier en prenant en compte son type d'oxydation à l'air.

$$\eta = \frac{X_{Mo/a-Si} (1)}{X_{Mo/a-Si} (1) + X_{a-Si/Mo} (2)} \quad (3.1)$$

Dans notre étude, on préfère terminer par une couche de a-Si qui s'oxyde et génère une couche passivante de protection bien connue d'environ 2,5 nm de a-SiO<sub>2</sub> pour 1,2 nm de a-Si déposé.

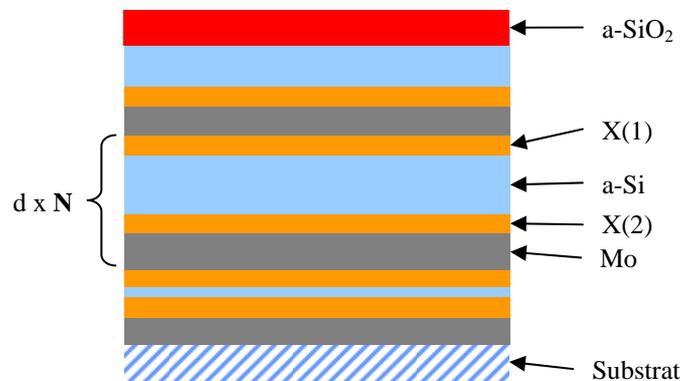


Figure 3.3 : Définition de la structure multicouche avec un matériau barrière X

### **3.1.1 Choix du matériau barrière**

Comme nous l'avons vu précédemment, la résistance à la température est améliorée en introduisant aux interfaces des matériaux qui limitent la formation de composé de type  $\text{Mo}_x\text{Si}_y$  [6, 14] et dont l'interdiffusion avec le Mo ou le a-Si est moins pénalisante.

Afin de choisir un matériau barrière répondant à nos différentes spécifications, il a été nécessaire de faire une recherche dans la littérature sur l'état de l'art actuel des couches interfaciales dans les multicouches Mo/Si. Différents matériaux ont en effet été étudiés, et l'un d'entre eux nous paraît être assez prometteur. Les résultats de la recherche sont présentés dans le Tableau 3.1 ci-après.

Les principaux matériaux étudiés dans la bibliographie sont carbure de molybdène  $\text{Mo}_2\text{C}$ , le carbure de bore  $\text{B}_4\text{C}$ , le carbure silicium SiC et le carbone C.  $\text{Mo}_2\text{C}$  a montré de bonnes performances [15, 16]. L'utilisation de couches interfaciales de  $\text{B}_4\text{C}$  est protégée par des brevets aux USA. Le carbone est particulièrement polluant dans les bâtis de dépôt. De plus a-SiC a déjà montré de bonnes performances dans des études concernant des couches barrières menées précédemment au sein du laboratoire. A-SiC est donc retenu pour la suite de l'étude comme matériau barrière. Il est inséré aux 2 interfaces de la structure comme montré sur la Figure 3.3.

**Tableau 3.1 : Tableau récapitulatif des avantages et inconvénients des différents matériaux utilisés en tant que couches barrières dans le système Mo/Si**

Matériaux	Avantages	Inconvénients
B <sub>4</sub> C [6, 11, 17-19]	augmente la réflectivité R limite l'interdiffusion du Mo et du Si ⇒ limite la contraction de période transparent à l'EUV retarde la cristallisation du Mo (2,2 nm au lieu de 2 nm) augmente la stabilité thermique de la multicouche ⇒ augmente la résistance à la température	réduit la formation de siliciures (MoSi <sub>2</sub> ) aux interfaces mais ne l'empêche pas complètement le B <sub>4</sub> C en tant que couche barrière dans le système Mo/Si est déjà breveté
C [8, 13, 20]	limite la perte en réflectivité R limite l'interdiffusion du Mo et du Si ⇒ limite plus la contraction de période que le B <sub>4</sub> C quand il est à l'interface Mo sur Si retarde la cristallisation du Mo (le seuil de cristallisation est de 2,45 nm au lieu de 2 nm) augmente la stabilité thermique de la multicouche ⇒ augmente la résistance à la température diminue les contraintes internes la taille des cristallites de Mo sont plus petites dans le système Mo/Si/C que dans le système Mo/Si ⇒ moins de rugosité aux interfaces	réduit la formation de siliciures (MoSi <sub>2</sub> ) aux interfaces mais ne l'empêche pas complètement
Ag [20]	en théorie : l'argent est un matériau noble ⇒ faible réactivité chimique ⇒ doit améliorer la qualité des interfaces et donc la réflectivité	expérimentalement : croissance en îlots ⇒ couches peu denses ⇒ augmente la rugosité aux interfaces ⇒ diminue fortement la réflectivité ne réduit pas l'interdiffusion du Mo et du Si
Ru [20, 21]	pour le système Mo/Ru/Si : la réflectivité est élevée quelque soit l'épaisseur de la couche de Ru car fort contraste d'indice Le Ru améliore le système Mo/Si mais moins bien que le C ou le B <sub>4</sub> C	Pour les systèmes Si/Ru/Mo/Ru et Si/Ru/Mo : la réflectivité diminue lorsque l'épaisseur de la couche de Ru augmente
SiO <sub>2</sub> [9]	augmente la stabilité thermique de la multicouche ⇒ augmente la résistance à la température	le SiO <sub>2</sub> est absorbant ⇒ son insertion dans le système Mo/Si diminue fortement la réflectivité
Mo <sub>2</sub> C [15, 22]	augmente la stabilité thermique de la multicouche ⇒ augmente la résistance à la température	
SiC [4, 10, 23]	l'état de liaison du C du SiC d'une multicouche recuite est plus stable que celui d'une multicouche non recuite ⇒ augmente la stabilité thermique de la multicouche ⇒ augmente la résistance à la température contrairement aux autres matériaux, le SiC ne diminue pas la réflectivité calculée par simulation des interfaces imparfaites, par rapport au système Mo/Si seul	peu étudié au début de l'étude
SiN <sub>x</sub>	diminue peu la réflectivité calculée par simulation des interfaces imparfaites, par rapport au système Mo/Si seul plus stable en température que le C et le SiC	peu étudié

La Figure 3.4 représente les indices complexes des différents matériaux cités précédemment. Ag qui a une trop forte absorption a été éliminé de fait.

Le choix des meilleurs matériaux améliorant le pouvoir réflecteur a été publié précédemment [24]. Le meilleur choix serait d'utiliser un matériau différent pour chacune des 2 interfaces dont les indices dans le plan complexe se trouve de part et d'autre de la droite passant par les indices du Mo et a-Si avec une maximisation du contraste d'indice  $\delta(\lambda)$  et une minimisation de l'absorption (élimination du Ru, a-SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Dans notre étude, nous désirons utiliser un seul matériau pour simplifier la réalisation.

La sélection se résume alors à 3 matériaux : a-SiC, B<sub>4</sub>C et MoSi<sub>2</sub>. Pour le dernier composé, nous savons qu'il se forme naturellement aux interfaces des structures [Mo/a-Si] et que sa concentration augmente lorsque l'on chauffe la multicouche, sa présence est donc indésirable. Il ne reste alors que les composés carbonés a-SiC et B<sub>4</sub>C. Le cas du Mo<sub>2</sub>C (non maîtrisé) et du a-C (génération de pollution dans le bâti de dépôt) n'ont pas été retenus pour cette étude.

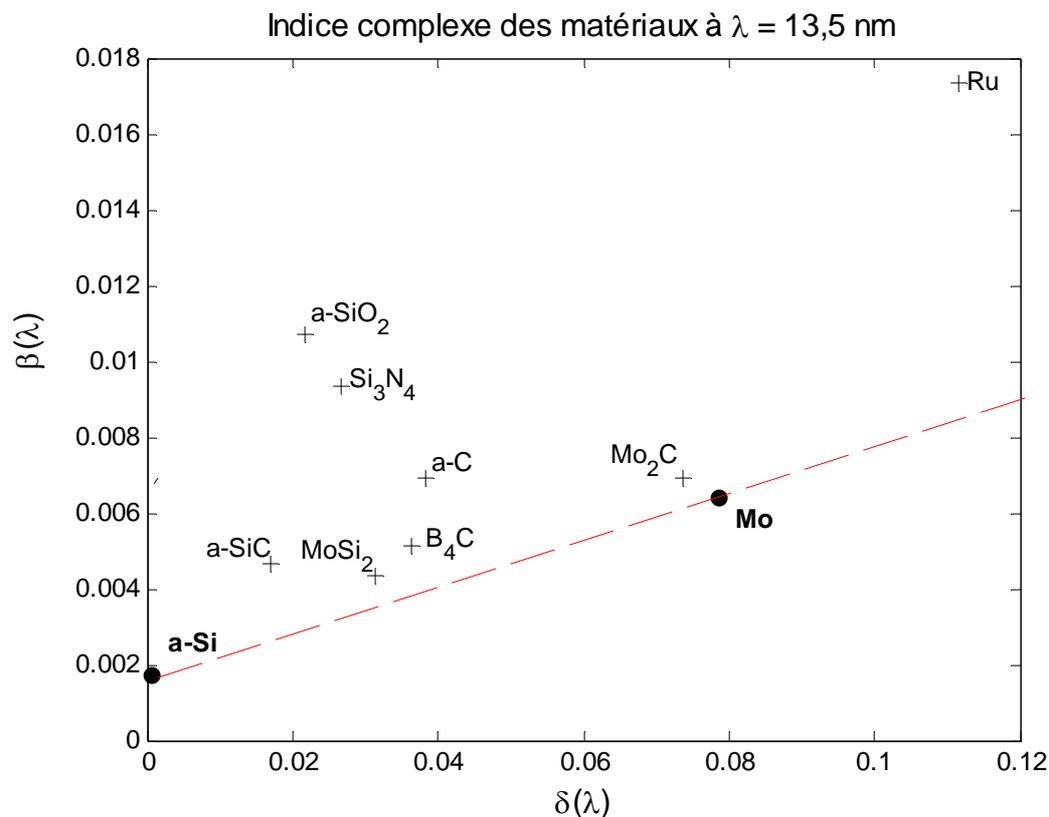


Figure 3.4 : Indice complexe des matériaux Mo, a-Si ainsi que tous les matériaux barrières potentiels déposables par nos moyens de dépôts pour une longueur d'onde de  $\lambda = 13,5$  nm

Nous avons optimisé et déposé plusieurs empilements multicouches [Mo/X/a-Si/X], où X = a-SiC ou B<sub>4</sub>C, en faisant varier les épaisseurs respectives du matériau X aux deux interfaces. Ces différents types d'empilements ont ensuite été utilisés pour les expériences présentées ci-après. Dans un premier temps nous définirons les différentes familles d'échantillons à optimiser puis nous décrirons leur réalisation.

### **3.1.2 Conception**

Dans cette phase de conception, il faut conserver en mémoire le fait que les optiques de collection sont directement exposées au bombardement ionique du aux débris du plasma. Donc malgré l'amélioration des protections contre les débris, il existera une érosion continue de la structure multicouche. De ce fait, la durée de vie de l'optique sera fixée par le nombre de couches sacrificielles et sa capacité à conserver sa forme structurelle, sachant que l'érosion génère de la rugosité. La structure finale choisie pour un prototype résultera du meilleur compromis entre le nombre de périodes et la rugosité additive.

Par ailleurs, la réflectivité à 13,5 nm doit être constante ou peu variable lorsque la multicouche est érodée. Les structures périodiques ont un comportement reproductible tant que le nombre de période est supérieur à la profondeur de pénétration du rayonnement (NO<sub>Optim</sub> défini au §1.2.1.). Les structures apériodiques sont donc à proscrire pour ce type d'utilisation. L'influence d'une érosion pure sur la réflectivité de la structure est présenté dans la partie 3.3.

La conception a consisté à choisir un type de structure ayant une réflectivité élevée (plus de 60%) et performante à 13,5 nm sous un angle d'incidence de 10°. L'objectif étant d'évaluer les performances des matériaux barrières, une série d'échantillons d'un empilement connu en [a-Si/Mo] est réalisée. Ceci permet de comparer de façon relative l'évolution des échantillons.

### **Familles d'étude comparative pour les collecteurs refroidis**

Nous sommes partis d'une étude sur les couches barrières en a-SiC [4, 5] pour la tenue à haute température (200 °C à 500 °C) pendant 1 heure sous balayage d'Ar. Différentes épaisseurs de barrières symétriques, furent étudiées.

Les résultats de cette étude en température sont reportés sur la Figure 3.5. Tout comme l'indique la Figure 3.5 ci-dessus, le système Mo/Si est stable jusqu'à 200 °C. A partir de

300°C, le Mo et le a-Si diffusent et le système subit alors une contraction de période assez importante (plus de 12% à 400 °C). Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans la littérature [13]. En effet, le Mo et le Si forment un composé (siliciure cristallisé) plus dense que le Mo ou le a-Si, ce qui rend la période totale de la multicouche plus petite qu'initialement.

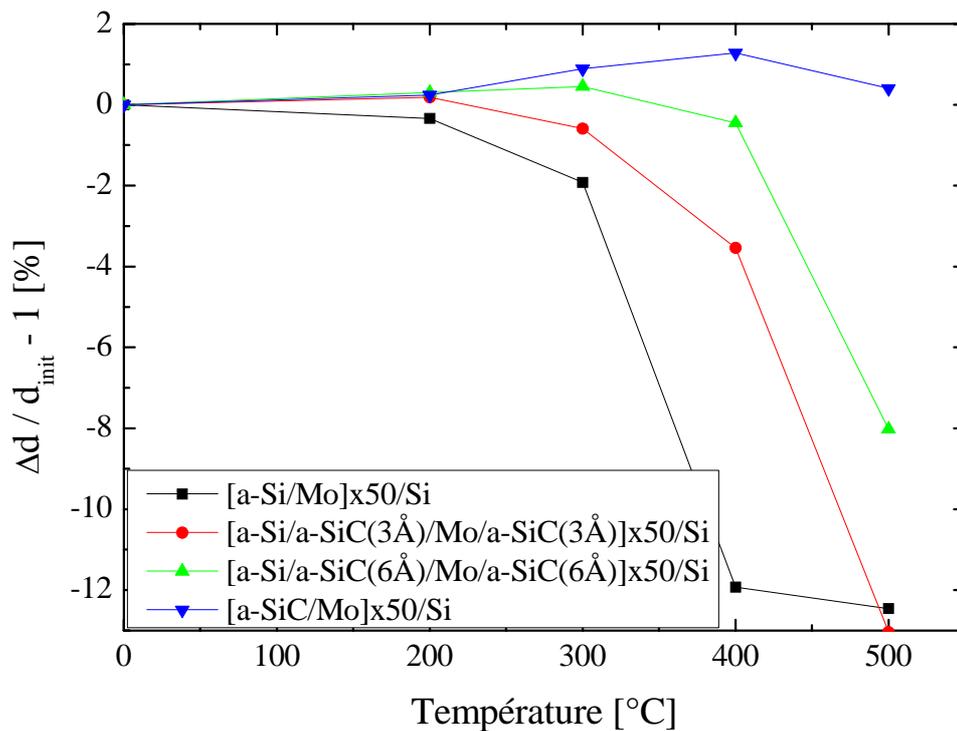


Figure 3.5 : Influence de la température de recuit sur la variation de période normalisée, pour différentes multicouches.

L'insertion de a-SiC comme matériau barrière aux interfaces du système Mo/a-Si paraît être une bonne solution pour limiter la contraction de période lorsque les multicouches sont soumises à un flux de chaleur important. Avec l'insertion de 0,3 nm de a-SiC aux interfaces, la stabilité du système Mo/a-Si est nettement améliorée, et d'autant plus avec 0,6 nm, qui rend le système quasiment stable jusqu'à 400 °C. Le système Mo/a-SiC confirme bien que a-SiC est un composé bien plus stable thermiquement que Si, puisque sa période peut être considérée comme quasi constante jusqu'à 500 °C.

De plus, en comparant ces résultats à ceux obtenus dans la littérature [13] pour 0,6 nm de C aux interfaces Mo/a-Si, a-SiC est tout aussi performant voire meilleur pour des températures inférieures à 400 °C.

Pour les besoins de notre étude nous avons décidé de travailler avec des structures stables à 300 °C tout en maximisant le pic de réflectivité centré autour de 13.5 nm à  $\pm 0.5$  nm. Plusieurs expériences étant prévues pour ces empilements, nous avons décidé de concevoir des familles d'échantillons (cf. chapitre 2). La dispersion sur la position du pic de réflectivité en longueur d'onde des échantillons d'un même lot doit être meilleure que 1%.

En di-symétrisant les épaisseurs de barrière aux interfaces Mo/a-Si (0,6 nm) et a-Si/Mo (0,3 nm), nous avons augmenté la réflectivité. La couche de surface, déposée en dernier, est optimisée individuellement.

A partir de la constatation et des études précédentes sur les interfaces, nous avons augmenté l'épaisseur de la barrière à l'interface Mo/a-Si, ce qui, à épaisseur totale de matériau barrière (a-SiC ou B<sub>4</sub>C) équivalent, permet d'augmenter la réflectivité par rapport au cas de deux barrières égales (cf. influence de  $\eta$  dans la Figure 3.20). Dans la structure finale, l'épaisseur du matériau barrière à l'interface Mo/a-Si sera de 0,6 nm et de 0,3 nm pour l'interface a-Si/Mo.

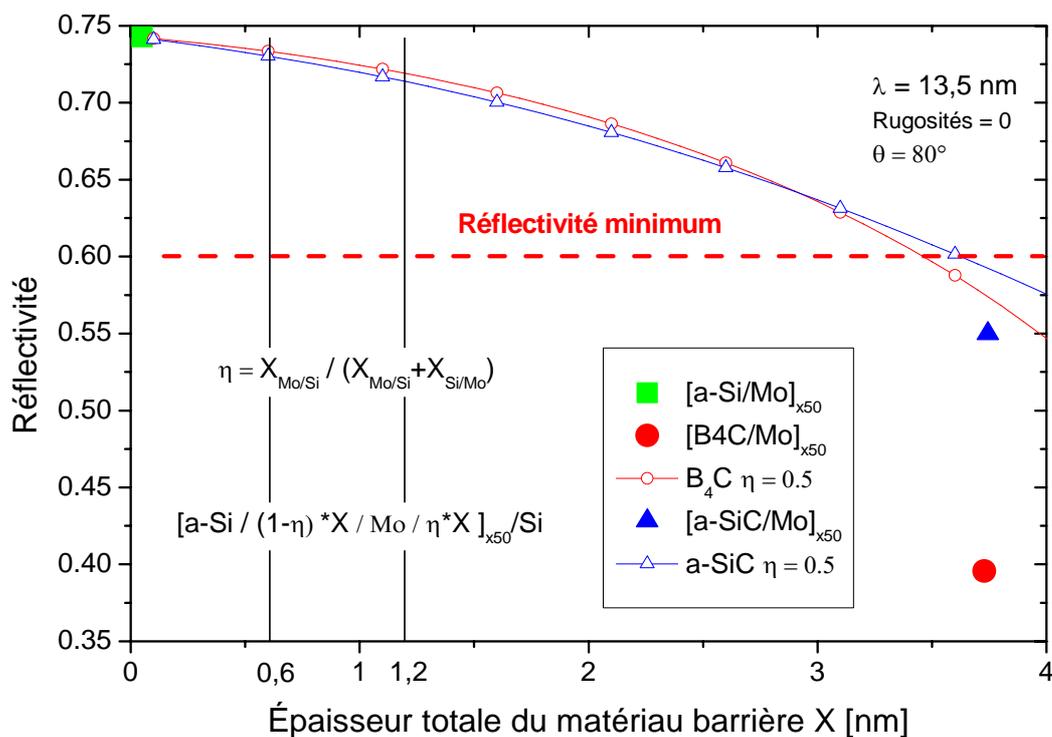
L'optimisation de la couche de surface a été réalisée à l'aide du logiciel IMD [25]. Le matériau en surface doit être peu sensible au phénomène d'oxydation ou avoir une couche d'oxydation passivante. Le Mo en couche mince s'oxyde à l'air sous la forme MoO<sub>x</sub>, où  $2 < x < 3$ , sur toute son épaisseur Il devient poreux et ne fait pas barrière à la diffusion d'oxygène dans la multicouche. Il n'a donc pas été retenu. Le a-Si en couche mince s'oxyde partiellement, comme vu précédemment, en une couche passivante de protection d'environ 2,5 nm de a-SiO<sub>2</sub> pour 1,2 nm de a-Si déposé. L'optimisation, avec le a-Si comme couche de surface, a pris en compte cette couche d'oxydation passivante dans la modélisation. Pour le a-SiC et le B<sub>4</sub>C, il existe une couche mixte passivante composée du matériau et de son oxyde sous forme de trace à la surface ; du a-SiO<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub> (volatile) pour le a-SiC et du B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et CO<sub>2</sub> (volatile) pour le B<sub>4</sub>C [26-29] qui n'ont pas été prises en compte dans l'optimisation.

Le Tableau 3.2 présente les différentes configurations optimisées qui sont à réaliser. La Figure 3.6 représente la réflectivité simulée des différentes combinaisons à 2 matériaux avec ou sans barrière en fonction de l'épaisseur du matériau barrière X (B<sub>4</sub>C ou a-SiC). On observe que le Mo associé seul au matériau barrière ne permet pas d'atteindre des réflectivités élevées et reste bien en deçà du pouvoir réflecteur des miroirs [a-Si/Mo]. L'ajout de matériau barrière aux interfaces permet, à même épaisseur de B<sub>4</sub>C ou a-SiC que le bicouche, d'obtenir une meilleure réflectivité.

**Tableau 3.2 : Liste des structures étudiées dans la série MP 06 XXX**

Nom dépôt	Structure
MP 06 099	[a-Si/a-SiC/Mo] / [a-SiC/a-Si/a-SiC/Mo] <sub>x50</sub> /Si
MP 06 148	[a-SiC/ a-Si/a-SiC/Mo] / [a-SiC/a-Si/a-SiC/Mo] <sub>x50</sub> /Si
MP 06 103	[a-Si/ B <sub>4</sub> C / Mo] / [B <sub>4</sub> C / a-Si / B <sub>4</sub> C / Mo] <sub>x50</sub> /Si
MP 06 104	[B <sub>4</sub> C/a-Si/ B <sub>4</sub> C / Mo] / [B <sub>4</sub> C / a-Si / B <sub>4</sub> C / Mo] <sub>x50</sub> /Si
MP 06 155	[ a-Si / Mo ] / [ a-Si / Mo ] <sub>x50</sub> /Si

D'autre part, la réflectivité diminue en fonction de la quantité de matériau barrière. On note aussi qu'une épaisseur totale de B<sub>4</sub>C inférieure à 2,8 nm permet d'obtenir une meilleure réflectivité qu'avec du a-SiC. Pour des épaisseurs totale de barrière supérieure le a-SiC semble meilleur.



**Figure 3.6 : Réflectivité simulées des différents couples de matériau avec (ligne) et sans barrière (symbole plein) en fonction de l'épaisseur du matériau barrière**

### Echantillons réalisés

Les tableaux Tableau 3.3 et Tableau 3.8 donnent les épaisseurs des structures à réaliser.

La série de dépôts MP 06 XXX #YY est utilisée pour la comparaison des barrières et couche de surface (B<sub>4</sub>C, a-SiC + a-Si/Mo), où XXX est le numéro de dépôt et YY le numéro de l'échantillon découpé sur le wafer. Les études menées avec ces familles de dépôt ont nécessité un grand nombre d'échantillons. L'utilisation de la méthode de production par dépôt sur wafer complet avec correction d'uniformité puis clivage a permis la réalisation des lots d'échantillons (cf. 2.2 Production de lots d'échantillons).

La série de dépôts MP 08 0XX#Y est utilisée pour l'étude à haute température. Pour simplifier la réalisation, nous avons limité le nombre d'échantillons à 6 par dépôt. Six familles de six échantillons ont été réalisées afin d'obtenir le meilleur compromis réflectivité / tenue des performances à la température. Lors de la réalisation, nous avons mesuré une non uniformité sur l'épaisseur de la période de la structure entre les différents échantillons représentée sur la Figure 3.22 qui se caractérise par un décalage spectral du pic de réflectivité de  $\pm 0,1$  nm.

**Tableau 3.3: Epaisseurs visées pour la série MP 06 XXX**

Nom dépôt	Barrière	Surface	$\eta$	Surface [nm]	a-Si [nm]	X <sub>Si/Mo</sub> [nm]	Mo [nm]	X <sub>Mo/Si</sub> [nm]	d <sub>visé</sub> [nm]	d <sub>mesuré</sub> [nm]
MP 06 099	SiC	a-Si	0,67	4,4	3,58	0,30	2,54	0,60	7,02	7,02 $\pm 0,014$
MP 06 103	B4C	a-Si	0,67	4,4	3,50	0,30	2,50	0,60	6,90	6,90 $\pm 0,014$
MP 06 104	B4C	B4C	0,67	2,1	3,50	0,30	2,50	0,60	6,90	6,80 $\pm 0,014$
MP 06 148	SiC	a-SiC	0,67	2,0	3,58	0,30	2,54	0,60	7,02	6,94 $\pm 0,014$
MP 06 155	-	a-Si	-	4,3	4,15	-	2,76	-	6,91	7,00 $\pm 0,14$

### 3.2 Etude de la résistance à l'environnement

La première problématique pour les optiques à application industrielle est le stockage. Nous avons utilisé les tests, définis 2.3, mis en œuvre avec le CNES pour la mission Solar Orbiter pour évaluer la tenue des structures aux environnements de stockage par cumul de cyclage thermique et de chaleur humide.

Deux échantillons de chacune des 5 familles MP 06 XXX décrites dans le tableau 3.3. ont été soumis à cette procédure d'évaluation. Aucune évolution structurale remarquable n'a été constatée dans les conditions d'exposition au cyclage thermique et à la chaleur humide.

La Figure 3.7 représente les spectres GRX se superposant pour les différentes étapes pour un même échantillon de la famille MP 06 104. Chaque échantillon se distingue de l'autre en position et forme des pics, en particulier aux grands angles où la sensibilité est plus élevée. Les différences structurales entre le premier échantillon n°4 et le second échantillon n°7 observées avant traitement sont conservées après le cyclage thermique (CT) puis la chaleur humide (CH).

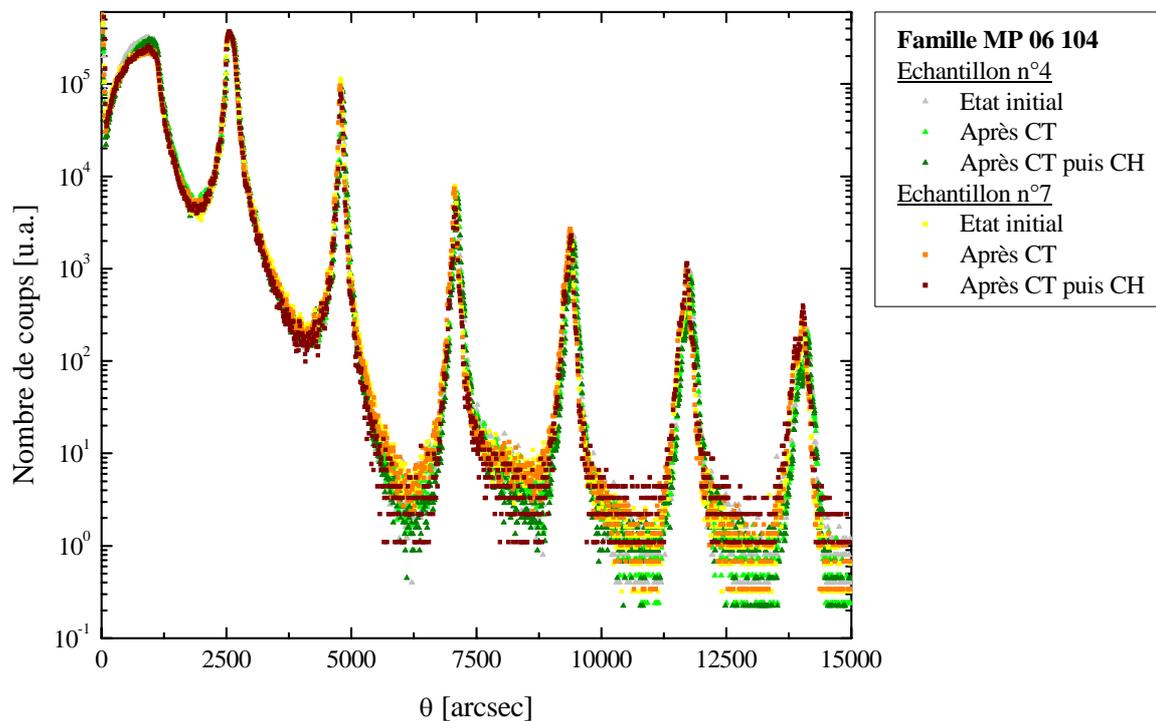


Figure 3.7 : Spectres GRX mesurés des 2 échantillons de la famille MP 06 104, avant traitement, après cyclage thermique (CT) et après cyclage thermique puis chaleur humide (CH).

Cette évaluation des empilements multicouches exposés à l'environnement de stockage température et humidité montre que l'intégrité structurelle des miroirs est conservée quelque soit la famille MP 06 XXX considérée.

D'autre part, on observe indépendamment que l'état de la surface des miroirs est dégradé par une contamination de surface due aux polluants présents dans les étuves et au milieu des observations. La Figure 3.8 montre l'évolution de la pollution de surface observée à la binoculaire pour les échantillons de la Figure 3.7.

Cette étude a permis de valider la stabilité structurelle à un environnement représentant les conditions de stockage des optiques : cyclage thermique et chaleur humide. La contamination de surface est un problème qui pourra être résolu par l'utilisation d'équipements dédiés aux optiques uniquement et une manipulation en salle blanche.

Une étude sur les moyens de nettoyage serait à réaliser afin de déterminer les couples nettoyant-matériau de couche de surface les moins pénalisants sur les performances de du pouvoir réflecteur du miroir. D'autre part, nous savons que l'air est absorbant pour le rayonnement EUV, les optiques sont donc utilisées sous un vide secondaire et ne doivent pas polluer en dégazant.

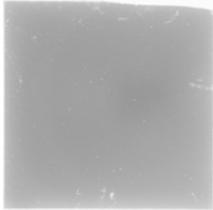
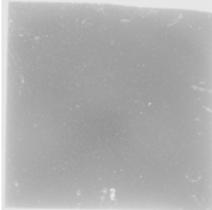
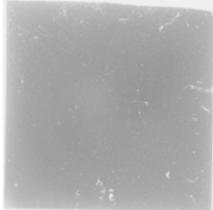
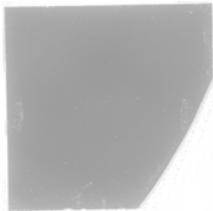
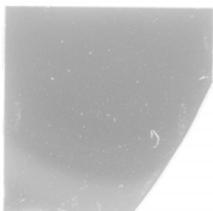
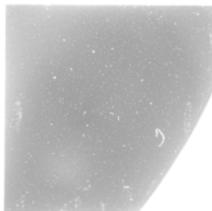
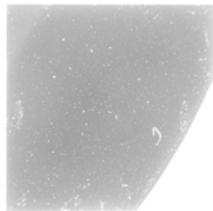
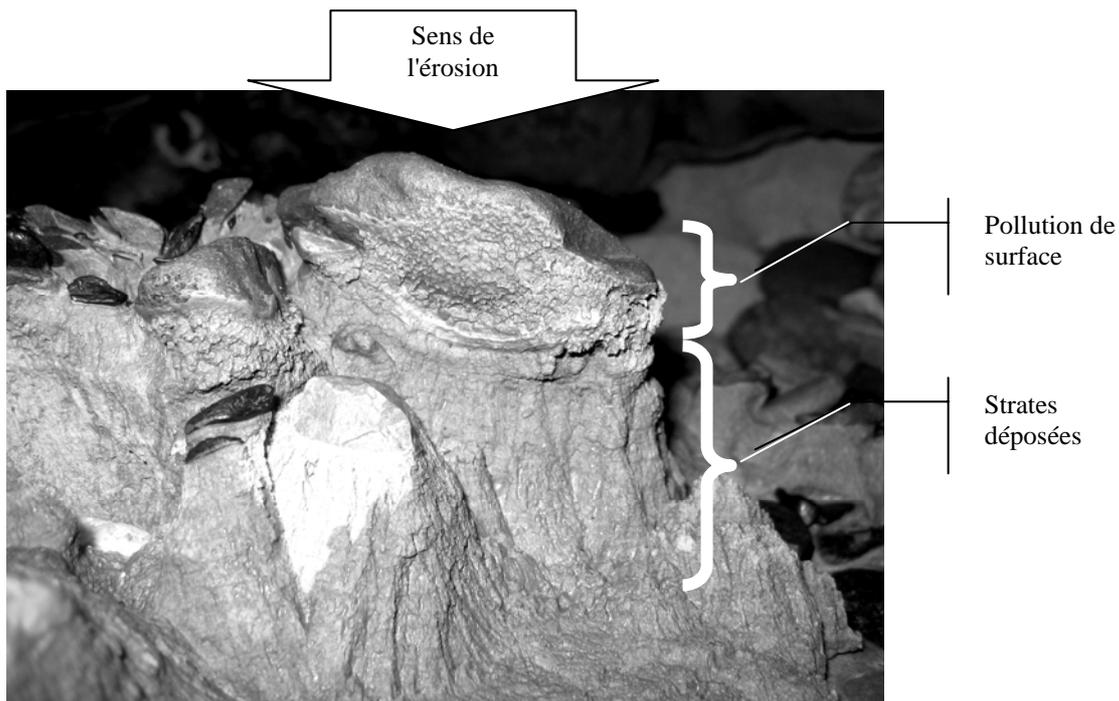
Échantillon	Avant cyclage thermique	Après cyclage thermique	Avant chaleur humide	Après chaleur humide
MP06104-4				
MP06104-7				

Figure 3.8 : Évolution de l'état de surface des échantillons de la famille MP 06 104 avant et après chaque phase de cyclage observé à la binoculaire (images en négatif).

### **3.3 Étude de la résistance à l'érosion ionique**

Comme décrit précédemment, une des causes principale de la réduction de la durée de vie des optiques de collection est l'érosion de la structure multicouche par les particules rapides. L'introduction d'un matériau aux interfaces qui a, pour les composés carbonés, une plus faible vitesse d'érosion que le Mo ou Si, devrait permettre de réduire la vitesse d'érosion des empilements.



**Figure 3.9 : Photo d'une érosion naturelle d'un sol stratifié dont la surface n'est pas homogène (pierres)**

La Figure 3.9 est une photo d'un sol stratifié érodée par l'eau. L'analogie avec l'érosion des multicouches et l'érosion naturelle des sols permet de prendre conscience d'une érosion d'une structure à plusieurs matériaux dont les vitesses d'érosion ne sont pas les mêmes. Les pierres de surfaces sont équivalentes aux dépôts de particules et l'on voit que la structure stratifiée est conservée, la pollution de surface protège donc la structure multicouche de l'érosion. Dans les zones non polluées, l'érosion est plus importante mais les strates sont conservées (conservation de la structure de couche dans les profondeurs malgré l'érosion de surface). Dans les "vallées", les résidus de l'érosion, qui n'ont pas été éjectés, s'accumulent sous forme amorphe (mélange amorphe des matériaux des différentes couches). La vue

d'ensemble permet d'observer une rugosité de surface élevée qui sera pénalisante pour la valeur de réflectivité en particulier pour des angles d'incidences proche de la normale.

Par l'étude présentée, nous allons essayer de répondre aux questions suivantes :

- Quelle est l'influence de l'érosion progressive d'une période de la multicouche sur la réflectivité spectrale ?
- Quelle influence ont les matériaux carbonés sur la vitesse d'érosion ?
- Quelles sont les effets de l'oxydation à l'air sur la réflectivité spectrale d'une multicouche érodée ?

Dans un premier temps, nous allons simuler l'influence d'une érosion pure sous vide sans effet d'oxydation. Ensuite, nous nous intéresserons à la vitesse d'érosion des matériaux en couches minces et d'une structure multicouche. Enfin nous étudierons l'effet des composés oxydés de surface sur la réflectivité en observant l'érosion d'un miroir multicouche selon un profil en biseau.

### 3.3.1 **Simulation**

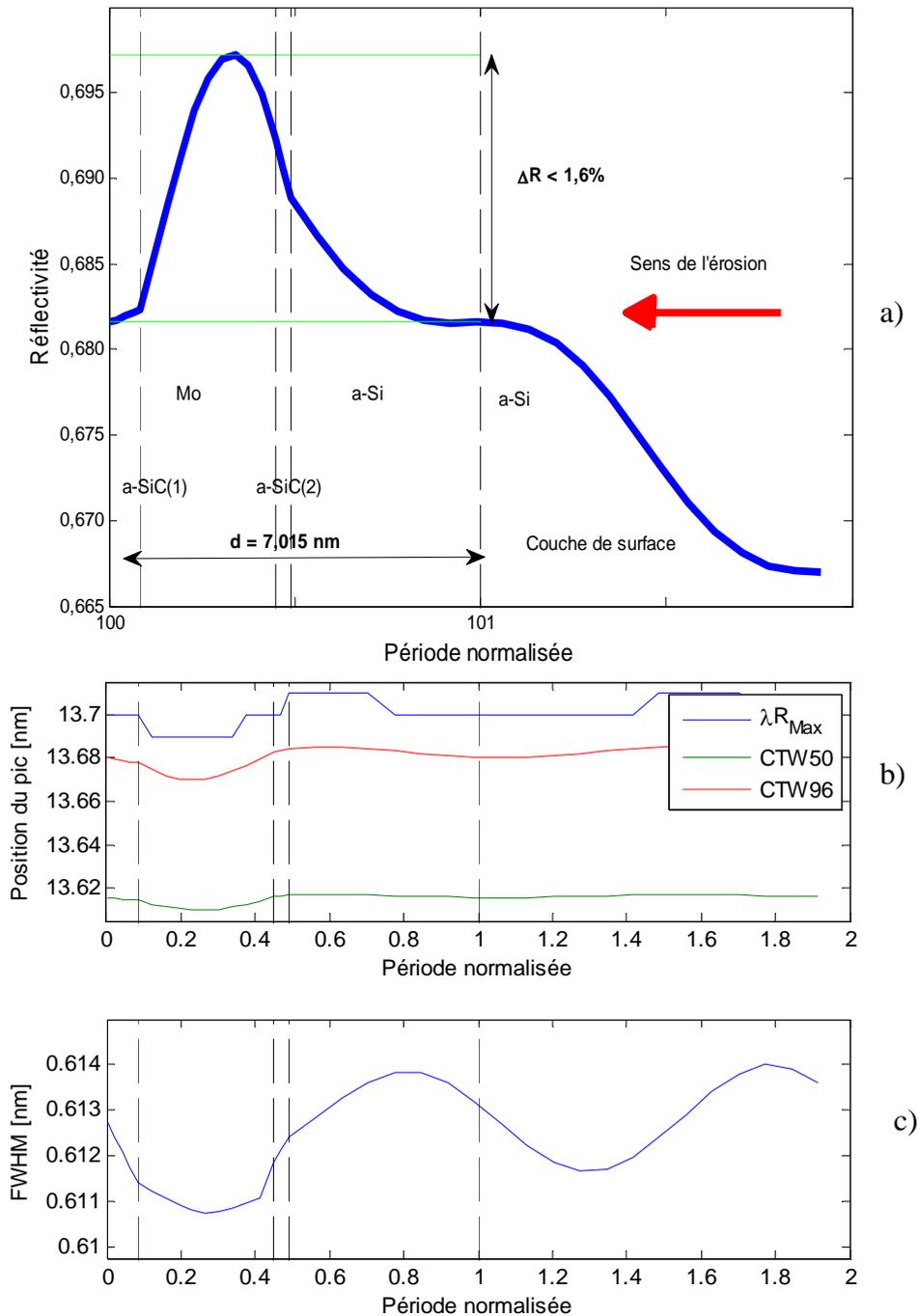
Dans ce qui suit, nous étudions une structure périodique de type [SiC/Mo/SiC/Si]<sub>x101</sub>/Si. Nous nous sommes intéressés à l'évolution du pouvoir réflecteur en fonction de l'épaisseur de la 101<sup>ème</sup> période.

La Figure 3.10 représente l'évolution de la réflectivité pour les différentes profondeurs d'érosion dans la multicouche. Cette simulation ne prend pas en compte les effets d'implantation des débris de la multicouche. D'autre part, le revêtement fonctionnant sous vide, la couche d'oxyde native est érodée dès le début. Elle n'est donc pas prise compte. La structure suivante a été utilisée :

**Tableau 3.4 : Définition de la structure utilisée pour la simulation de l'effet d'une érosion parfaite sur le pouvoir réflecteur**

Matériau/Structure	Epaisseur [nm]
a-Si	6,43
[a-Si/a-SiC/Mo/a-SiC] <sub>x101</sub>	7,02
a-Si	3,58
a-SiC	0,30
Mo	2,54
a-SiC	0,60
Substrat : Si	

On observe que la réflectivité chute d'autant que l'épaisseur de Mo diminue. Ceci s'explique par le fait que le déphasage du champ électrique est à son maximum dans les couches inférieures de Mo. L'influence de ce phénomène module la valeur de réflectivité au maximum à  $R=\pm 0.08$ . La position du maximum de réflectivité montre par ailleurs un décalage inférieur à  $\pm 0.02$  nm.



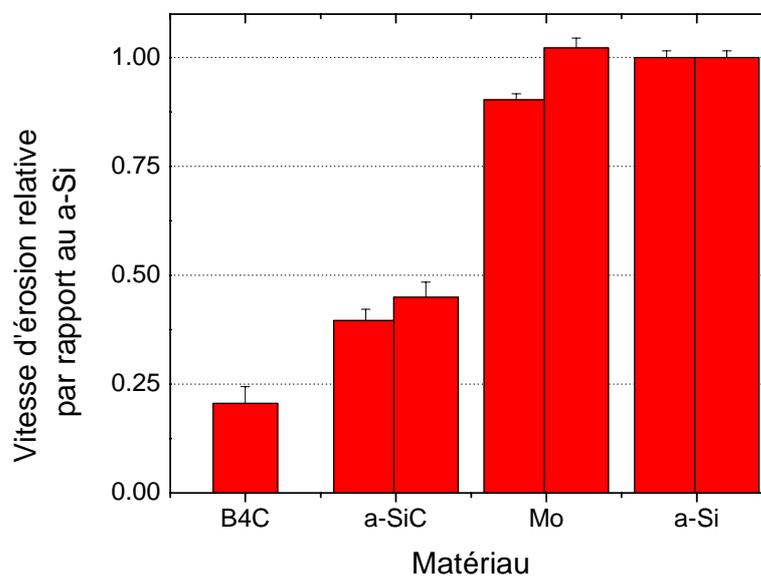
**Figure 3.10 : Simulation de l'influence de l'érosion d'une période a) sur la réflectivité ; b) sur la position de la longueur d'onde de plus forte réflectivité  $\lambda_{R_{Max}}$ , de la médiane de la largeur à 96% de  $R_{Max}$  CTW96, de la médiane de la largeur à mi-hauteur de  $R_{Max}$  CTW50 ; c) sur la largeur à mi-hauteur.**

Cette étude permet de mieux évaluer la problématique de l'érosion. Les structures avec des matériaux barrières (a-SiC ou B<sub>4</sub>C), dont la vitesse d'érosion est plus faible que celles du Mo ou du a-Si, devraient permettre de diminuer la vitesse d'érosion. Néanmoins, on observe que les régions où se trouve le matériau barrière correspondent aussi à des minima de réflectivité.

### 3.3.2 Vitesse d'érosion ionique

L'objectif est de déterminer la vitesse d'érosion d'une multicouche. Dans un premier temps, nous avons estimé la vitesse d'érosion relative des matériaux qui la composent : a-Si, Mo, B<sub>4</sub>C et a-SiC puis nous avons étudié la vitesse d'érosion de la structure multicouche.

L'érosion est réalisée par un canon à ions Ar<sup>+</sup> dont l'énergie est de 700 eV et dont le faisceau est en incidence normale par rapport à la surface des échantillons (cf chapitre 2.3). Pour assurer une bonne homogénéité d'érosion, le canon à ions balaye la surface des échantillons montés sur un support sur lequel on place un masque. On réalise un profil d'érosion en forme de rainure en utilisant le bord du masque.



**Figure 3.11 : Vitesse d'érosion mesurée pour des matériaux en couches minces déposées sur un substrat pour une énergie des ions Ar de 700 eV**

Des échantillons en a-Si, Mo B<sub>4</sub>C et a-SiC ont été déposés avec des épaisseurs s'échelonnant entre 40 nm et 120 nm ; puis les couches ont été caractérisées par des mesures GRX. La

Figure 3.11 représente les vitesses relatives d'érosion entre les matériaux par rapport à la vitesse d'érosion du a-Si pour l'énergie donnée. a-SiC présente une vitesse d'érosion plus de 2,5 fois plus faible que a-Si et B<sub>4</sub>C présente une vitesse d'érosion environ 4 fois plus faible que a-Si. La différence des vitesses entre les 2 échantillons de Mo semble être due au temps écoulé entre le dépôt et l'érosion; dans le cas de l'échantillon ayant une vitesse légèrement supérieure à celle du a-Si il s'est écoulé presque 20 mois contre 4 mois pour le second échantillon. Il semblerait que le Mo se soit oxydé durant cette période et que sa forme oxydée ait une vitesse d'érosion plus faible.

**Tableau 3.5: Vitesse d'érosion tabulée [30] des éléments massifs pour ion Ar à 500eV en incidence normale et 1mA/cm<sup>2</sup>**

Elément	Vitesse [Å/min]	Norm. au Si
Si	370	1,000
SiO <sub>2</sub>	330	0,892
Mo	410	1,108
SiC (0001)	350	0,946

Les résultats donnés pour les matériaux simples sont néanmoins à prendre avec précaution. En réalité, pour le matériau déposé en couche mince, la couche de surface ou la couche elle-même peut être oxydée. Le matériau est donc différent en fonction de la profondeur de la couche. D'autre part, la structure du matériau en couche mince dépend de l'épaisseur déposée, elle varie d'une forme amorphe en une forme polycristalline. Ces résultats sont donc difficilement transposables aux matériaux contenus dans la structure multicouche. La vitesse d'érosion est difficile à comparer entre les matériaux pour les raisons citées précédemment. De plus on ne prend pas en compte des matériaux composites présents aux interfaces tel que le Mo<sub>2</sub>Si.

Une seconde expérience a été menée où, cette fois-ci, on érode une structure multicouche de la série MP 06 XXX selon une marche d'une profondeur comprise entre 140 nm et 200 nm. Les familles étudiées sont celles finissant par une même couche de surface en a-Si, c'est-à-dire MP 06 155 pour [a-Si/Mo] de référence, MP 06 099 pour [a-Si/Mo] avec des barrières en SiC et MP 06 155 pour [a-Si/Mo] avec des barrières en B<sub>4</sub>C.

On observe au microscope interférentiel, cf. Figure 3.12, des bords de marche dus à l'effet d'ombrage du masquage. Chaque alternance noir/blanc représente une période de la structure dans le visible et permet donc d'évaluer rapidement le nombre de périodes érodées. La zone de transition a un profil d'érosion non linéaire et varie entre 80 et 90 µm de largeur en

fonction de l'état du bord de masque. Cette observation permet de déterminer le nombre de périodes érodées avec une incertitude équivalente à celle d'une mesure par interférence par décalage de phase (sur Wyko). La mesure en GRX permet la réduction de l'erreur de mesure à  $\pm 0.5\%$  mais elle nécessite un ajustement.

L'ajout de matériau barrière, d'épaisseur 0,3 nm pour l'interface a-Si/Mo et 0,6 nm pour l'interface Mo/a-Si, permet de réduire la vitesse d'érosion. B<sub>4</sub>C présente une vitesse d'érosion plus faible que celle de SiC.

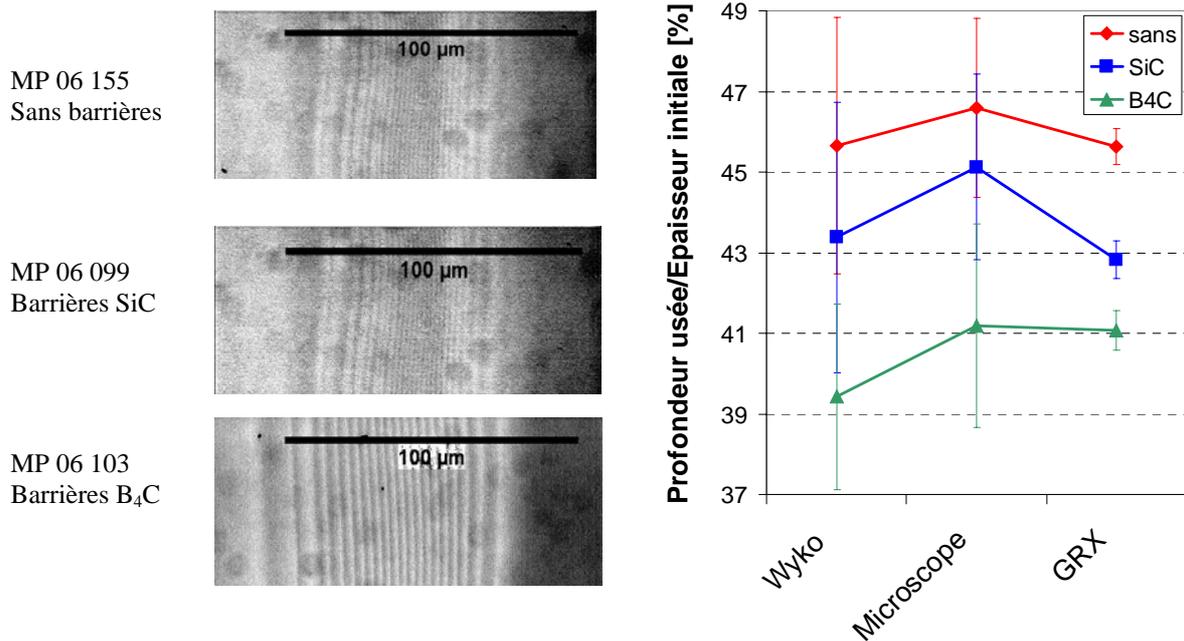


Figure 3.12 : Observation au microscope interférentiel des bords de marche des échantillons érodés.

Par cette expérience on détermine  $V_{Emoy}$  la vitesse moyenne d'érosion relative à la structure [a-Si/Mo] de chaque période  $d$  de la multicouche considérée. La différence de vitesse d'érosion peut être approchée par la somme pondérée de  $e_i$  l'épaisseur de chaque couche  $i$ , divisée par  $V_{EMat}$  sa vitesse d'érosion fonction du matériau comme indiqué dans l'équation suivante.

$$\frac{d}{V_{Emoy}} = \sum_i \frac{e_i}{V_{EMat}} \quad (3.2)$$

Cette expérience nous a permis de remonter au facteur de vitesse d'érosion de la multicouche à l'aide des vitesses pondérées de Mo sous sa forme polycristalline oxydée et de a-Si qui ont environ la même vitesse et l'épaisseur du matériau barrière.

### 3.3.3 Érosion ionique en biseau

Dans le procédé expérimental précédent, nous avons estimé la vitesse d'érosion d'une multicouche. Dans les conditions d'utilisation d'une optique de collection, la source peut être amenée à être mise sous air et l'optique peut s'oxyder. Dans ce cas, quel est l'effet de l'oxydation de surface sur le pouvoir réflecteur du miroir multicouche ?

Pour étudier l'effet de l'oxydation, nous avons choisi de réaliser un échantillon avec des barrières en a-SiC, de la même structure que le dépôt MP 06 099, mais avec 70 périodes :

a-Si/[a-SiC(0,6 nm)/Mo/a-SiC(0,3 nm)/a-Si]<sub>x70</sub>/Si

Il a été déposé sur un substrat de Si de 1,5x3,5 cm<sup>2</sup> sans correction de profil d'uniformité. Il présente donc une variation d'épaisseur de période inférieure à -0,7 nm entre le centre de l'échantillon et ses extrémités (cf. Chapitre 2.2 et [31]).

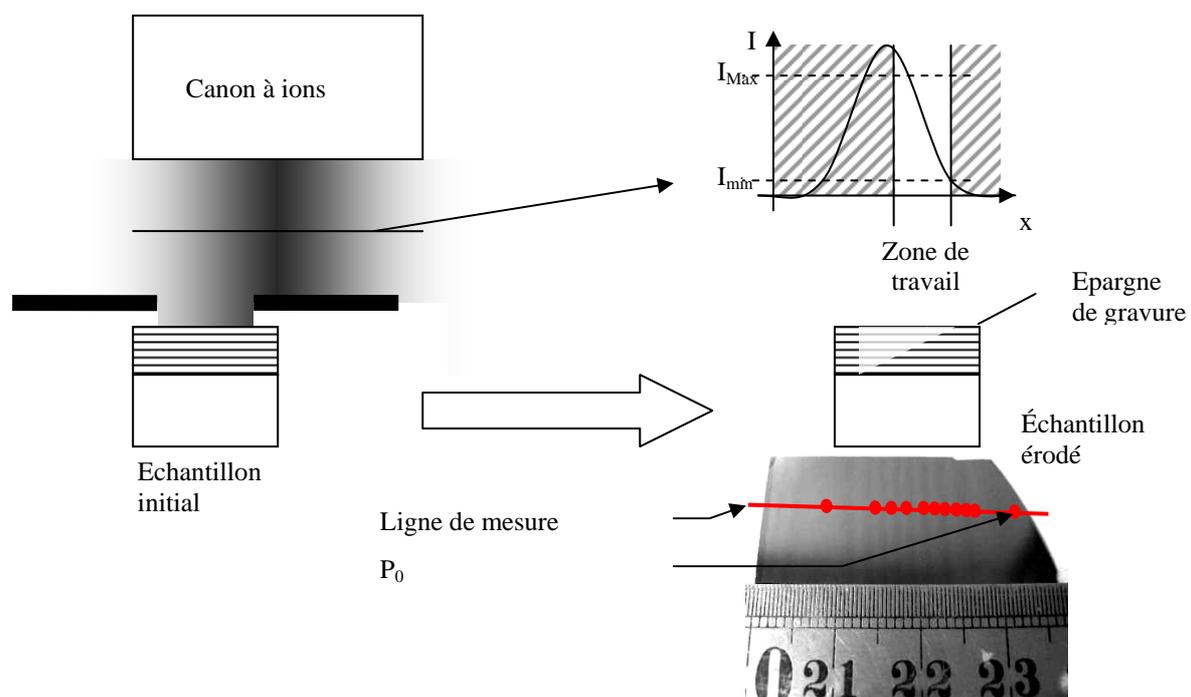


Figure 3.13 : Préparation de l'échantillon érodé en biseau

Pour étudier l'influence de l'oxydation du matériau sur la réflectivité, nous avons choisi de réaliser une érosion avec un profil en biseau avec le canon à ions de la machine UsionXXX. Les ions ont une énergie de 700 eV en incidence normale par rapport à la surface de l'échantillon. Cette fois-ci, on utilise le flanc du faisceau d'ions pour créer le profil en

biseau comme représenté sur la Figure 3.13. On observe à l'œil 9 périodes mises à nues avec dans la zone linéairement érodée une période de répétition de frange d'environ 2 mm.

Cet échantillon a été mesuré sur la ligne BEAR du synchrotron Elettra le long de l'axe représenté sur la Figure 3.13, chaque position de mesure est nommée  $P_i$  où  $i=0$  correspond à la zone la moins érodée. L'échantillon a été aligné sur l'extrémité et le centre, puis déplacé en translation le long de cet axe pour chaque point de mesure. Pour chaque zone de mesure, on s'intéresse à la performance, c'est-à-dire la réflectivité EUV, ainsi qu'à la composition de la couche de surface en utilisant l'analyse par spectroscopie de photoélectrons induits par des rayons X (X-ray Photoelectron Spectroscopy). La réflectivité est mesurée sur la gamme spectrale autour de 13,5 nm. Les spectres XPS des éléments C, Mo et Si sont enregistrés avec une énergie de photon de 400 eV. Un échantillon jumeau non érodé est utilisé comme référence et est nommé  $P_{\text{Surface}}$ .

**Tableau 3.6 : Table des éléments recherchés par XPS associés à leur gamme d'énergie**

Elément	$E_{\text{liaison}}$ [eV]	Référence
C(1s)	277 – 295	
a-C	284,4	[2]
C-Si	282,4 – 282,8	[2, 32]
C-H	283,9	[33]
Si( $2p^{3/2}$ )	98 – 110	
Si-Mox	99,2 – 99,4	[2, 34]
Si	98,8 – 99,9	[34, 35]
Si-C	100,2 – 100,8	[35]
Si-Ox	101,6 – 102,1	[2]
SiO <sub>2</sub>	102,1 – 103,4	[35, 36]
Si-O (SiC)	102,9	[2, 35]
Mo( $3d^{3/2}$ )	226 – 237	
Mo	230,9 – 231,8	[34, 37-40]
MoO <sub>2</sub>		[36-38]
MoO <sub>3</sub>	232,9 & 235,6	[2, 34, 36-38, 41]
Mo( $3d^{3/5}$ )	226 – 237	
MoSi <sub>2</sub> + Mo	227,5	[2, 36]
Mo	227,7 – 228,2	[34, 37-39]
MoO <sub>2</sub>	229,2 & 231,9	[2, 36-38]
MoO <sub>3</sub>	232,3	[2, 34, 36-38]

On réalise plusieurs points de mesure à la surface de l'échantillon érodé. Pour chaque zone mesurée, on réalise un balayage en énergie pour les éléments d'intérêts qui composent la multicouche : C(1s), Si(2p<sup>3/2</sup>) et Mo(3d<sup>3/2</sup>, 3d<sup>3/5</sup>). Le Tableau 3.6 ci-dessous récapitule les énergies analysées, pour les différents matériaux présents à la surface de l'échantillon érodé.

Les mesures sont fortement bruitées. L'interprétation par modélisation est rendue difficile par l'effet de l'oxydation. Dans un premier temps, nous comparerons l'échantillon de référence aux mesures de l'échantillon érodé puis nous étudierons plus en détail le spectre du Mo qui contient le plus d'information sur la couche de surface.

Pour la multicouche non érodée se terminant par du a-Si oxydé en a-SiO<sub>2</sub>, on observe bien les 2 états du Si (amorphe et oxydé), l'absence de Mo et une énergie de liaison du C fortement dominée par la contamination de surface (C-H).

Dans le cas de l'échantillon érodé, on observe l'apparition d'un pic qui correspond à l'énergie de liaison du Mo dans différents états d'oxydation, une forte baisse du pic de Si non oxydé et un décalage de la position du pic de C qui varie entre l'énergie de liaison Si-H (contamination de surface) et Si-C (couche de a-SiC déposée).

Les spectres XPS du Mo en énergie de liaison, cf. Figure 3.15, représentent l'évolution de la concentration de Mo en surface en fonction de son oxydation. Le Mo s'oxyde dès qu'il est en contact avec l'air, c'est pourquoi on le trouve sous ses formes oxydées du type MoO<sub>2</sub>-MoO<sub>3</sub> avec un pic autour de 231,2 eV. Alors que, lorsque la couche de Mo est enterrée sous a-Si et a-SiC, l'énergie de liaison mesurée est plus faible et un pic de Mo non oxydé apparaît autour de 227,5 eV, en particulier pour la région la moins érodée (P0) pour laquelle il n'y a pas de résidu de la couche de Mo précédemment érodée.

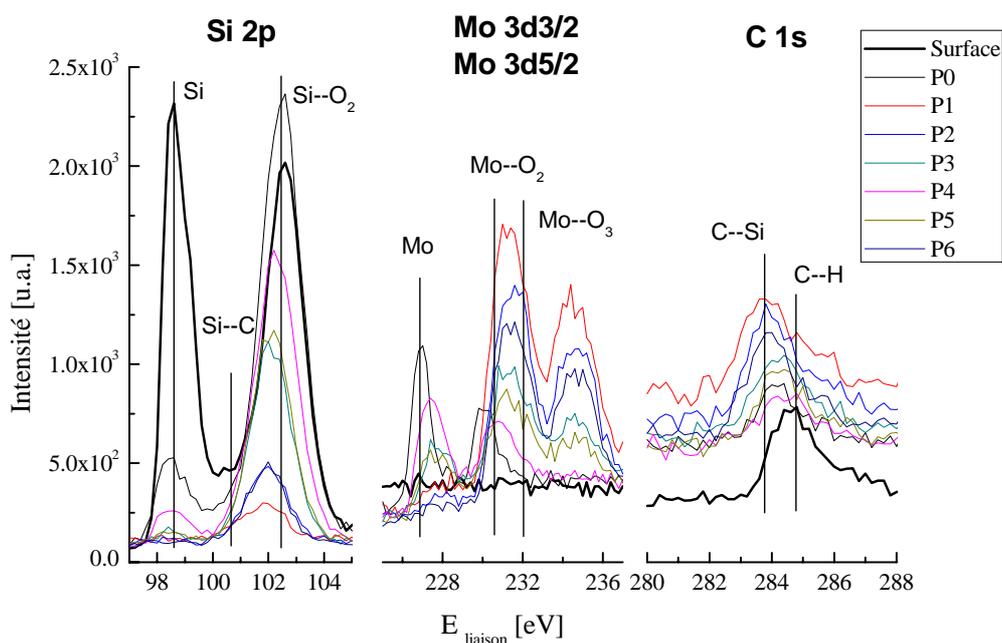


Figure 3.14 : Spectroscopie de photoélectrons induits par des rayons X (XPS) en fonction de l'énergie de liaison pour les composés Mo, Si et C, pour différentes profondeurs de gravure sur une multicouche érodée

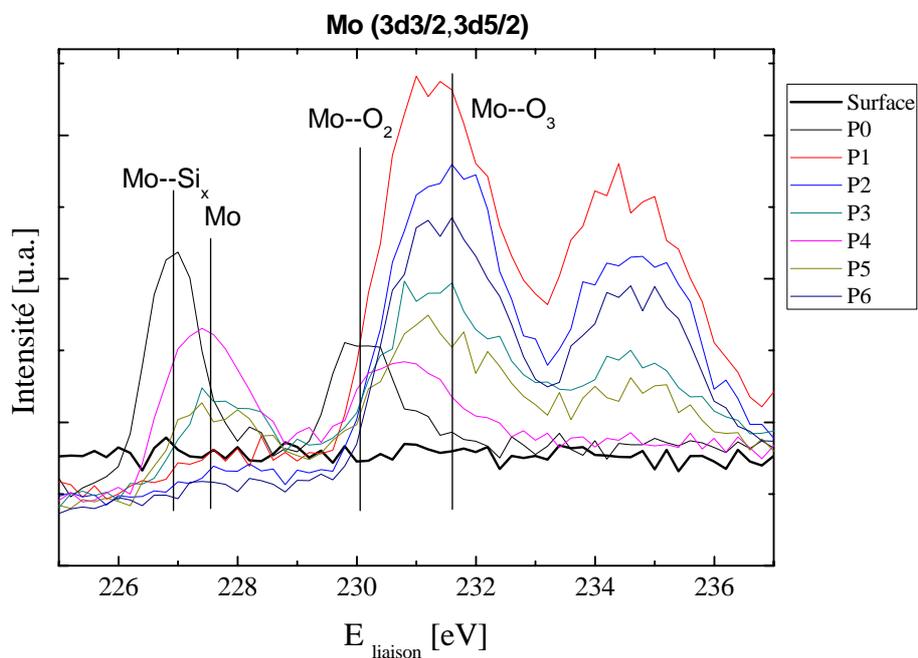


Figure 3.15 : Mesure de photoélectrons induit par des rayons X pour différentes profondeurs de gravure sur une multicouche érodée

Si l'on s'intéresse à l'évolution de la réflectivité en fonction de la position sur l'échantillon, on observe une variation de la réflectivité maximum qui est périodique.

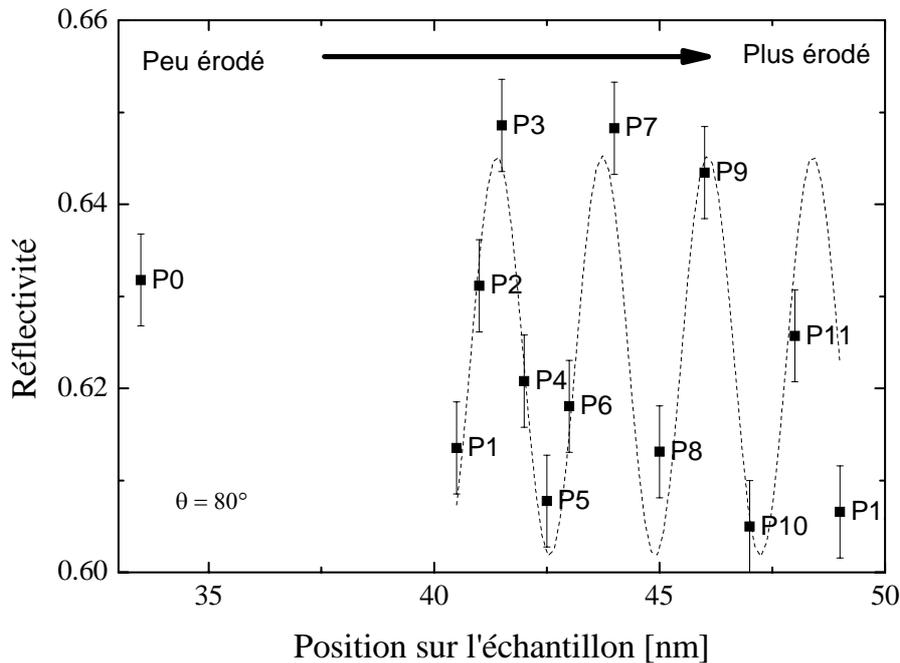


Figure 3.16 : Évolution de la réflectivité en fonction de la zone mesurée érodée  $P_x$  et superposition en pointillé de la tendance générale avec une période d'environ 2 mm

### 3.3.4 Conclusion

Nous avons montré que l'ajout de matériau carboné,  $B_4C$  ou  $a\text{-SiC}$ , en couche barrière permet de réduire la vitesse d'érosion. La maximisation des épaisseurs de couche barrière permet donc d'augmenter la durée de vie des structures multicouches exposées à une érosion ionique.

L'érosion en biseau ex-situ d'un miroir multicouche a permis de déterminer l'évolution du pouvoir réflecteur. Elle se traduit par une variation inférieure à  $\pm 0,03$  qui est quatre fois plus importante que celle simulée pour une érosion parfaite, c'est-à-dire sans effet d'oxydation et de mélange des couches de surface.

A partir de ces résultats, nous pouvons nous interroger sur la valeur optimale à choisir pour l'épaisseur de la couche barrière et sur son influence sur les propriétés spectrales (réflectivité et largeur à mi-hauteur). Nous allons étudier ceci dans la partie suivante en cherchant à déterminer la meilleure distribution des épaisseurs des couches barrières qui permettent une réflectivité spectrale élevée et une bonne stabilité en température.

### 3.4 Étude de la stabilité en température

Nous avons vu que l'exposition des optiques de collection à la source EUV génère un échauffement thermique par absorption des photons non réfléchis et que la forte puissance des sources dissipée au niveau de revêtement équivaut à quelques kW.

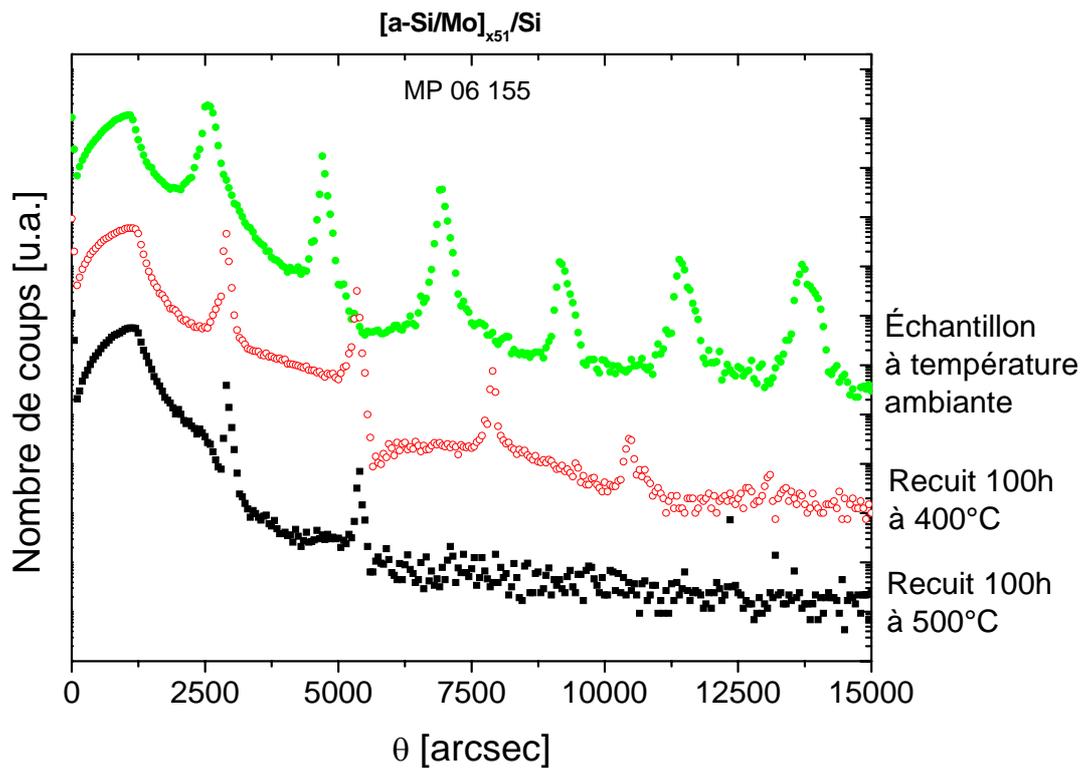


Figure 3.17 : Influence de la température pour un recuit de 100h sous Ar sur le spectre de réflectivité en X rasant de la structure MP 06 155 [a-Si/Mo].

Comme le montrent les mesures par réflectivité en X-rasant de la Figure 3.17, la structure Mo/a-Si évolue en fonction de la température de recuit. En effet, après 100h à 400°C, il n'y a plus que 4 pics de Bragg avec une forte modification de la forme du spectre; un autre échantillon de la même famille recuit 100h à 500°C ne présente plus que 2 pics de Bragg. Il est donc nécessaire de stabiliser la structure en remplaçant un des deux matériaux [10, 15] ou en introduisant des barrières d'interdiffusion [13, 17, 42]. Pour la suite de notre étude, nous avons retenu la solution consistant à utiliser un troisième matériau en tant que barrière d'interdiffusion qui permet de faire un compromis entre pouvoir réflecteur et tenu en température en fonction de la température maximale d'utilisation.

Dans les conditions d'utilisation des optiques collectrices, une solution technologique, consisterait à refroidir le substrat afin de limiter la détérioration des multicouches et ainsi de limiter les épaisseurs des couches barrières. La température de fonctionnement des optiques est régulée entre 100 °C et 200 °C au niveau du substrat. Le revêtement est refroidi par le substrat et chauffé par le rayonnement absorbé. Nous devons donc étudier la tenue en température. Par ailleurs, les optiques peuvent être soumises à des traitements thermiques lors des opérations de maintenance telles que l'étuvage.

Dans un premier temps (paragraphe 3.4.1.) nous décrivons l'étude de revêtements pour les collecteurs éloignés de la source. La température maximum des optiques a été estimée à 300°C. Une tendance actuelle dans la conception des blocs source à base de métaux (Sn ou Li) est d'utiliser l'apport calorifique pour réaliser un autonettoyage des débris déposés à la surface de l'optique. Le substrat est maintenu au-dessus de la température de fusion du matériau source<sup>1</sup> afin que celui-ci s'évacue naturellement par l'effet de la gravité. Le collecteur doit donc être maintenu à "haute" température, plus de 400 °C, afin que les débris de polluants soient dans un état liquide et avec une faible viscosité. Nous décrivons plus en détail l'étude de ce type de structure dans une seconde partie (paragraphe 3.4.2.).

### **3.4.1 Etude pour les collecteurs pour les basses températures**

Dans un premier temps nous avons étudié les échantillons de la série MP 06 XXX Tableau 3.3 qui sont des structures a-Si/Mo avec des barrières de a-SiC ou de B<sub>4</sub>C. Nous avons mesuré l'évolution du spectre réfléchi après un recuit à 300°C pendant une heure sous balayage d'Ar. La Figure 3.18 représente la comparaison de deux échantillons d'une même série, le premier est un échantillon stocké de référence (en bleu) et le second un échantillon recuit (en rouge). L'échantillon de référence [a-Si/Mo] a montré une instabilité structurelle avec une diminution de l'épaisseur périodique de l'empilement de plus de 0,1 nm. Cette contraction de période s'explique par la formation d'un composé Mo<sub>x</sub>Si<sub>y</sub>, [8, 11, 43] dont l'encombrement est plus faible que les 2 composés séparés.

Pour un recuit d'une heure, on observe une tendance à la perte de réflectivité inférieure à 0,005, ce qui est dans la barre d'erreur de la mesure. Les mesures GRX montrent une tendance à la diminution de la période dans tous les cas [2, 17, 44], dans les limites de la précision de mesure. Ceci se traduit dans le spectre EUV par un décalage du pic de réflectivité

---

<sup>1</sup> Point de fusion à 101kPa du Li = 180,5 °C et du Sn = 231,9 °C

vers les courtes longueurs d'onde. De plus, les échantillons dont la couche de surface est le matériau barrière semblent plus stables. Ces résultats ont permis de valider l'amélioration de la stabilité jusqu'à 300°C apportée par l'introduction de matériau barrière aux interfaces, avec un léger avantage pour l'a-SiC.

Cette première étude nous a montré que les séries MP 06 XXX ont une bonne tenue en température à 300°C avec une perte de réflectivité inférieure à 0,005 et un décalage de pic inférieur à 0,05 nm à la reproductibilité de mesure près.

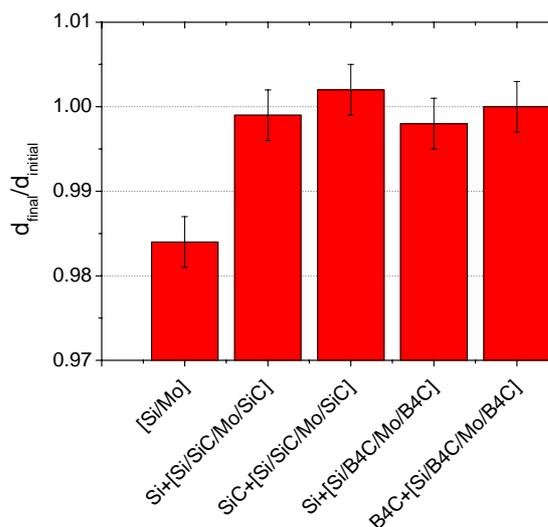
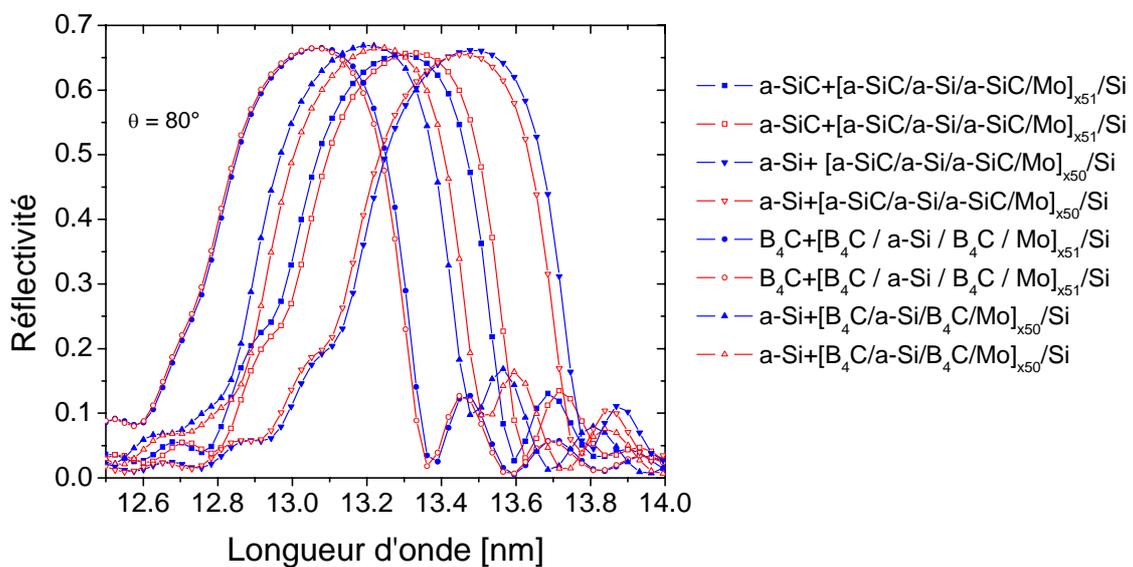


Figure 3.18 : Evolution spectrale et structurelle de la série MP 06 XXX après 1h de recuit à 300°C

### **3.4.2 Etude pour les collecteurs chauds**

Nous nous sommes intéressés aux collecteurs stabilisés au-dessus de la température de fusion des principaux métaux des sources (Sn et Li). Pour assurer de bonnes performances, il est nécessaire de chauffer à 400°C et plus. Pour ces températures il est obligatoire d'utiliser des barrières pour stabiliser l'empilement. Une précédente étude [10] a montré une bonne stabilité de structure [a-SiC/Mo] à ces températures mais le temps et la température de recuit sont deux paramètres liés. Plus la température de recuit est élevée, plus vite se stabilise la structure aux niveaux des interfaces et donc de l'épaisseur de la période, néanmoins une température de recuit trop élevée peu détruire la structure.

Le pouvoir réflecteur de cette structure reste néanmoins plus faible que des structures [a-Si/Mo] avec des barrières. La Figure 3.19 représente les mesures de réflectivité en X rasant effectuée sur nos échantillons qui montrent l'évolution de la structure en fonction du matériau barrière. La structure évolue en fonction de la température maximum de recuit. Si le décalage de période vers la compression est trop important, le pic de réflectivité EUV se décale vers les courtes longueurs d'onde jusqu'à passer sous le seuil de transparence du silicium ( $\lambda = 12,1$  nm). L'effet du seuil d'absorption, ce concrétise par l'absence d'un matériau "espaceur" pour la nouvelle période moyenne de la structure, le rayonnement EUV est donc fortement absorbé par le Mo et par le Si ce qui rend le miroir inefficace. De plus les siliciures qui se sont formées génèrent des rugosités cumulées dans la structure. La périodicité est alors atténué voir perdu.

L'objectif est de déterminer une structure stable à 400°C. [a-SiC/Mo] a montré de très bonnes qualités de tenue à 400°C et 500°C avec un temps de stabilisation déterminé mais une réflectivité inférieure à 0,54. L'idée est donc de conserver une structure de type [a-SiC/a-Si/a-SiC/Mo] afin d'augmenter la réflectivité tout en permettant une bonne tenue en température. L'interrogation qui guide cette étude est : existe-t-il une structure optimisée avec des barrières de a-SiC pouvant résister à des températures de plus de 400°C et ayant une meilleure réflectivité que la structure [a-SiC/Mo] ?

Dans une première partie, nous justifierons le choix du matériau barrière et optimiserons les échantillons de la série MP 08 0XX pour la tenue à haute température. Dans une seconde partie expérimentale nous comparerons les performances de réflectivité EUV et de stabilité structurelle des échantillons optimisés ainsi que de ceux de l'étude précédente : [a-Si/Mo] sans et avec barrière de a-SiC.

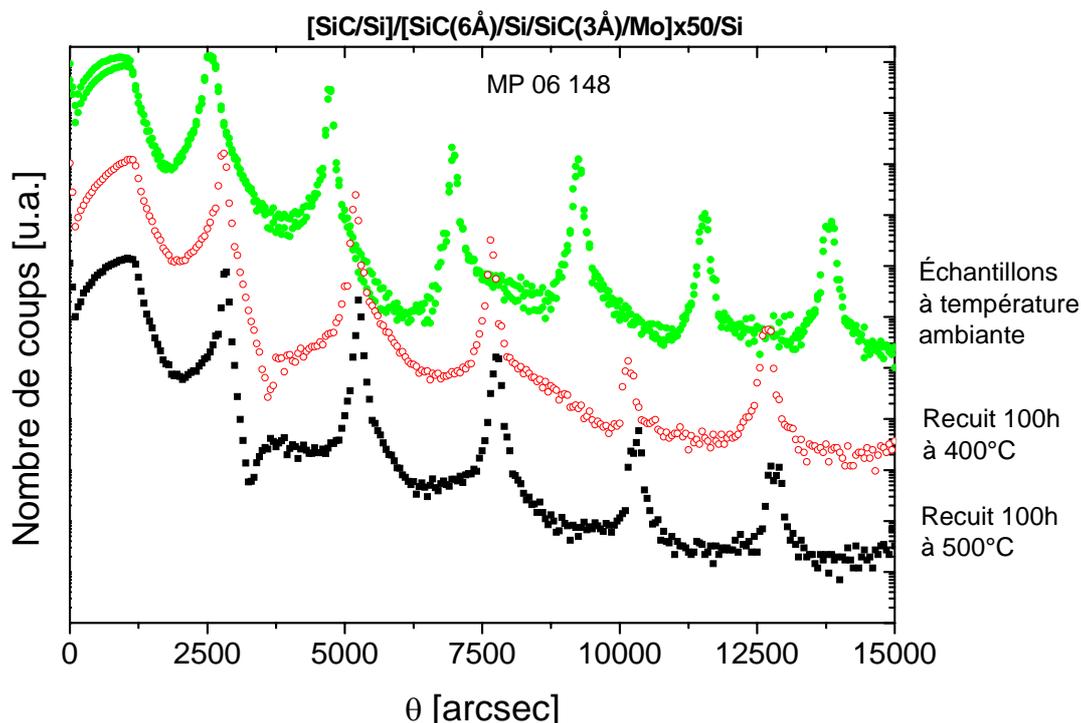


Figure 3.19 : Influence de la température pour un recuit de 100h sous Ar sur le spectre de réflectivité en X rasant de la structure MP 06 148 [a-SiC/a-Si/ a-SiC/Mo].

### Optimisation et réalisation des structures à barrières

Comme nous l'avons vu précédemment, l'ajout d'un matériau stable aux interfaces de la structure [a-Si/Mo] permet de conserver l'intégrité structurale à plus de 300°C pendant 1 h. L'objectif de cette partie est de justifier le choix du matériau barrière pour les structures devant être stables à haute température. Les deux questions qui ont motivé cette étude sont :

- Quelle épaisseur de matériau barrière est il nécessaire de mettre aux interfaces pour les stabiliser ?
- Quelle est l'influence de la valeur relative des épaisseurs aux deux interfaces sur la stabilité ?

Nous avons effectué des simulations afin d'optimiser les structures [a-Si/Mo] avec les deux matériaux barrières : B<sub>4</sub>C et a-SiC. Les paramètres environnementaux utilisés pour le calcul sont fixés comme suit : une rugosité nulle aux interfaces, un angle de rasance  $\theta$  de 80° et pas de polarisation préférentielle. La fonction de mérite cherche à maximiser la réflectivité pour une longueur d'onde de 13,5 nm pour une épaisseur totale de matériau barrière donnée

( $d_{X_{totale}}$ ) et une valeur de répartition des épaisseurs  $\eta$  donnée en optimisant les épaisseurs de a-Si ( $d_{a-Si}$ ) et de Mo ( $d_{Mo}$ ).

$$d_{Mo}, d_{a-Si} = \text{FonctionMérite}(\text{Réflectivité}(\lambda = 13,5nm, d_{X_{totale}}, \eta)) \quad (3.3)$$

A partir des valeurs optimales, on calcule la réflectivité spectrale afin d'obtenir la largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda$  du pic de réflectivité.

La Figure 3.20 compare les performances des 2 matériaux barrières étudiés, a-SiC et B<sub>4</sub>C.

Pour la réflectivité, lorsque l'épaisseur totale de matériau barrière augmente, on observe que la structure avec des barrières en B<sub>4</sub>C a une réflectivité qui diminue plus rapidement, que la structure avec des barrières en a-SiC. L'optimum de répartition des barrières pour maximiser la réflectivité est lorsqu'elles sont symétriques  $\eta \sim 0,5$  pour le B<sub>4</sub>C, et l'interface Mo/a-Si deux fois plus épaisse que l'interface a-Si/Mo  $\eta \sim 0,8$  pour le a-SiC.  $\eta$

Pour la largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda$ , lorsque l'épaisseur totale de matériau barrière augmente, on observe que  $\Delta\lambda$  diminue plus rapidement pour la structure avec des barrières en B<sub>4</sub>C que pour la structure avec des barrières en a-SiC. L'optimum de répartition des barrières pour maximiser  $\Delta\lambda$  est lorsqu'elles sont symétriques avec  $\eta \sim 0,5$  pour B<sub>4</sub>C, et l'interface Mo/a-Si deux fois moins épaisse que l'interface a-Si/Mo ( $\eta \sim 0,4$ ) pour a-SiC. La faible largeur à mi-hauteur obtenue avec B<sub>4</sub>C implique une tolérance plus faible sur la position du pic lors de la réalisation de l'optique, ainsi que des gradients d'épaisseur plus importants pour garantir l'acceptance angulaire.

La dissymétrie naturelle des interfaces [a-Si/Mo] encourage à renforcer l'épaisseur de barrière à l'interface Mo/a-Si.

A partir de ces simulations, nous avons privilégié le facteur de largeur à mi-hauteur et retenu le matériau barrière a-SiC. De plus, au-delà de 500°C, il semble que le B<sub>4</sub>C ne soit plus un composé stable.[26]. Nous avons retenu les épaisseurs totales de barrière permettant une réflectivité supérieure à 0,60 à laquelle on ajoute une marge de réflectivité correspondant à la différence théorie-réalisation de 0,07. On obtient une épaisseur totale de matériau barrière a-SiC comprise entre 1,2 nm et 2,4 nm. Nous étudierons  $\eta$  compris entre 0,5 et 0,7.

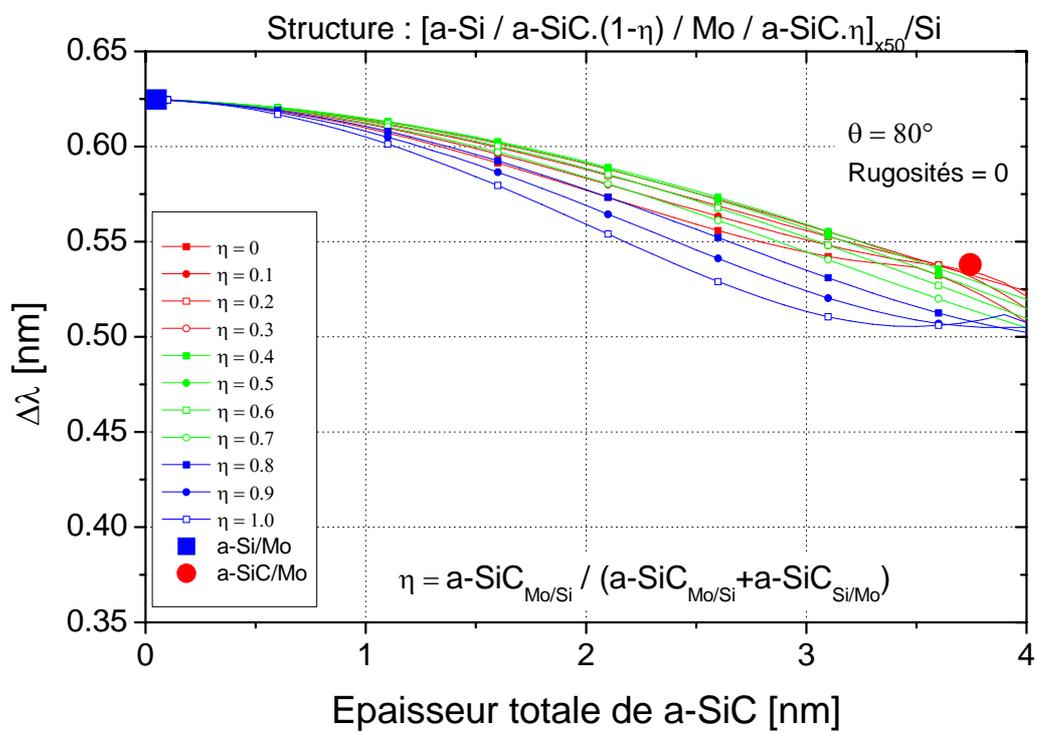
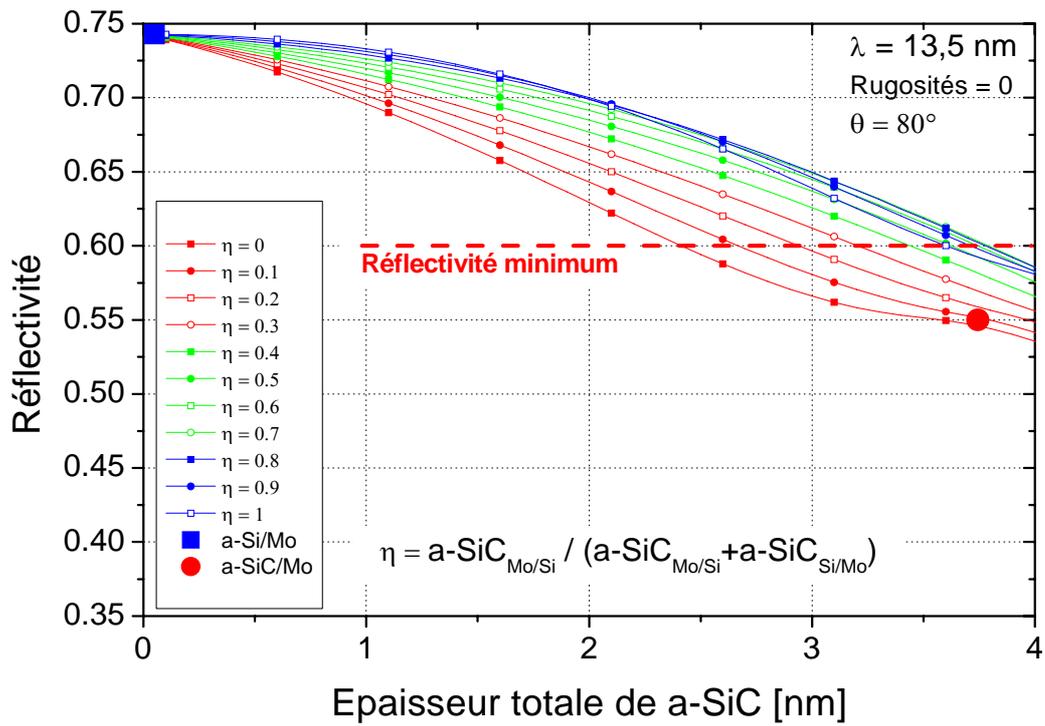


Figure 3.20 : Comparaison des performances théorique en réflectivité et en largeur à mi-hauteur des structures avec des barrières en a-SiC

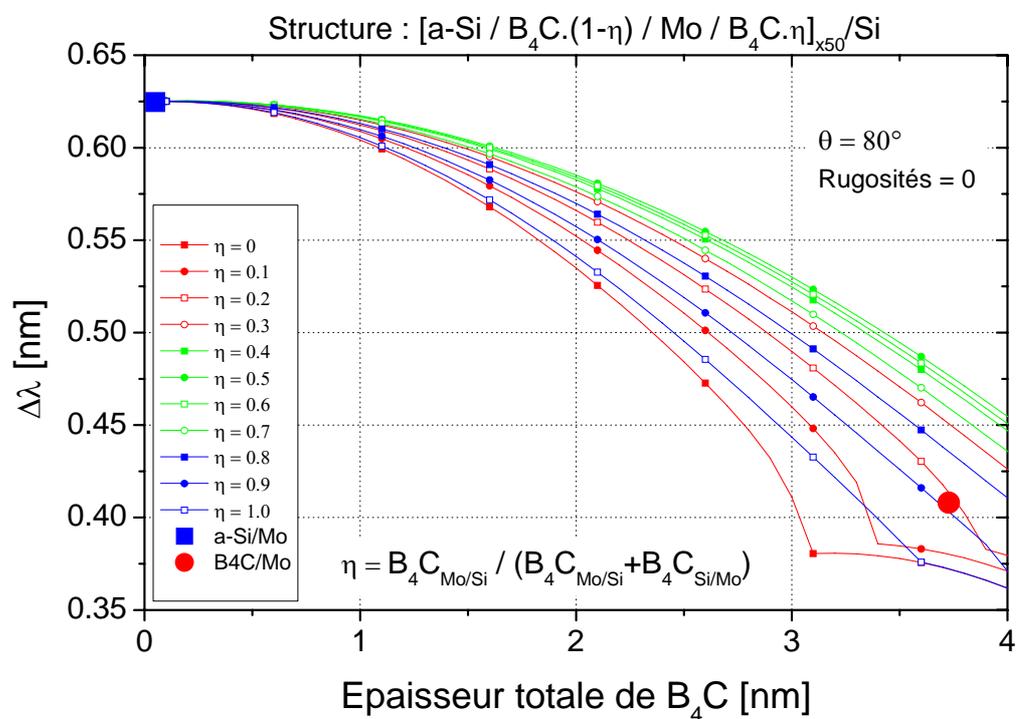
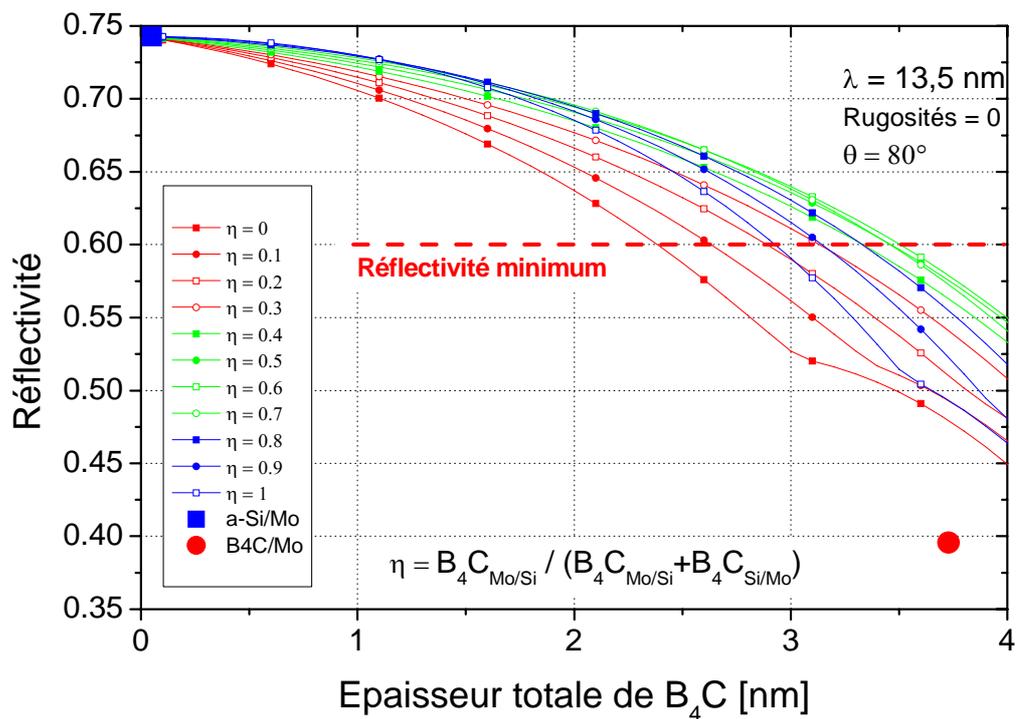


Figure 3.21 : Comparaison des performances théorique en réflectivité et en largeur à mi-hauteur des structures avec des barrières en  $B_4C$

Le Tableau 3.7 présente les différents échantillons avec les paramètres optimisés théoriques où a-SiC représente l'épaisseur totale de matériau barrière dans une période,  $\eta$  est le rapport des épaisseurs de barrière,  $\Delta\lambda$  est la largeur à mi-hauteur du pic et  $R_{\text{Max}}-7\%$  est la réflectivité maximum à 13,5 nm moins la marge de réflectivité (doit être supérieur à 0,6).

**Tableau 3.7 Liste des paramètres des structures optimisées dans les familles MP 08 0XX**

Nom dépôt	a-SiC [nm]	$\eta$	$\Delta\lambda$ [nm]	$R_{\text{Max}}$ - 7%	a-Si [nm]	a-SiC <sub>Si/Mo</sub> [nm]	Mo [nm]	a-SiC <sub>Mo/Si</sub> [nm]
MP 08 002	1,2	0,50	0,714	0,644	3,33	0,6	2,49	0,6
MP 08 003	1,8	0,50	0,693	0,623	2,83	0,9	2,40	0,9
MP 08 004	2,4	0,50	0,667	0,597	2,30	1,2	2,34	1,2
MP 08 006	1,5	0,60	0,709	0,639	3,09	0,6	2,44	0,9
MP 08 007	1,8	0,67	0,702	0,632	2,84	0,6	2,38	1,2
MP 08 011	2,4	0,63	0,676	0,606	2,32	0,9	2,32	1,5

Le Tableau 3.8 représente les valeurs des épaisseurs des familles d'échantillons réalisés ainsi que les performances EUV.  $R_{\text{Max}}$  représente la réflectivité maximum des échantillons réalisés et  $\Delta\lambda$  sa largeur à mi-hauteur.

**Tableau 3.8 : Épaisseurs visées pour les familles MP 08 0XX et grandeurs caractéristiques mesurées**

Nom dépôt	a-Si [nm]	a-SiC <sub>Si/Mo</sub> [nm]	Mo [nm]	a-SiC <sub>Mo/Si</sub> [nm]	période [nm]	$R_{\text{Max}}$ mesuré	$\Delta\lambda$ [nm]
MP 08 002	3,33 <sup>±0,03</sup>	<b>0,6</b> <sup>±0,01</sup>	2,49 <sup>±0,02</sup>	<b>0,6</b> <sup>±0,01</sup>	7,02 <sup>±0,03</sup>		
MP 08 003	2,96 <sup>±0,03</sup>	<b>0,9</b> <sup>±0,01</sup>	2,40 <sup>±0,02</sup>	<b>0,9</b> <sup>±0,01</sup>	7,16 <sup>±0,03</sup>		
MP 08 004	2,58 <sup>±0,03</sup>	<b>1,2</b> <sup>±0,02</sup>	2,34 <sup>±0,02</sup>	<b>1,2</b> <sup>±0,02</sup>	7,32 <sup>±0,03</sup>	0,606	0,56
MP 08 006	3,20 <sup>±0,03</sup>	<b>0,6</b> <sup>±0,01</sup>	2,44 <sup>±0,02</sup>	<b>0,9</b> <sup>±0,01</sup>	7,14 <sup>±0,02</sup>		
MP 08 007	2,94 <sup>±0,03</sup>	<b>0,6</b> <sup>±0,01</sup>	2,38 <sup>±0,02</sup>	<b>1,2</b> <sup>±0,02</sup>	7,12 <sup>±0,03</sup>		
MP 08 011	2,53 <sup>±0,03</sup>	<b>0,9</b> <sup>±0,01</sup>	2,32 <sup>±0,02</sup>	<b>1,5</b> <sup>±0,02</sup>	7,25 <sup>±0,05</sup>	0,602	0,54

D'un point de vue réalisation, les épaisseurs d'a-SiC et de Mo ont été ajustées à  $\pm 0,02$  nm et l'épaisseur de a-Si été fixée plus grossièrement afin de simplifier les calibrations. L'inhomogénéité sur la période de la multicouche d'une même famille, représentée sur la Figure 3.22, est mesurée à  $\pm 0,05$  nm ce qui correspond à une incertitude sur la position du pic de réflectivité de  $\pm 0,1$  nm pour une même famille d'échantillon. Pour toutes les familles les

pics de réflectivité sont centrés autour de  $\lambda = 13,7 \text{ nm}$  à  $\pm 0,4 \text{ nm}$  pour un angle d'incidence normale à la surface.

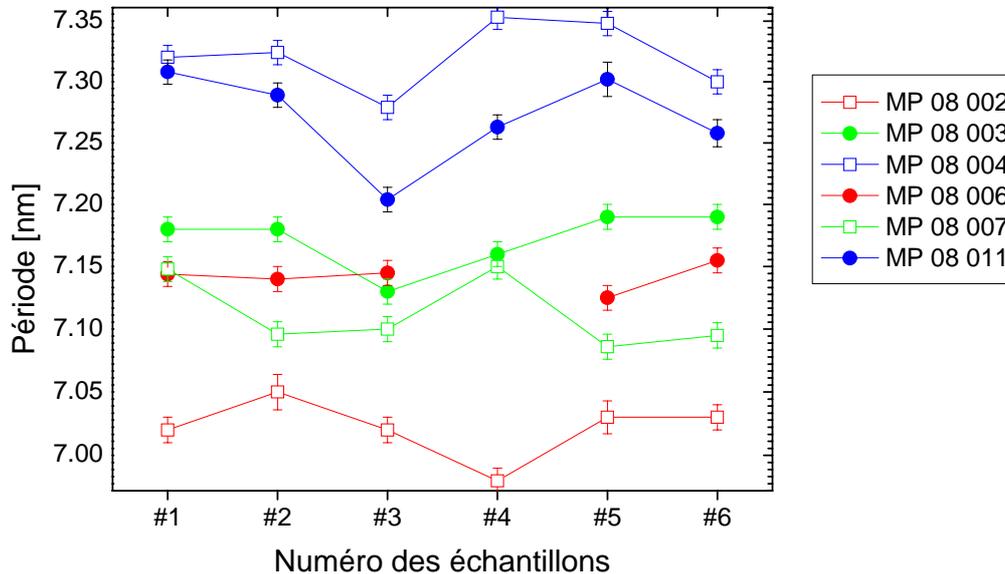
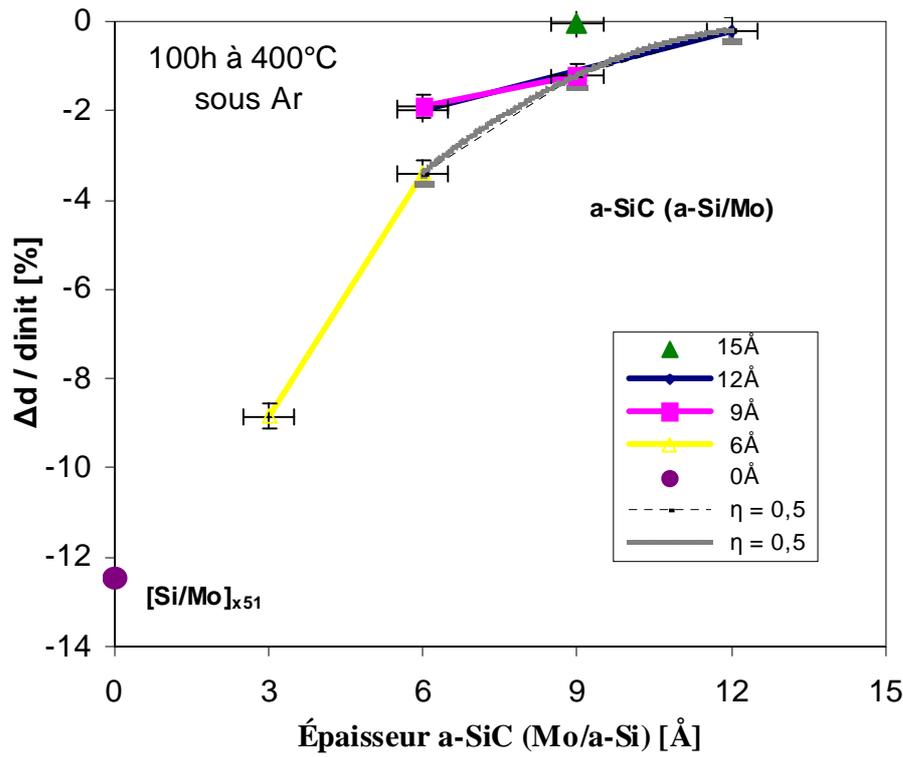


Figure 3.22 : Homogénéité des périodes des échantillons des familles MP 08 0XX

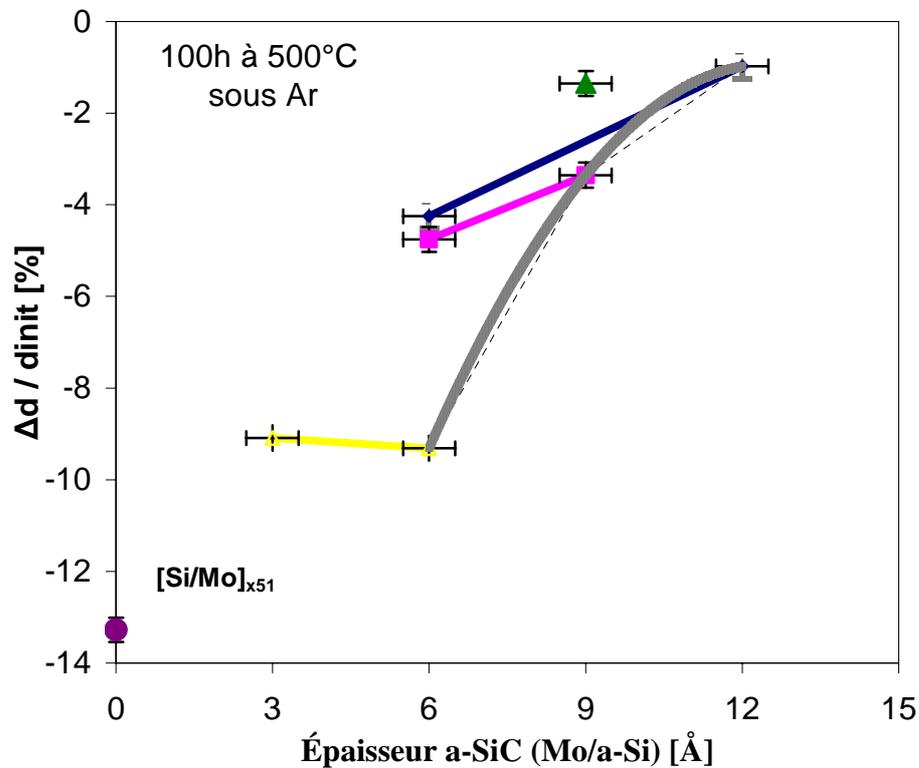
## Résultats expérimentaux et analyse

L'érosion et la pollution de surface réduisent naturellement le pouvoir réflecteur des miroirs. Les performances des revêtements qui ont été étudiées sont la réflectivité EUV moyenne obtenue par la structure ainsi que sa stabilité déterminée à partir de la position du pic de réflectivité autour de  $\lambda=13,5 \text{ nm}$ . Or on considère qu'un décalage de la position du pic égale à la demi-largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda$  réduit de moitié les performances de l'ensemble du système optique en terme de réflectivité,. Le paramètre clef est donc la stabilité de la structure périodique. Cette stabilité nous permettra de répondre à la question : est ce que la structure optimisée avec des barrières de a-SiC peut résister à des températures de plus de  $400^\circ\text{C}$  ?

Dans la suite, nous comparerons les performances de réflectivité EUV et de stabilité structurale des échantillons optimisés ainsi que ceux de l'étude précédente : la série MP 06 155 [a-Si/Mo] sans barrière et la série MP 06 148 [a-SiC/a-Si/a-SiC/Mo] qui a présenté les meilleurs résultats de tenue à  $300^\circ\text{C}$ . Nous allons nous intéresser aux variations de la structure après 100 h de recuit à  $400^\circ\text{C}$  et à  $500^\circ\text{C}$ . Puis pour les plus performantes d'entre elles, nous nous intéresserons à l'évolution temporelle (vieillessement).



(a)



(b)

Figure 3.23 : Influence des épaisseurs d'a-SiC aux interfaces sur la stabilité de la période  $d$  de l'empilement après un recuit pendant 100h sous Ar (a) à 400°C et (b) à 500°C

La Figure 3.23 représente la contraction de période  $\Delta d$  rapportée par rapport à la période initiale  $d_{init}$ . L'axe des abscisses représente l'épaisseur de la barrière a-SiC à l'interface Mo/a-Si des différentes familles d'échantillons. Les familles sont regroupées en fonction de l'épaisseur de la barrière a-SiC à l'interface a-Si/Mo.

Pour un recuit à 400°C pendant 100h sous atmosphère d'Ar, on observe la plus forte contraction de période pour la structure a-Si/Mo. Puis plus la somme des épaisseurs des 2 barrières augmente plus la période est invariante en épaisseur. Les 2 structures quasi-invariantes sont celles ayant un total de 2,4 nm d'épaisseur d'a-SiC par période. On observe que pour une répartition symétrique ( $\eta=0,5$ ) une valeur minimum de l'épaisseur d'a-Si-sur-Mo. Si cette épaisseur est augmentée alors la période de la structure sera plus stable. Réciproquement pour l'épaisseur de la couche barrière d'a-Si-sur-Mo, si son épaisseur est plus élevée que l'autre couche alors la structure est plus stable. Les interfaces semblent avoir le même facteur d'influence sur la stabilité de la structure. La répartition des barrières aux 2 interfaces est déterminée par la dérive maximum de période obtenue pour une répartition symétrique ( $\eta=0,5$ ). On obtient, par interpolation polynomiale d'ordre 2, une loi (3.4) qui fixe la variation de période en fonction de l'épaisseur de a-SiC  $_{Mo/a-Si}$ .

$$\frac{\Delta d}{d_{init}} = -0,080 * a - SiC_{Mo/a-Si}^2 + 1,98 * a - SiC_{Mo/a-Si} - 12,4 \quad (3.4)$$

Pour un recuit à 500°C pendant 100h sous atmosphère d'Ar, on observe toujours la plus forte contraction de période pour la structure a-Si/Mo, un peu plus élevée que précédemment. On observe toujours que plus on augmente la somme des épaisseurs des 2 barrières plus faible est la variation en compression de la période. Les 2 meilleures structures sont celles ayant un total de 2,4 nm d'épaisseur d'a-SiC par période. La structure la plus symétrique semble néanmoins plus stable. La répartition des barrières aux 2 interfaces est déterminée par la dérive maximum de période obtenue pour une répartition symétrique ( $\eta=0,5$ ). On obtient, par interpolation polynomiale d'ordre 2, une loi (3.5) qui fixe la variation de période en fonction de l'épaisseur de a-SiC.

$$100 * \left( \frac{\Delta d}{d_{init}} \right) = -0,198 * a - SiC_{Mo/a-Si}^2 + 4,97 * a - SiC_{Mo/a-Si} - 31,96 \quad (3.5)$$

Ces résultats de recuit sur une longue période de 100 heures (la bibliographie décrit en général des recuits d'une heure sous Ar), nous ont amenés à nous interroger sur l'influence du temps de recuit sur l'évolution de la période  $d$  de l'empilement. La Figure 3.24 représente la variation relative de la période en fonction du temps pour un recuit à 400°C sous Ar.

Première constatation, l'absence de barrière engendre un décalage dès la première heure de recuit, puis la période continue à se contracter de façon logarithmique avec le temps. La Figure 3.19 montre aussi que la structure multicouche disparaît au fur et à mesure avec la disparition des pics de Bragg d'ordre élevé.

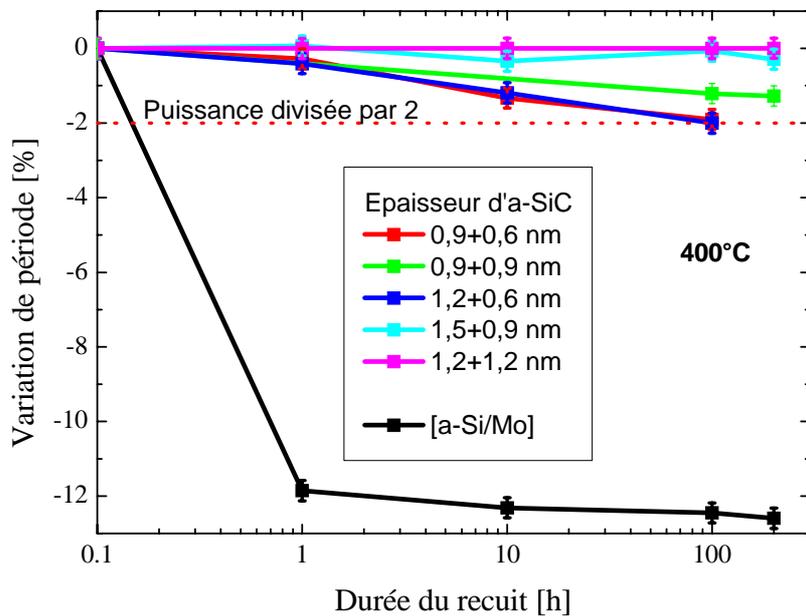


Figure 3.24 : Influence du temps de recuit à 400°C sur la période  $d$  de l'empilement et la limite de déviation à -2% en pointillé qui représente une variation de demi-largeur à mi-hauteur pour une incidence proche de la normale.

Les structures dont l'épaisseur des barrières est insuffisante évoluent en fonction du temps de recuit. La variation relative de période se traduit par un faible décalage à l'origine  $\beta$  durant les premières heures de recuit puis une variation logarithmique en fonction du temps. La structure de référence [Mo/a-Si] quant à elle montre un décalage important après la première heure puis une évolution logarithmique faible en fonction du temps. Les paramètres des courbes ajustées suivant l'équation suivante (3.6) sont présentés dans le Tableau 3.9.

$$100 * \left( \frac{\Delta d}{d_{init}} \right) = \alpha * \ln(t/t_0) + \beta \quad (3.6)$$

**Tableau 3.9 : Paramètres de l'évolution de la contraction de période relative d'une multicouche en fonction du temps de recuit sous Ar à 400 °C**

Famille	a-SiC totale [nm]	$\eta$	$\alpha$	$\beta$
MP 06 155	0	-	- 1,31.10 <sup>-3</sup>	- 119,0.10 <sup>-3</sup>
MP 08 006	1,5	0,50	- 3,46.10 <sup>-3</sup>	- 3,9.10 <sup>-3</sup>
MP 08 007	1,8	0,67	- 3,46.10 <sup>-3</sup>	- 3,9.10 <sup>-3</sup>
MP 08 003	1,8	0,50	- 1,42.10 <sup>-3</sup>	- 5,3.10 <sup>-3</sup>
MP 08 011	2,4	0,63	- 0,42.10 <sup>-3</sup>	- 0,3.10 <sup>-3</sup>
MP 08 004	2,4	0,50	- 0,42.10 <sup>-3</sup>	- 0,3.10 <sup>-3</sup>

L'ajustement des paramètres d'évolution de la structure permet d'évaluer la durée de vie des performances optimales d'une structure en fonction d'un seuil arbitraire.

Pour donner une estimation approchée de la durée de vie à partir du calage du pic de réflectivité, il est nécessaire de déterminer un seuil de variation acceptable puis de calculer le temps nécessaire pour l'atteindre en utilisant l'équation (3.6). Le décalage de la position du pic de réflectivité  $\varepsilon_\lambda$  se traduit par une variation relative de période maximale  $\Delta d/d_{init}$ . En utilisant la loi de Bragg (1.1), on peut poser l'expression suivante :

$$|\varepsilon_\lambda| \geq 2 * \left( \frac{\Delta d}{d_{init}} \right) * \sin(\theta) * \sqrt{1 - \frac{2\delta_{eff}(\lambda)}{\sin(\theta)^2}} \quad (3.7)$$

où  $\Delta d/d_{init}$  représente la variation relative de la période de la multicouche,

$\delta_{eff}(\lambda)$  représente le décrement à 1 de la partie réelle de l'indice efficace de la période,

$\theta$  est l'angle de rasance.

Si l'épaisseur de la période  $d_{init}$  est élevée alors nous sommes moins sensible à la variation de la période  $\Delta d$ , ceci est le cas lorsque l'angle d'incidence  $\theta$  est un peu éloigné de la normale. Lorsque la variation de période devient importante, les nouveaux composés formés peuvent modifier fortement la valeur de  $\delta_{eff}(\lambda)$ , donc cette expression nécessite de considérer que l'indice efficace est peu affecté.

La durée de vie du positionnement du pic de réflectivité DV s'exprime à partir les relations (3.6) et (3.7).

$$DV < \exp \left[ \frac{1}{\alpha} \left( \frac{|\varepsilon_\lambda|}{2\sqrt{\sin(\theta)^2 - 2\delta_{eff}(\lambda)}} - \beta \right) \right] \quad (3.8)$$

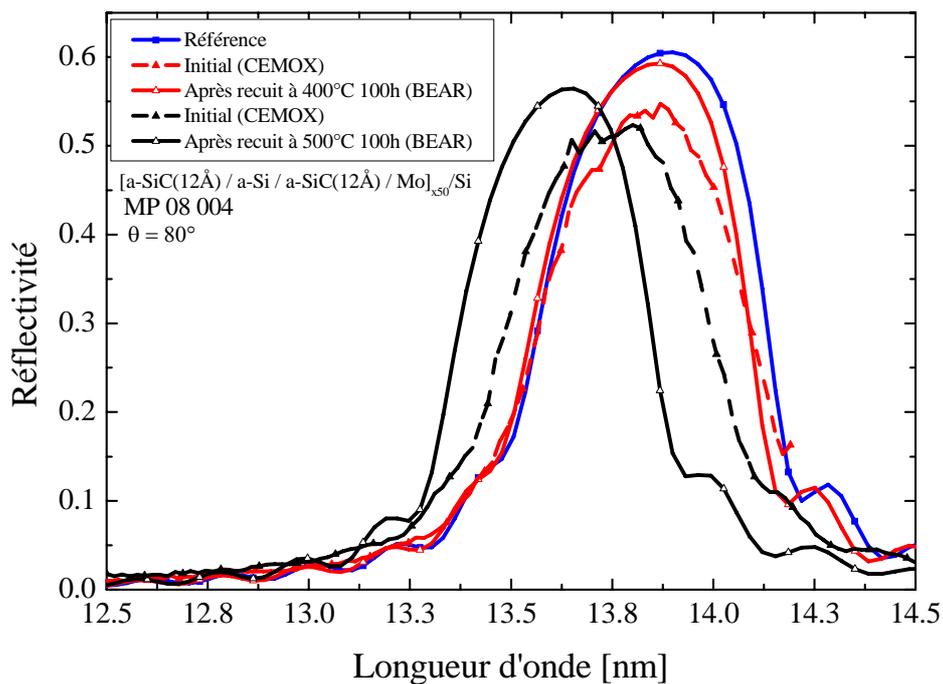
Par exemple, si l'on considère un système optique dont tous les miroirs sont parfaitement calés sur la longueur d'onde d'utilisation à  $\lambda = 13,5$  nm, sous incidence normale ( $\theta = 90^\circ$ ) et qui ont le même pouvoir réflecteur  $R$ , un déplacement du pic de réflectivité de  $\pm\Delta\lambda/2$  entraîne une perte de 50% de la puissance réfléchie.

La Figure 3.25 représente l'évolution de la réflectivité EUV pour les 2 meilleures structures. Les mesures tracées en ligne pleine ont été réalisées sur le réflectomètre de la ligne BEAR, les mesures tracées en pointillés ont été réalisées sur le réflectomètre CEMOX. L'échantillon de référence, en bleu, montre la réflectivité du miroir soumis à une oxydation naturelle. Les mesures CEMOX de l'état initial des échantillons recuits montrent la forme du pic et permettent de déterminer la position en longueur d'onde.

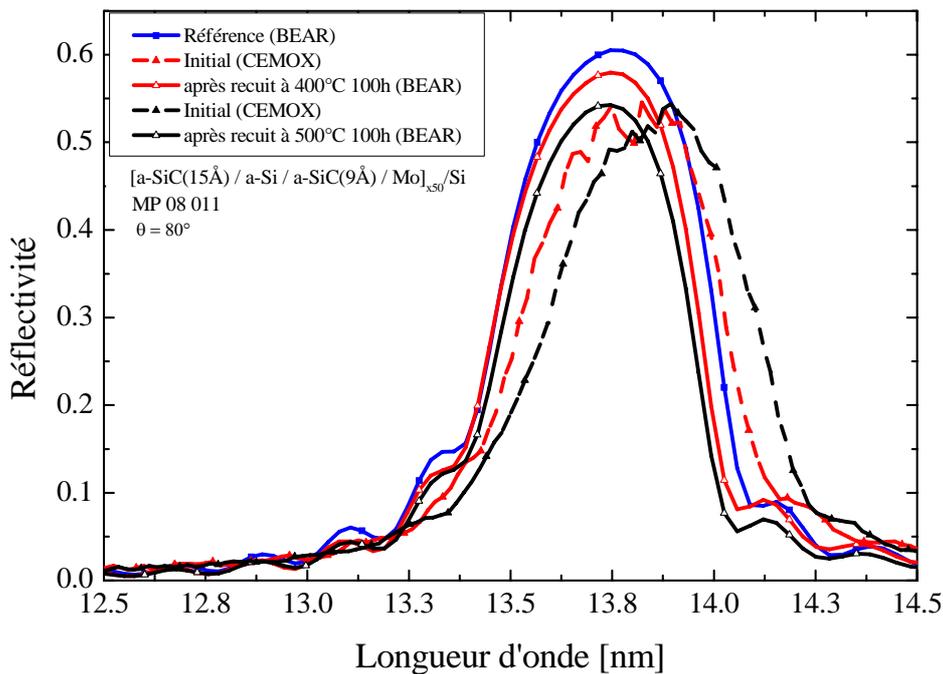
La famille d'échantillons MP 08 004, à barrières symétriques d'a-SiC d'une épaisseur de 1,2 nm chacune, met en évidence une bonne stabilité de la position du pic de réflectivité après un recuit de 100h à 400°C et un décalage vers les courtes longueurs d'onde de -0,13 nm après un recuit de 100h à 500°C. Ces résultats confirment ceux obtenus par les mesures de réflectométrie en X-rasant. La perte de réflectivité absolue est d'environ -0,01 à 400°C et de -0,04 à 500°C.

La famille d'échantillons MP 08 011, à barrières dissymétriques d'a-SiC d'une épaisseur totale de 2,4 nm, met en évidence un décalage de la position du pic de réflectivité de -0,06 nm après un recuit de 100h à 400°C et un décalage vers les courtes longueurs d'onde de -0,13 nm après un recuit de 100h à 500°C. Ces résultats confirment ceux obtenus par les mesures de réflectométrie en X-rasant. La perte de réflectivité absolue est d'environ -0,025 à 400°C et de -0,06 à 500°C.

Cette série de mesures permet de mieux discriminer les 2 meilleures structures ayant la même épaisseur totale de a-SiC de 2,4 nm. La structure ayant des épaisseurs de barrière d'égale épaisseur présente un plus faible décalage spectral et une perte de réflectivité moindre après un recuit de 100 h à 400 °C. Néanmoins, à une température de recuit de 500 °C, le pouvoir réflecteur de la structure à barrière symétrique reste plus élevé mais le décalage spectral devient équivalent pour les 2 structures.



(a)



(b)

Figure 3.25 : Évolution de la réflectivité EUV des différents échantillons d'une même famille avant recuit mesurée sur CEMOX (pointillé) puis après recuit un recuit de 100h sous Ar mesurée sur rayonnement synchrotron à 400°C (rouge) et 500°C (noir), (a) famille MP 08 004 (b) famille MP 08 011

La Figure 3.26 représente l'évolution des mesures de réflectivité en X-asant des 2 meilleures structures. L'état initial des 2 familles d'échantillon est représenté en noir en haut des graphiques cumulés. On observe que la position des pics de Bragg n'est pas exactement la même mais que pour tous les échantillons, le 3<sup>ième</sup> pic de Bragg est fortement atténué. Cette atténuation remarquable correspond à une répartition particulière entre le Mo et les matériaux a-Si et a-SiC qui ont des indices très proches à la longueur d'onde de la raie K $\alpha$  du Cu, environ 1/3 de Mo dans l'épaisseur totale de la période.

La largeur des pics de Bragg aux grands angles est différente entre les 2 familles. Comme nous l'avons vu dans le Chapitre 2.1, le réflectomètre en X-asant est sensible au gradient d'épaisseur des échantillons. Les échantillons de la famille MP 08 004 ont été mesurés selon l'orientation ayant le faible gradient d'épaisseur. Les pics de Bragg aux grands angles sont donc fins. Les échantillons de la famille MP 08 011 ont été mesurés selon l'orientation ayant le plus fort gradient d'épaisseur, la position du pic représente la moyenne pondérée des différentes périodes mesurées. La mesure par réflectométrie en X-asant est plus sensible à la valeur moyenne de la période aux grands angles, on obtient donc des pics plus larges aux grands angles. En mesurant la position centrale du pic, on obtient néanmoins la même information sur la dérive de la valeur moyenne de l'épaisseur de la période.

La famille d'échantillons MP 08 004, à barrières symétriques d'a-SiC d'une épaisseur de 1,2 nm chacune, met en évidence une bonne stabilité de la position du pic de réflectivité après un recuit à 400°C pour différentes durées et un décalage vers les grands angles (diminution de la période) après un recuit de 100h à 500°C. Lors du recuit à 400°C, on observe qu'après la première heure de recuit le 3<sup>ième</sup> pic de Bragg est amplifié alors que le 5<sup>ième</sup> pic de Bragg s'atténue pour de nouveau s'amplifier après un temps de recuit plus long. D'autre part, le minimum qui était sur le 3<sup>ième</sup> pic se déplace vers le 2<sup>nd</sup> pic avec une position maximum représentée dans le spectre à 500°C.

La famille d'échantillons MP 08 011, à barrières dissymétriques d'a-SiC d'une épaisseur totale de 2,4 nm, met en évidence les mêmes observations que la famille MP 08 004 pour une température de recuit à 400°C. Pour une température de 500°C, la valeur de la période diminue légèrement plus 1,5% contre 1,2%.

Dans les deux familles, la période est constante à 400°C quelque soit le temps de recuit, c'est-à-dire que la position des pics de Bragg est invariante. D'autre part, on observe

que l'angle critique  $\theta_c$  reste constant, à l'erreur de mesure près. Ce paramètre est proportionnel à  $\delta_{\text{eff}}$  l'indice effectif de la structure à  $\lambda = 0,154$  nm tel que  $\theta_c \approx \sqrt{2\delta_{\text{eff}}}$ .

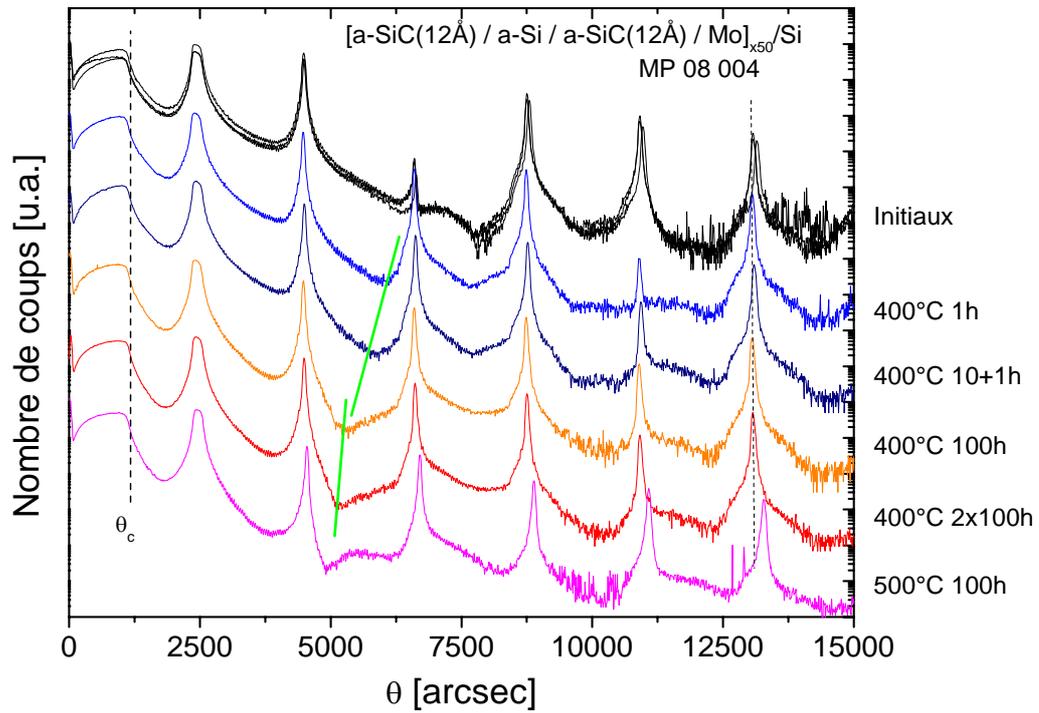
Néanmoins, on observe des variations d'amplitude des pics de Bragg et du fond entre les pics de Bragg et une perte de réflectivité EUV. Ceci signifie des modifications physico-chimiques de la structure qui se réalise à épaisseur constante et à indice effectif moyen en rayons-X constant.

La modification du fond entre deux pics de Bragg s'explique généralement par une modification de la rugosité, ce qui expliquerait la perte de réflectivité. Néanmoins les premières simulations n'arrivent pas à reproduire cette variation du fond sans modification de l'amplitude des pics de Bragg.

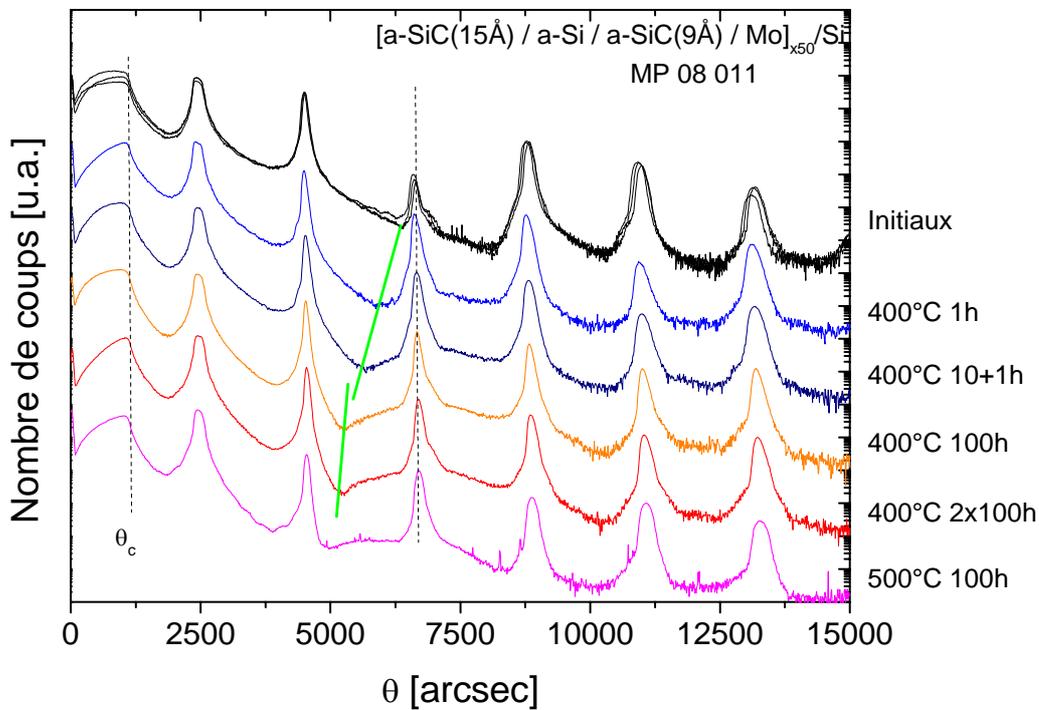
Un autre effet combiné serait la formation de siliciures des deux types  $\text{MoSi}_2$  ou  $\text{Mo}_3\text{Si}_5$  identifiés [11, 45]. La modélisation est alors plus complexe et il est nécessaire de recouper les résultats du modèle avec une autre source de métrologie.

L'investigation fine de cet effet reste donc à faire, néanmoins on obtient par l'analyse empirique des informations sur :

- les épaisseurs de barrière a-SiC à mettre en œuvre en fonction de la température maximum d'utilisation ;
- les épaisseurs de barrière a-SiC à mettre en œuvre en fonction du décalage de la position du pic de réflectivité EUV tolérée ;
- le rapport des épaisseurs de a-SiC qui détermine la réflectivité et la largeur spectrale du pic EUV réfléchi ;



(a)



(b)

Figure 3.26 : Influence du temps et de la température de recuit sur les mesures de réflectivité en X-rasant des 2 meilleures familles (a) MP 08 004 et (b) MP 08 011

### **3.5 Conclusion**

Les travaux présentés sont partis de la constatation que le revêtement multicouche simple a-Si/Mo utilisé généralement dans la réalisation des optiques pour la Lithographie EUV est instable dans leur environnement de travail ; en particulier la multicouche évolue sous l'effet de l'érosion due aux particules neutres provenant de la source ainsi qu'à la charge calorifique due aux rayonnements émis par la source. Les particules neutres qui ne sont plus en régime balistique sont quant à elles à l'origine de dépôts absorbants en surface du miroir. Dans cette étude nous avons essayé de trouver des solutions qui puissent augmenter la durée de vie des performances du miroir.

Nous avons vérifié que l'environnement de stockage et de montage dans un environnement de laboratoire influent peu sur le pouvoir réflecteur des miroirs. Pour obtenir une meilleure résistance à l'érosion et à la température nous avons ajouté aux deux interfaces des structures [a-Si/Mo] des matériaux dits « barrières ». Les matériaux étudiés sont B<sub>4</sub>C et a-SiC. B<sub>4</sub>C présente une vitesse d'érosion 2 fois moindre que a-SiC et 5 fois moins que a-Si ou Mo. Malheureusement il ne semble pas adapté aux hautes températures à haute réflectivité et large bande spectrale. L'étude de a-SiC a permis d'obtenir des structures stables à 400 °C sur une durée de 200h.

Ces résultats permettent de distinguer 2 types de revêtements en fonction de la stratégie de choix de l'optique de collection. Le concept du collecteur dépend de la technologie de génération du plasma et de l'encombrement acceptable :

Pour les optiques refroidies, pour lesquelles le substrat est parcouru par un fluide refroidissant qui régule la température en-dessous du seuil de modification physico-chimique de la structure : il semble intéressant d'utiliser des barrières de B<sub>4</sub>C afin de limiter l'effet de l'érosion tout en conservant un bon pouvoir réflecteur.

Pour les optiques chauffées, pour lesquelles le substrat est parcouru par un fluide chauffant ou qui sont équipées d'un système résistif chauffant qui régule la température au-dessus du seuil de fusion des matériaux de la source plasma : il est alors préférable d'utiliser a-SiC aux interfaces afin de limiter le décalage du pic de réflectivité et conserver une bonne réflectivité.

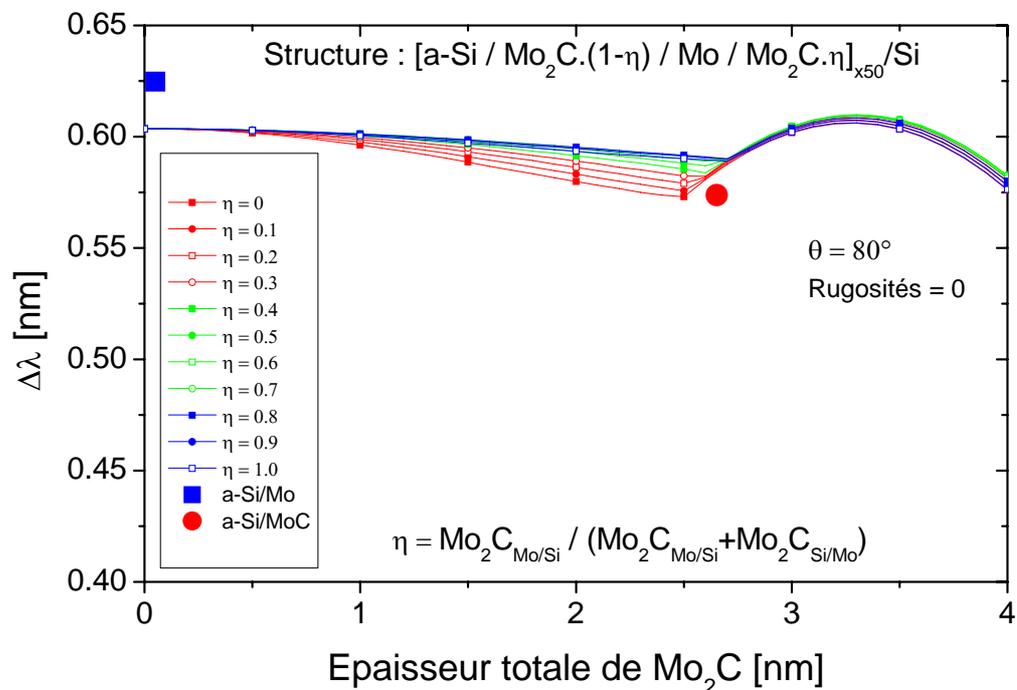
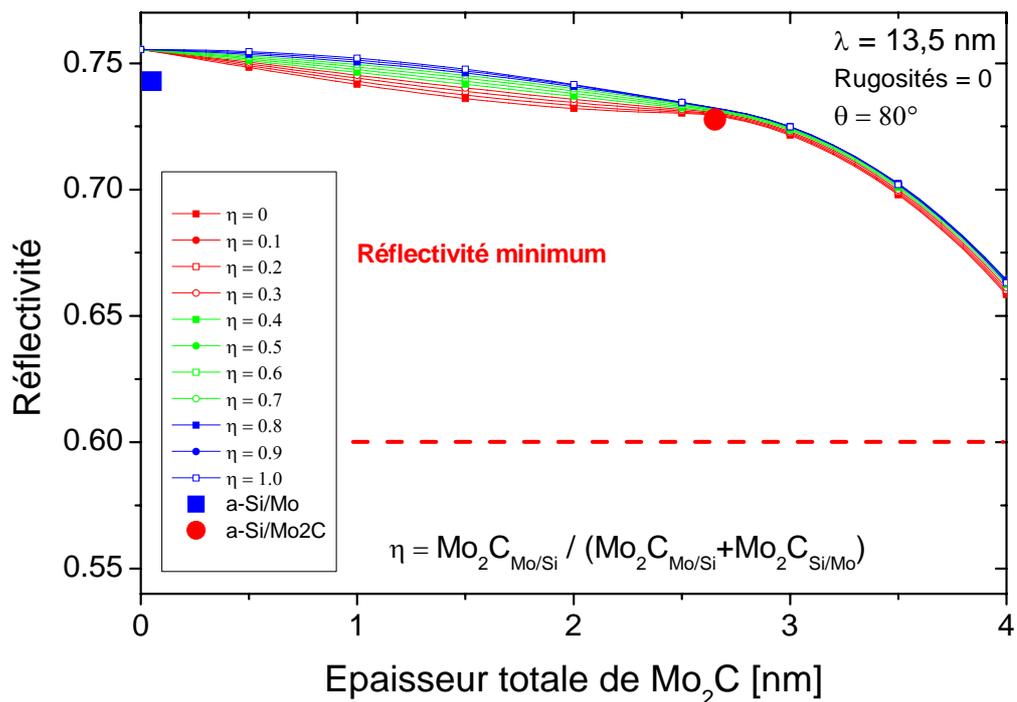


Figure 3.27 : Performances théorique en réflectivité et en largeur à mi-hauteur des structures avec des barrières en Mo<sub>2</sub>C

Ces travaux ont été réalisés en collaboration avec la société Sagem Défense et Sécurité du groupe Safran et le Laboratoire des Matériaux Avancés de l'IN2P3. Ce dernier possède une grande expérience dans la réalisation des revêtements sur des grandes surfaces [MercierYthier07]. Cette collaboration entre laboratoires a permis au LMA de s'appuyer sur notre expertise de caractérisation afin d'optimiser ses procédés de dépôt pour les besoins de l'EUV.

En perspective, plusieurs voies restent à explorer.

D'un point de vue matériau, il reste à comprendre la dynamique physico-chimique de l'évolution de l'interdiffusion dans les structures [a-SiC/a-Si/a-SiC/Mo] en fonction du temps de recuit. De plus, il serait intéressant de compléter ces expériences par une étude de multicouches Mo/Si avec des couches barrières de  $\text{Mo}_2\text{C}$  qui semblent théoriquement très intéressantes pour le compromis haute température [15], largeur à mi-hauteur et pouvoir réflecteur élevé, dont les simulations sont présentées sur la Figure 3.27.

D'un point de vue système et validation des résultats, il serait nécessaire de multiplier les tests d'utilisation des multicouches sur les sources EUV réelles de différentes technologies (DPP et LPP) afin d'identifier les paramètres d'endommagement majeur de chaque source en fonction des matériaux émetteurs. Le principal problème provient du fait que les sources sont dans des cycles de développement industriel et en perpétuelle évolution avec une réduction des facteurs d'endommagement. Les progrès réalisés obligent parfois à revoir les compromis faits lors de la conception du revêtement, il est donc important de créer des collaborations fortes avec les sociétés qui développent les sources afin d'anticiper au mieux les besoins du futur.

### **3.6 Bibliographie**

- [1] H. Nakajima, H. Fujimori, and M. Koiwa, "Interdiffusion and structural relaxation in mo/si multilayer films," *Journal of Applied Physics*, vol. 63, no. 4, pp. 1046–1051, 1988.
- [2] R. S. Rosen, D. S. P. Vernon, G. Stearns, M. A. Viliardos, M. E. Kassner, and Y. Cheng, "Silicide layer growth rates in mo/si multilayers," *Appl. Opt.*, vol. 32, pp. 6975–6980, December 1993. *Applied Optics*, Vol. 32, Issue 34, pp. 6975-6980.
- [3] H.-J. Voorma, E. Louis, N. B. Koster, and F. Bijkerk, "Temperature induced diffusion in mo/si multilayer mirrors," *Journal of Applied Physics*, vol. 83, no. 9, pp. 4700–4708, 1998.
- [4] A. Hardouin, "Maîtrise des performances et de la réalisation de revêtements multicouches pour les optiques dans le domaine de l'extrême ultraviolet," Master's thesis, Rapport de DEA, Septembre 2004.
- [5] A. Hardouin, F. Delmotte, M.-F. Ravet, A. Jérôme, C. Montcalm, R. Siebrecht, M. Roulliay, and E. Gullikson, "Development of mo/si multilayers mirrors for euv lithography," in *The 8th International Conference on the Physics of X-Ray Multilayer Structures*, Mars 2006.
- [6] S. Bajt, D. G. Stearns, and P. A. Kearney, "Investigation of the amorphous-to-crystalline transition in mo/si multilayers," *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 2, pp. 1017–1025, 2001.
- [7] T. Feigl, H. Lauth, S. Yulin, and N. Kaiser, "Heat resistance of euv multilayer mirrors for long-time applications," *Microelectronic Engineering*, vol. 57-58, pp. 3–8, September 2001.
- [8] T. Bottger, D. C. Meyer, P. Paufler, S. Braun, M. Moss, H. Mai, and E. Beyer, "Thermal stability of mo/si multilayers with boron carbide interlayers," *Thin Solid Films*, vol. 444, pp. 165–173, November 2003.
- [9] M. Ishino, O. Yoda, H. Takenaka, K. Sano, and M. Koike, "Heat stability of mo/si multilayers inserted with compound layers," *Surface and Coatings Technology*, vol. 169-170, pp. 628–631, June 2003.
- [10] S. Bajt and D. G. Stearns, "High-temperature stability multilayers for extreme-ultraviolet condenser optics," *Appl. Opt.*, vol. 44, no. 36, pp. 7735–7743, 2005.
- [11] H. Maury, P. Jonnard, J.-M. André, J. Gautier, F. Bridou, F. Delmotte, and M.-F. Ravet, "Interface characteristics of mo/si and b4c/mo/si multilayers using non-destructive x-ray techniques," *Surface Science*, vol. 601, pp. 2315–2322, June 2007.
- [12] P. Boher, *Traitements et dépôts par plasmas à l'échelle nanométrique*. Habilitation à diriger les recherches, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 27 juin 1991.
- [13] H. Takenaka and T. Kawamura, "Thermal stability of mo/c/si/c multilayer soft x-ray mirrors," *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, vol. 80, pp. 381–384, May 1996.
- [14] H. Maury, P. Jonnard, J.-M. André, J. Gautier, M. Roulliay, F. Bridou, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, A. Jérôme, and P. Holliger, "Non-destructive x-ray study of the interphases in mo/si and mo/b4c/si/b4c multilayers," *Thin Solid Films*, vol. 514, pp. 278–286, August 2006.
- [15] T. Feigl, S. A. Yulin, N. Kaiser, and R. Thielsch, "Magnetron sputtered euv mirrors with high-thermal stability," *Emerging Lithographic Technologies IV*, vol. 3997, no. 1, pp. 420–430, 2000.
- [16] E. Quesnel, "Dispositif optique à stabilité mécanique renforcée fonctionnant dans l'extrême ultraviolet et masque de lithographie comportant un tel dispositif," 2003.
- [17] S. Bajt, J. B. Alameda, T. W. Barbee, W. M. Clift, J. A. Folta, B. Kaufmann, and E. A. Spiller, "Improved reflectance and stability of mo-si multilayers," *Optical Engineering*, vol. 41, pp. 1797–1804, January 2002.
- [18] A. Jankowski, C. Saw, C. Walton, J. Hayes, and J. Nilsen, "Boron-carbide barrier layers in scandium-silicon multilayers," *Thin Solid Films*, vol. 469-470, pp. 372–376, December 2004.
- [19] H. Maury, P. Holliger, B. Farès, J. Gautier, M. Roulliay, F. Bridou, F. Delmotte, M.-F. Ravet, J.-M. André, and P. Jonnard, "Analysis of a b4c/mo/si multilayer interferential mirror by sims: influence of the sputtering ion," *Surface and Interface Analysis*, vol. 38, no. 4, pp. 781–783, 2006.

- [20] S. Braun, H. Mai, M. Moss, R. Scholz, and A. Leson, "Mo/si multilayers with different barrier layers for applications as extreme ultraviolet mirrors," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 41, pp. 4074–4081, January 2002.
- [21] S. Y. Lee, T. G. Kim, and J. Ahn, "Enhancement of extreme ultraviolet reflective multilayer properties by the insertion of ru barrier layer," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 42, pp. 3792–3795, 2003.
- [22] J. Troy W. Barbee and M. A. Wall, "Interface reaction characterization and interfacial effects in multilayers," *Grazing Incidence and Multilayer X-Ray Optical Systems*, vol. 3113, no. 1, pp. 204–213, 1997.
- [23] Y. Muramatsu, H. Takenaka, Y. Ueno, E. M. Gullikson, and R. C. C. Perera, "Chemical bonding state analysis of silicon carbide layers in mo/sic/si multilayer mirrors by soft x-ray emission and absorption spectroscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 77, no. 17, pp. 2653–2655, 2000.
- [24] J. I. Larruquert, "Layer-by-layer design method for multilayers with barrier layers: application to Si/Mo multilayers for extreme-ultraviolet lithography," *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 21, no. 9, pp. 1750–1760, 2004.
- [25] D. L. Windt, "Imd - software for modeling the optical properties of multilayer films," *Computers in Physics*, vol. 12, p. 360, July/August 1998.
- [26] K. Kobayashi, K. Maeda, H. Sano, and Y. Uchiyama, "Formation and oxidation resistance of the coating formed on carbon material composed of b4c-sic powders," *Carbon*, vol. 33, no. 4, pp. 397–403, 1995.
- [27] C. Radtke, I. J. R. Baumvol, J. Morais, and F. C. Stedile, "Initial stages of sic oxidation investigated by ion scattering and angle-resolved x-ray photoelectron spectroscopies," *Applied Physics Letters*, vol. 78, no. 23, pp. 3601–3603, 2001.
- [28] C. Virojanadara and L. I. Johansson, "Studies of oxidized hexagonal sic surfaces and the sic/sio2 interface using photoemission and synchrotron radiation," *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 16, pp. S1783–S1814 S1783–S1814, May 2005.
- [29] S. Bajta, N. Edwardsb, and T. E. Madey, "Properties of ultrathin films appropriate for optics capping layers exposed to high energy photon irradiation," *Surface Science Reports*, vol. 63, pp. 73–99, February 2008.
- [30] H. R. Kaufman and R. S. Robinson, "Ion etch rates," tech. rep., Commonwealth Scientific Corporation, June 1986.
- [31] J. Gautier, *Etude et élaboration de revêtements multicouches pour l'optique extrême ultraviolet dans la gamme spectrale 30-50 nm*. PhD thesis, Université Paris Sud, Institut d'Optique, CNRS, 2005.
- [32] S. Contarini, S. Howlett, C. Rizzo, and B. D. Angelis, "Xps study on the dispersion of carbon additives in silicon carbide powders," *Applied Surface Science*, vol. 51, pp. 177–183, September 1991.
- [33] C. Bichler, M. Bischoff, H. Langowski, and U. Moosheimer, "The substrate-process interface in thin barrier film coating," in *39th Annual Technical Conference of the Society of Vacuum Coaters, 5-10May 1996, Philadelphia.*, pp. 378–383, 1996.
- [34] C. Wagner, W.M.Riggs, L.E.Davis, J.F.Moulder, and G.E.Mullenberg, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*. Perkin-Elmer Corp., Eden Prairie, MN, USA, 1979.
- [35] J. E. Castle, *Practical Surface Analysis, Vol. 1, second edition*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 1993.
- [36] L. Shaw and R. Abbaschian, "Chemical states of the molybdenum disilicide (mosi2) surface," *Journal of Materials Science*, vol. 30, pp. 5272–5280, January 1995.
- [37] K. Kim, W. Baitinger, J. Amy, and N. Winograd, "Esca studies of metal-oxygen surfaces using argon and oxygen ion-bombardment," *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, vol. 5, pp. 351–367, 1974.
- [38] D. D. Sarma and C. N. R. Rao, "Xpes studies of oxides of second- and third-row transition metals including rare earths," *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, vol. 20, no. 1, pp. 25–45, 1980.
- [39] F. Werfel and E. Minni, "Photoemission study of the electronic structure of mo and mo oxides," *Journal of Physics C: Solid State Physics*, vol. 16, pp. 6091–6100, November 1983.
- [40] C. R. Clayton and Y. C. Lu, "A bipolar model of the passivity of stainless steel: The role of mo addition," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 133, no. 12, pp. 2465–2473, 1986.

- [41] V. Nefedov, D. Gati, B. Dzhurinskii, N. Sergushin, and Y. Salyn, "Simple and coordination compounds. an x-ray photoelectron spectroscopic study of certain oxides," *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, vol. 20, p. 2307–2314, 1975.
- [42] H. Takenaka, H. Ito, T. Haga, and T. Kawamura, "Design and fabrication of highly heat-resistant mo/si multilayer soft x-ray mirrors with interleaved barrier layers," *Journal of Synchrotron Radiation*, vol. 5, pp. 708–710, May 1998.
- [43] C. Johnson, K. Anderson, A. Gromko, and D. Johnson, "Variation of the nucleation energy of molybdenum silicides as a function of the composition of an amorphous precursor," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 120, no. 21, pp. 5226–5232, 1998.
- [44] D. G. Stearns, M. B. Stearns, Y. Cheng, J. H. Stith, and N. M. Ceglio, "Thermally induced structural modification of mo-si multilayers," *Journal of Applied Physics*, vol. 67, no. 5, pp. 2415–2427, 1990.
- [45] H. Maury, J.-M. André, J. Gautier, F. Bridou, F. Delmotte, M.-F. Ravet, P. Holliger, and P. Jonnard, "Physico-chemical study of the interfaces of mo/si multilayer interferential mirrors: correlation with the optical properties," *Surface and Interface Analysis*, vol. 38, pp. 744–747, March 2006.



# 4 Multicouches pour les missions d'observation solaire

---

Le quatrième chapitre de cette thèse porte sur le développement de miroirs pour les missions d'observation solaire. Les nouveaux instruments nécessitant d'avoir des pouvoirs réflecteurs toujours plus élevés et des performances spectrales plus évoluées. Après une présentation des besoins des instruments et des futures missions, nous étudierons la stabilité de la structure [B<sub>4</sub>C/Mo/Si] dans le cadre d'une mission fusée. Cette structure est la base des miroirs "bi-bande" qui ont la propriété de réfléchir deux bandes spectrales et/ou d'améliorer la sélectivité spectrale de façon paramétrable.

<b>4</b>	<b><i>Multicouches pour les missions d'observation solaire</i></b>	<b>167</b>
<b>4.1</b>	<b>Etat de l'art et motivations</b>	<b>171</b>
4.1.1	État de l'art sur les imageurs EUV	171
	Les imageurs	172
	Les filtres	173
	Les revêtements réfléchissants	175
	Les besoins pour l'astrophysique dans l'EUV	179
<b>4.2</b>	<b>Étude de la multicouche B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si</b>	<b>182</b>
4.2.1	Optimisation de l'empilement	182
4.2.2	Caractérisation et modélisation	185
4.2.3	Evaluation de la structure	187
4.2.4	Conclusion	192
<b>4.3</b>	<b>Étude de miroirs bi-bandes EUV</b>	<b>193</b>
4.3.1	Les besoins pour la mission Solar Orbiter	193
4.3.2	Définition de la structure	200
4.3.3	Exemple appliqué à l'astrophysique	209
4.3.4	Bi-bande naturel	211
4.3.5	Bi-bande à sélectivité paramétrable	215
	Famille 17,5 nm & 30,4 nm	217
	Famille 17,5 nm & 33,5 nm	221
	Bilan et perspectives sur les miroirs bi-bandes	227
<b>4.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>229</b>
<b>4.5</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>230</b>

La dépendance aux services des satellites et aux installations électriques des sociétés modernes s'accroît d'année en année. Les orages magnétiques dus au Soleil sont le principal facteur perturbateur extérieur de ces systèmes qui proviennent des éruptions solaires (cf. Chapitre 1.4). Pour pouvoir garantir les services aux sociétés, il est nécessaire d'avoir une bonne compréhension des causes des éruptions afin de mettre en place une météorologie solaire. L'observation du spectre EUV permet de scruter les différentes « strates » du Soleil et d'observer les zones d'émission à l'origine des orages magnétiques. L'imagerie solaire dans ce domaine spectral a réellement débuté dans les années 1980 avec les premiers satellites porteurs de télescopes EUV. Ils utilisaient des miroirs multicouches fonctionnant en incidence normale.

Les systèmes optiques embarqués doivent être compacts, légers et stables. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, les revêtements optiques nécessitent une maîtrise des empilements avec des précisions sur les épaisseurs de couches à quelques dixièmes de nanomètres mais aussi des substrats superpolis ayant des rugosités quadratiques moyennes proches de quelques nanomètres. Les télescopes et les coronographes EUV n'ont pu être développés que grâce à l'avancée des technologies de réalisation des substrats [1], de la connaissance des indices optiques des matériaux [2, 3] et de l'étude de la stabilité des interfaces [4-6]. L'évolution des techniques de dépôt, des méthodes de calcul et d'optimisation de la réflectivité des revêtements a permis le développement de nouveaux revêtements réfléchissants.

Le coût des missions étant élevé, il est nécessaire de garantir aux instruments embarqués la stabilité des performances des composants. Le paramètre d'évolution temporel des performances est le plus difficile à évaluer. Le retour d'expérience de toutes les missions spatiales d'imagerie, aussi appelé "héritage", a permis d'identifier certaines structures particulièrement stables comme le Mo/Si. Cet héritage prend en compte les différents composants utilisés mais aussi leur procédé de fabrication et de qualification. Ceci a pour conséquence de privilégier les revêtements stables déjà utilisés dans les précédentes missions même s'ils sont moins « performants ». Il est donc important de mettre en place des procédés d'évaluation dès l'introduction de nouveaux matériaux dans les revêtements, et d'évaluer les risques de modification de structure, afin de favoriser leur bonne utilisation.

Dans un premier temps, nous allons voir les motivations et les enjeux actuels concernant les miroirs EUV pour les astrophysiciens et les futures missions. Ceci nous conduira à l'optimisation et l'évaluation des revêtements périodiques à base de  $B_4C/Mo/a-Si$  [7, 8], que nous appellerons par la suite « tri-matériaux ». La propriété de ce type de revêtement est d'avoir des réflectivités spectrales élevées sur deux ou trois ordres de diffraction de Bragg successifs. Cette caractéristique a été utilisée pour l'optimisation de miroirs ayant plusieurs bandes de réflexion EUV [9, 10] et pour l'amélioration de la sélectivité spectrale. Nous développerons l'étude de ces miroirs, leur réalisation et leur évaluation.

## **4.1 Etat de l'art et motivations**

L'histoire de l'imagerie solaire EUV a réellement commencé en 1985 avec la première mission fusée embarquant un télescope équipé d'optiques en réflexion, fonctionnant en incidence quasi-normale [11]. Ceci a marqué le début des missions d'observation solaire qui se succèdent depuis lors pour garantir une observation continue de notre étoile. Les plus importantes missions satellite se nomment YOHKOH [12-14], SOHO [15, 16], TRACE[17], STEREO[18, 19] et SDO[20]. Dans une première partie nous allons voir les différents types d'imageurs EUV qui existent, puis les motivations des astrophysiciens et enfin celles liées au développement de miroirs multicouches pour les futures missions.

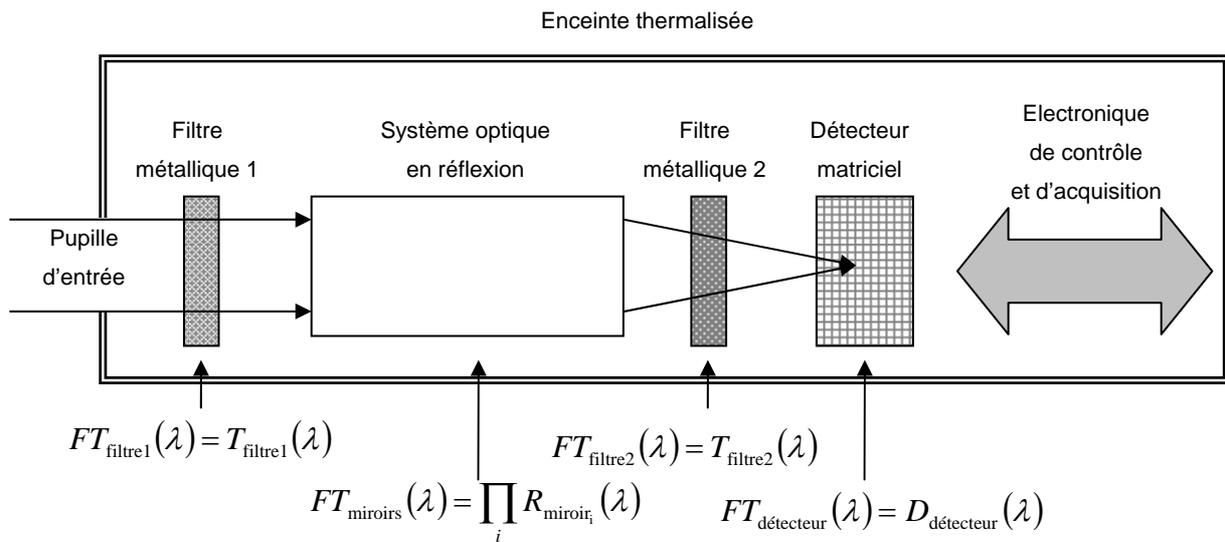
### **4.1.1 État de l'art sur les imageurs EUV**

L'observation du Soleil dans l'EUV est réalisée à l'aide de deux types d'instruments imageurs : les coronographes et les télescopes. Chaque instrument est composé d'un détecteur matriciel, d'un système optique d'imagerie fonctionnant en réflexion et d'un filtre métallique qui supprime la composante spectrale VUV, UV et visible du spectre. Le nombre de canaux\* d'observation est déterminé par la sélectivité des revêtements réfléchissants et par le filtre métallique utilisé.

La Figure 4.1 représente le synoptique d'un système imageurs avec leurs différents composants et les fonctions de transfert en fonction de la longueur d'onde de chaque partie. Les filtres métalliques sont caractérisés par leur transmission spectrale  $T_{\text{filtre}}(\lambda)$ , le système optique imageur par la réflectivité en fonction de la longueur d'onde des différents miroirs qui le composent  $R_{\text{miroir}}(\lambda)$  et le détecteur par sa réponse spectrale  $D_{\text{détecteur}}(\lambda)$ . La fonction de transfert globale de l'imageur est donc le produit des différentes fonctions de transfert.

---

\* Un canal équivaut à une raie d'émission d'un phénomène d'émission



**Figure 4.1 : Synoptique d'un système imageur EUV embarqué**

Nous présentons les principaux types d'imageurs, puis les principaux filtres et enfin les revêtements réfléchissants utilisés dans les missions.

## Les imageurs

Les télescopes EUV permettent une imagerie de l'ensemble du disque solaire ou d'une partie limitée. L'analyse des images amène à une compréhension des conditions initiales et environnementales d'un événement observé. Le couplage de plusieurs canaux d'observation permet aussi d'observer plusieurs températures de plasma. Ces dernières sont liées aux différents événements dans les couches de l'atmosphère solaire ce qui permet donc de sonder les strates atmosphériques du Soleil. Ce type d'instrument permet l'observation pour une orbite de mission où la distance Soleil-imageur peut être variable. Ainsi, on peut observer des zones d'intérêt avec différentes résolutions angulaires sur une orbite elliptique.

Les coronographes EUV sont des télescopes basés sur le principe de l'occultation du disque solaire. Ils donnent une imagerie contrastée de la couronne solaire et des éruptions solaires (en anglais « flare ») vue de profil. Ils sont particulièrement intéressants pour suivre les éjections de matière de la couronne dans l'espace (en anglais « Coronal Mass Ejection ») lorsque les plasmas qui les composent sont encore chauds. Pour améliorer la sensibilité de l'instrument, le principe consiste à occulter la source d'émission principale qui est le disque solaire. Toute la dynamique du détecteur est alors dédiée à l'imagerie contrastée des

événements de faible intensité sans effet de saturation. Ce type d'imageur impose néanmoins une distance d'observation Soleil-imageur fixe tout au long de l'observation.

Par ailleurs, il convient de mentionner la technologie des spectro-imageurs qui permettent de réaliser une série d'images pour différentes longueurs d'onde. L'un des premiers exemplaires fut embarqué sur la station Skylab (SO82A). La sélectivité spectrale étant faible, ce type d'instrument a laissé la place aux instruments spécialisés : télescopes et spectromètres.

### **Les filtres**

Leur fonctionnalité est double, ils éliminent la composante du spectre VUV, UV, visible et IR proche à laquelle les détecteurs matriciels sont sensibles et sélectionnent des régions spectrales EUV en fonction des matériaux qui composent le filtre.

Historiquement, ils furent la première technique de sélectivité spectrale dans les spectromètres [21-25] et les premiers imageurs utilisaient des optiques fonctionnant en incidence rasante [26, 27] sélectionnant une bande spectrale étendue par rapport aux multicouches. Dans les missions actuelles, leur rôle est de couper le domaine spectral non désiré (VUV, UV, visible et IR) et de sélectionner la bande spectrale autour du pic de Bragg des miroirs multicouches [28].

Les membranes les plus opaques au spectre visible et proche IR et ayant une bonne transmission dans l'EUV sont en aluminium (Al). Leur principal inconvénient est la forte atténuation pour les longueurs d'onde inférieures au seuil d'absorption à 17 nm. Ce type de filtre est donc utilisé en entrée des instruments pour protéger les miroirs et le détecteur du spectre solaire non utile. L'aluminium étant conducteur et opaque il protège également les optiques de la charge thermique associée. Il est en général suivi d'un second filtre qui permet de sélectionner l'ordre de diffraction de Bragg des miroirs multicouches périodiques. Ce deuxième filtre limite aussi les défauts et les endommagements du premier filtre (en particulier la diffusion du rayonnement visible). Pour limiter les effets de diffusion du spectre parasite (UV, visible et IR), il est proche du détecteur. Les principaux filtres mis en œuvre dans le spectre EUV sont un alliage de silicium & zirconium SiZr (12,4 nm à 20 nm), l'aluminium Al (17,0 nm à ~35 nm) et le magnésium Mg encapsulé par de l'aluminium (25 nm à 45 nm). Leur épaisseur est comprise entre quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres en fonction du matériau.

Les principaux défis de ces composants sont leur stabilité temporelle vis-à-vis des effets d'oxydation et leur tenue aux vibrations mécaniques (lors du décollage ou de la mise sous vide). Pour limiter les effets d'oxydation sur le matériau filtrant, les matériaux utilisés de part et d'autre de celui-ci ont une oxydation passivante (le composé oxydé forme une couche perméable à l'oxygène). Les plus courants sont l'Al qui s'oxyde sous la forme d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et le Si qui s'oxyde sous la forme de  $\text{SiO}_2$ . Cette oxydation est particulièrement pénalisante pour le domaine spectral de 40 à 60 nm.

La Figure 4.2 représente la transmission des différents filtres standards pour les astrophysiciens dans ce domaine spectral, calculés à partir des indices du CXRO pour une épaisseur de 100 nm, d'une part, de matériau "sélectif" parfait et d'autre part, de composant sous forme encapsulée. Le contraste entre le minimum et le maximum de transmission est augmenté lorsque l'on augmente l'épaisseur du matériau. On observe que les formes encapsulées, qui prennent en compte les effets d'oxydation, diminuent le contraste de transmission autour des seuils d'absorption.

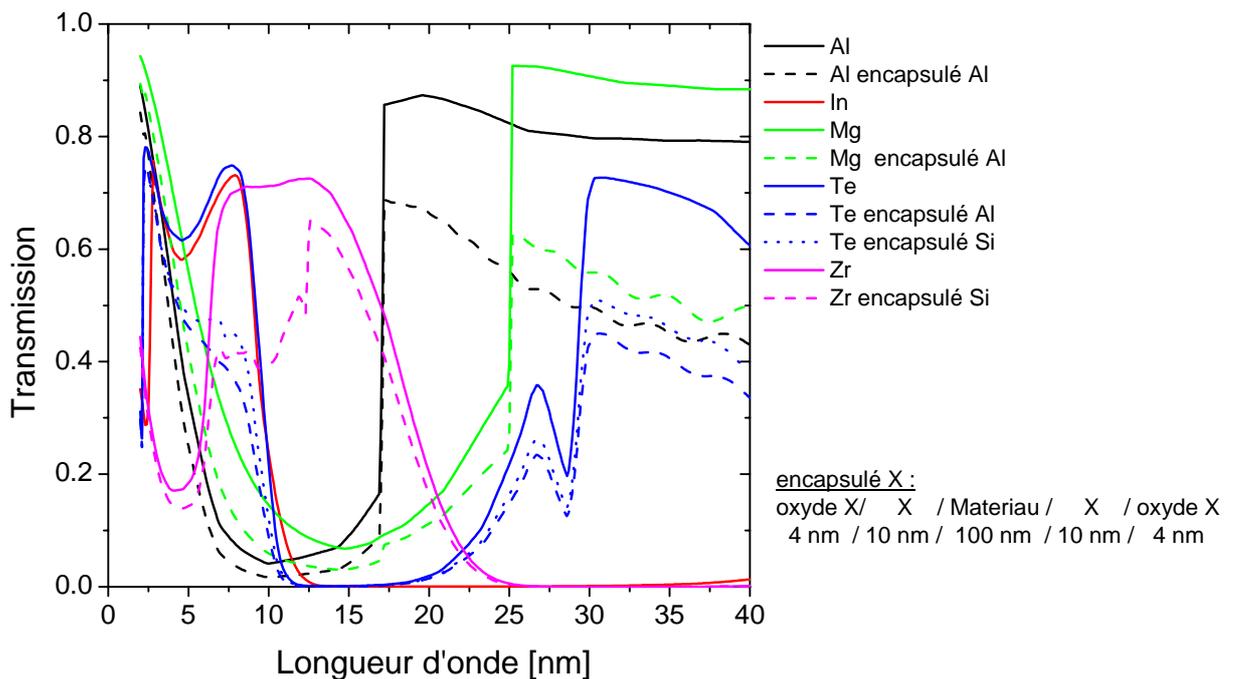


Figure 4.2 : Fonction de transfert spectral dans l'EUV des principaux filtres métalliques utilisés pour une épaisseur de 100 nm avec le matériau pur (trait plein) et le matériau encapsulé en prenant en compte les effets d'oxydation (autre trait)

Les filtres sont réalisés sous forme de films métalliques auto supportés de faible épaisseur sur une faible surface. Elles sont typiquement inférieures au  $\text{cm}^2$  et extrêmement fragiles. Les besoins pour l'astrophysique sont des surfaces de quelques  $\text{cm}^2$ . Pour améliorer la tenue mécanique, il est possible d'utiliser des films en polymère d'épaisseur submicronique ou de fines grilles métalliques. Les films en polymère permettent une homogénéité de la réponse spectrale sur toute la surface utile mais présentent une forte absorption. Les grilles porteuses, par exemple en nickel Ni, permettent d'obtenir une transmission proche de la théorie mais avec un masquage spatial sous la forme d'une grille fine. Pour les missions spatiales, les filtres sont un compromis des deux techniques : le pas de la grille est de quelques millimètres avec un film mince pour renforcer la membrane autosupportée.

### **Les revêtements réfléchissants**

Les premières multicouches pour les télescopes ont permis de passer de l'incidence rasante à l'incidence normale. Ce changement diminue l'encombrement des télescopes, accroît leur sélectivité spectrale et améliore l'angle solide de collection.

Afin d'améliorer la compréhension de tous ces événements, il est nécessaire de scruter la surface du Soleil mais aussi ses profondeurs. Nous avons vu précédemment (Chapitre 1.4), que chaque couche ou événement à la surface du Soleil était caractérisé par une température de plasma d'un ou plusieurs matériaux (en particulier le fer et l'hélium). Il est alors important d'avoir une imagerie multi-spectrale EUV du Soleil avec une bonne sélectivité pour chaque canal. Les premières missions intégraient donc plusieurs instruments imageurs « monochromatiques », c'est-à-dire avec un seul jeu de revêtement réfléchissant pour toutes les optiques de l'imageur. Ceci est pénalisant pour les missions car le coût de la charge utile augmente avec le nombre de canaux observés. La mission "SOlar and Heliospheric Observatory" (SOHO) innova avec un imageur multi-spectral séquentiel "Extreme Ultraviolet Imaging Telescope" (EIT) [16]. Chaque miroir est segmenté en 4 cadrants ayant chacun un revêtement réfléchissant approprié. Chaque canal (miroir + filtre) est utilisé de manière alternative. La surface du substrat étant limitée par son encombrement et son poids, la surface de collection effective de chaque canal est faible. La surface de collection est approximativement divisée par 4. Cette perte d'éclairement au niveau du détecteur se manifeste par un temps d'exposition plus long qui implique un mode d'acquisition séquentielle, et donc une non simultanée entre les différentes images. Les limites de ce

système sont donc l'observation d'événements peu intenses et courts, c'est-à-dire inférieurs à quelques minutes. La mission "Solar Terrestrial Relations Observatory" (STEREO) a proposée une alternative avec deux satellites, un en avance sur l'orbite de la Terre et un en retard, embarquant chacun un instrument "Sun Earth Connection Coronal and Heliospheric Investigation" (SECCHI) comportant un télescope "Extreme UltraViolet Imager" (EUVI). Ceci permet d'observer un même événement sur deux canaux différents ou de combiner les images d'un même canal pour obtenir une image en trois dimensions [29].

**Tableau 4.1: Longueurs d'onde EUV d'intérêt pour l'astrophysique solaire d'après la base de données CHIANTI [30]**

$\lambda$ [nm]	Ion émetteur	Région de l'atmosphère du Soleil	Log(T) [K]	Mission/instrument	Multicouche
9,35	Fe XVIII	Zone d'éruption	6,8	SDO/AIA	Mo/Y
13.1	Fe VIII	Région de transition	5,7	SDO/AIA	Si/Mo
13.3	Fe XX/XXIII	Zone d'éruption	7,0 – 7,1		Si/Mo
13.6	Fe XXII	Zone d'éruption	7,1		Si/Mo
17.1	Fe IX	Couronne calme, région de transition haute	5,9	SOHO/EIT	Si/Mo
				STEREO/EUVI	Si/Mo
				SDO/AIA	Si/Mo
17.5	Fe X	Couronne calme, région de transition haute	6,0	Stanford/MSFC	Mo/Si
				TRACE	Si/Mo <sub>2</sub> C
				PROBA2/SWAP	Si/Mo
19.2	Fe XXIV	Couronne et « flare » chaud	7,2		
19.5	Fe XI-XII	Couronne et « flare » chaud	6,1-6,2	SOHO/EIT	Si/Mo
				TRACE	Si/Mo <sub>2</sub> C
				STEREO/EUVI	Si/Mo
				SDO/AIA	Si/Mo
21,1	Fe XIV	Région active de la couronne	6,3	SDO/AIA	Si/Mo
25.4	Fe XVII	Région active	6,9		
28.4	Fe XV	Région active	6,4	SOHO/EIT	Si/Mo
				TRACE	Si/Mo <sub>2</sub> C
				STEREO/EUVI	Si/Mo
30.4	He II	Chromosphère, région de transition	4,9	SOHO/EIT	Si/Mo
				STEREO/EUVI	Si/Mo
				SDO/AIA	SiC/Mg
				Herschel/HECOR	B <sub>4</sub> C/Mo/Si
33.5	Fe XVI	Région active	6,8	SDO/AIA	SiC/Mg

Il est important d'avoir une image simultanée sur plusieurs canaux. Une réponse est la multiplication du nombre de télescopes tel que la mission Solar Dynamics Observatory [20] qui embarque sept télescopes. L'inconvénient est la limitation de la métrologie au spectre EUV. Il est alors important de synchroniser les mesures avec d'autres instruments (magnétisme, spectrométrie,...) pour une bonne interprétation des observations.

Une autre solution est le retour à la technique des spectro-imageurs EUV tel que la mission fusée "Multi-Order Solar EUV Spectrograph" (MOSES) [31] l'a fait. L'évolution des techniques n'a pas réussi à combler toutes les faiblesses. Ce système privilégie une bonne résolution spatiale au détriment du pouvoir de collection. Une autre solution serait de pouvoir utiliser la surface des télescopes actuels mais pour différents canaux sélectionnés par des filtres appropriés au niveau du détecteur.

Quelques solutions pour améliorer la résolution spectrale ont déjà été proposées avec un réseau revêtu d'une multicouche [32] ou un miroir ayant une double réflexion spéculaire sur des ordres de Bragg [9] Dans ce dernier cas, le compromis entre la sélectivité spectrale des deux canaux et le positionnement des deux canaux à réfléchir est dépendant d'une optimisation automatique.

Le Tableau 4.1 reprend les différentes raies d'émissions d'intérêt ainsi que les missions ayant embarqué des imageurs et leur revêtement multicouche. A une longueur d'onde donnée, les missions sont classées par ordre chronologique. Ceci permet de voir les évolutions sur les structures multicouches, en particulier pour observer la raie de l'He II à 30,4 nm.

La Figure 4.3 résume les différentes structures développées dans la communauté scientifique en fonction de la longueur d'onde et du temps. La toxicité des matériaux est prise en compte dans le choix des composants optiques. Par exemple, les multicouches à base de béryllium Be fortement nocives sous la forme oxydée (BeO), sont remplacées par des structures en Mo/Y ou Si/Mo ayant des performances équivalentes. La structure la plus étudiée et la plus utilisée (cf. Tableau 4.1) entre les années 1980-2000 est la structure a-Si/Mo, à base de silicium amorphe a-Si. La maîtrise de nouveaux matériaux a permis d'améliorer les performances de réflectivité sur de petits domaines spectraux :

- Le scandium (Sc) [33-38] pour le domaine spectral de 40 nm à 60 nm ;
- Le magnésium (Mg) [20, 39-43] pour le domaine spectral de 25 nm à 40 nm ;
- Les systèmes à trois matériaux [7] comme le B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si [8, 44, 45] pour le domaine spectral de 18 nm à 35 nm.

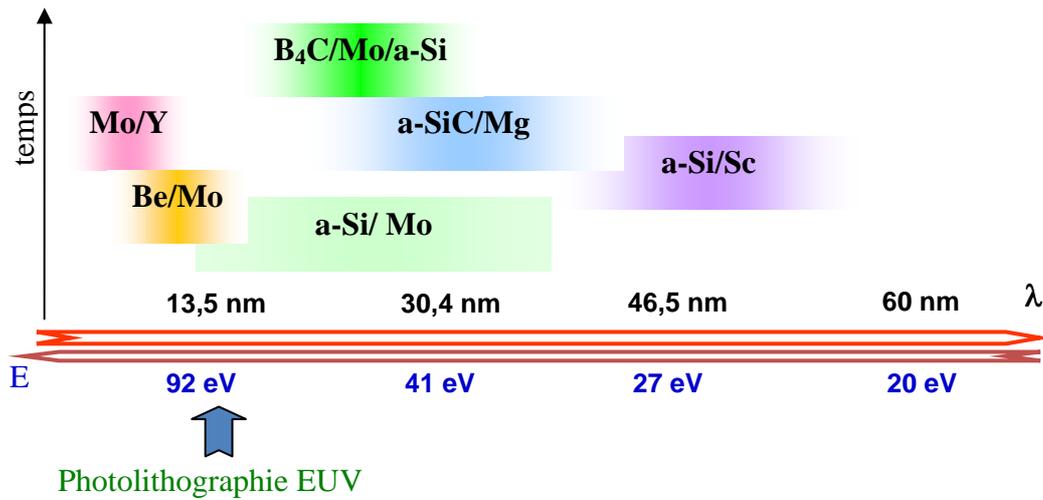


Figure 4.3 : Les principales structures multicouches en fonction des gammes de longueur d'onde et d'énergie pour le domaine de l'EUV

La réflectivité et la sélectivité spectrale des principaux revêtements périodiques sont déterminées par les contrastes d'indices de réfraction complexe des différents matériaux qui les composent. Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons plus particulièrement aux structures performantes pour le domaine de longueurs d'onde entre 12,4 nm et 40 nm. La Figure 4.4 compare des structures périodiques en terme de réflectivité pic (amélioration avec le temps) en fonction de la position  $\lambda_{\text{Max}}$ . Pour chaque longueur d'onde les épaisseurs de la structure périodique sont optimisées pour obtenir la meilleure réflectivité. Les paramètres de simulation sont un angle d'incidence normal à la surface du miroir et une structure de 50 périodes déposée sur un substrat de Si et avec des interfaces sans rugosité.

La structure tri-matériaux,  $[\text{B}_4\text{C}/\text{Mo}/\text{a-Si}]$ , a une réflectivité maximale pic plus élevée que les structures à base de Mo et a-Si, ainsi que la structure  $[\text{a-SiC}/\text{Mg}]$  jusqu'au seuil d'absorption du Mg (25,0 nm). Au-delà, la structure  $[\text{a-SiC}/\text{Mg}]$  est plus performante. Il faut néanmoins pondérer cette conclusion en comparant les performances théoriques aux performances expérimentales. Autour de 30 nm la structure  $[\text{a-SiC}/\text{Mg}]$  a un rapport des pouvoirs réflecteurs de performance expérience/théorie proche de 0,7 [20] alors qu'avec la structure  $[\text{B}_4\text{C}/\text{Mo}/\text{a-Si}]$  on obtient un rapport de 0,8 [8].

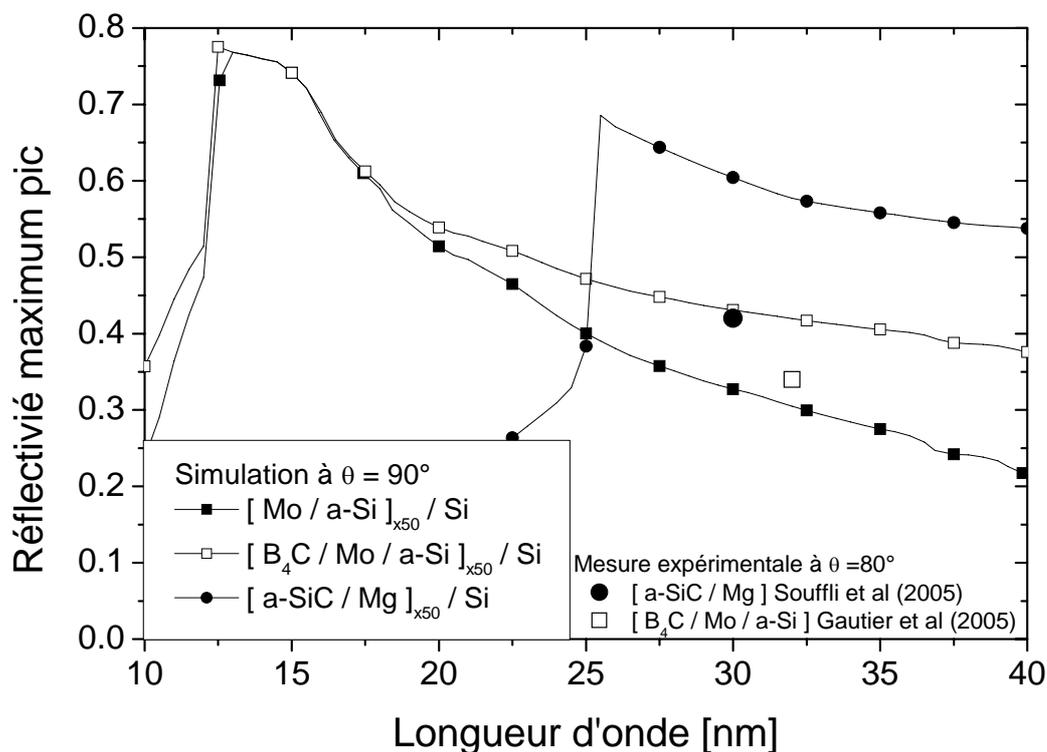


Figure 4.4 : Comparaison des structures périodiques les plus performantes à base de Si en terme de réflectivité pic théorique et expérimental autour de 30 nm [8, 20] pour chaque longueur d'onde.

Les objectifs de cette étude sont donc l'amélioration des performances des structures incluant éventuellement des matériaux nouveaux, qui permettront de répondre au mieux au besoin des futures missions d'un point de vue stabilité, réflectivité et sélectivité spectrale.

### Les besoins pour l'astrophysique dans l'EUV

Dès l'obtention des premières images EUV du Soleil, les instruments imageurs ont révélé une atmosphère solaire complexe et très dynamique avec des boucles de confinement magnétique des plasmas à des températures allant de  $0,8 \cdot 10^6$  K à  $10^7$  K. Les observations EUV de la mission Transition Region and Coronal Explorer (TRACE) [46] et CORONAS-F/SPIRIT [47] ont montré l'existence de structures fines dans les boucles coronales et d'une activité dynamique à plus petite échelle [17, 48]. Durant la faible activité du Soleil, divers «événements» de tailles différentes (par exemple, des points lumineux, des événements explosifs, des gerbes, des scintillements) révèlent les preuves de petits points chauds et des

réorganisations morphologiques, probablement liés à des reconnections magnétiques. Ces précédentes missions ont conduit à de nouvelles questions concernant les dimensions de base des structures de la couronne, le rôle joué par les nano éruptions dans les systèmes de chauffage de la couronne solaire calme [49] et la structuration de la couronne au-dessus des pôles. Les astrophysiciens ont donc besoin d'une vision de l'ensemble du Soleil mais aussi d'une imagerie à haute résolution spatiale sur les structures fines des éruptions.

Le premier besoin des astrophysiciens est d'avoir des instruments fiables qui n'évoluent pas dans le temps et dont le coût est limité. Les axes de développement prioritaires sont alors :

- L'augmentation de la durée de vie des performances vis-à-vis de l'environnement avec la mise en place de procédures de qualification ;
- L'accroissement du pouvoir réflecteur des revêtements avec le développement de nouvelles structures ;
- L'amélioration de la sélectivité spectrale des miroirs afin d'intégrer le signal émis par les composés ionisés situés dans une même région c'est-à-dire à une même altitude.
- La réduction de la charge utile de l'instrument pour réduire le coût des missions ou pour pouvoir implémenter d'autres instruments à bord du satellite ;

Pour les missions spatiales, il existe deux voies pour l'introduction des nouveaux revêtements : la validation du vieillissement par rapport à l'environnement sur plusieurs années d'étude et/ou la validation par des expériences dans des conditions plus sévères que celles de la mission. Dans les deux cas, si le composant est stable, il peut être introduit dans les technologies à qualifier en mission fusée. De nouveau, si tout se passe bien, la technologie peut alors être considérée comme intégrable dans les instruments embarqués sur satellite.

La Figure 4.5 représente le synoptique simplifié des tests à réaliser pour qualifier l'introduction de nouveaux matériaux, de nouvelles structures ou d'un nouvel environnement (plus agressif ou non testé auparavant). La connaissance des matériaux et des moyens de dépôt est primordiale car elle permet d'anticiper le bon déroulement des futures phases de validation.

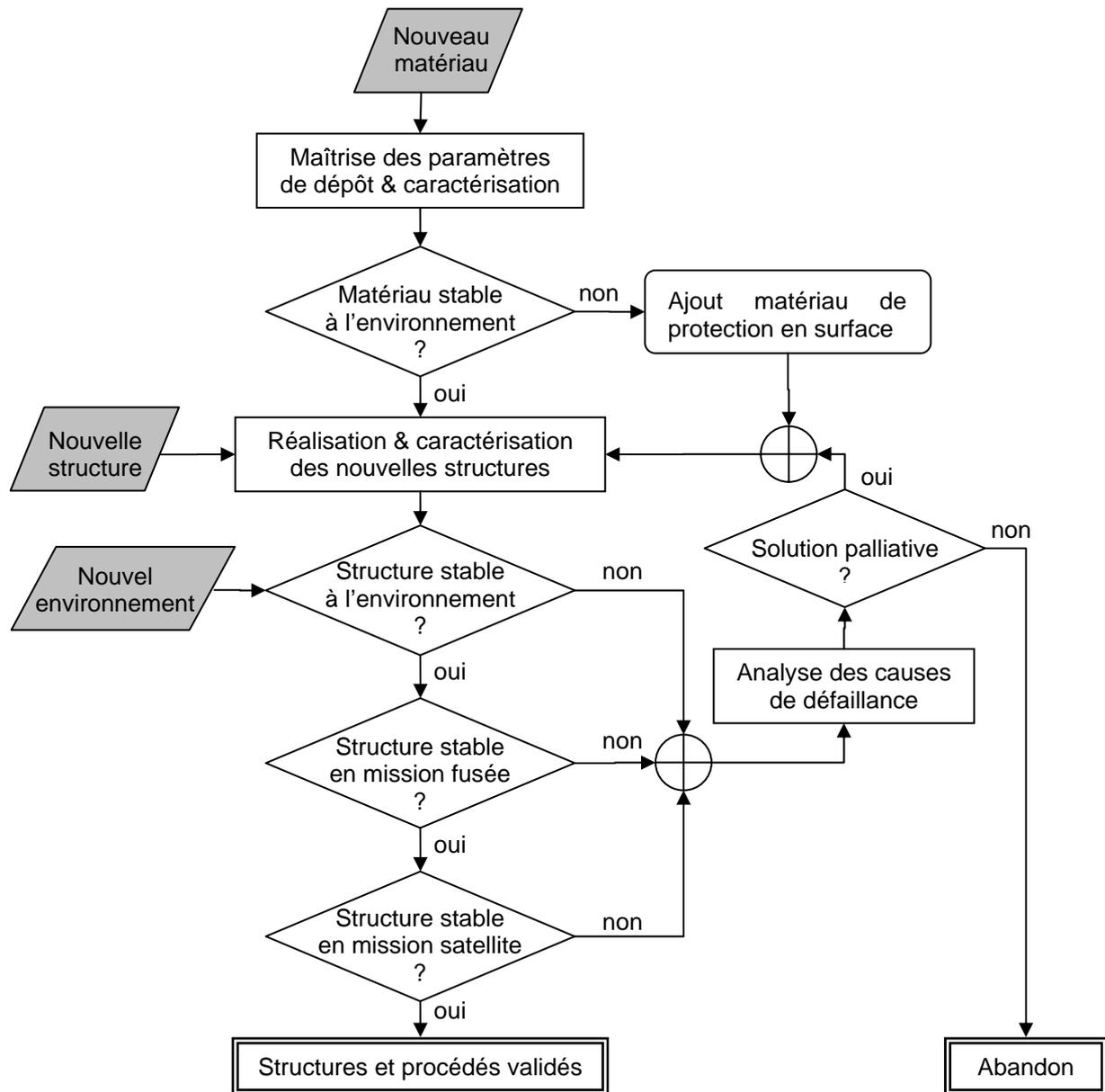


Figure 4.5 : Synoptique de qualification des nouveaux matériaux, des nouvelles structures et nouveaux environnements pour les revêtements



D'après les simulations de conception optique réalisées par l'IAS, la carte des angles d'incidence sur le miroir nécessite une acceptation angulaire pour des faisceaux dont la rasance est comprise entre  $85,94^\circ$  and  $88,84^\circ$  par rapport à la rasance de la surface. La réflectivité dans cette plage angulaire doit donc être de la plus constante possible.

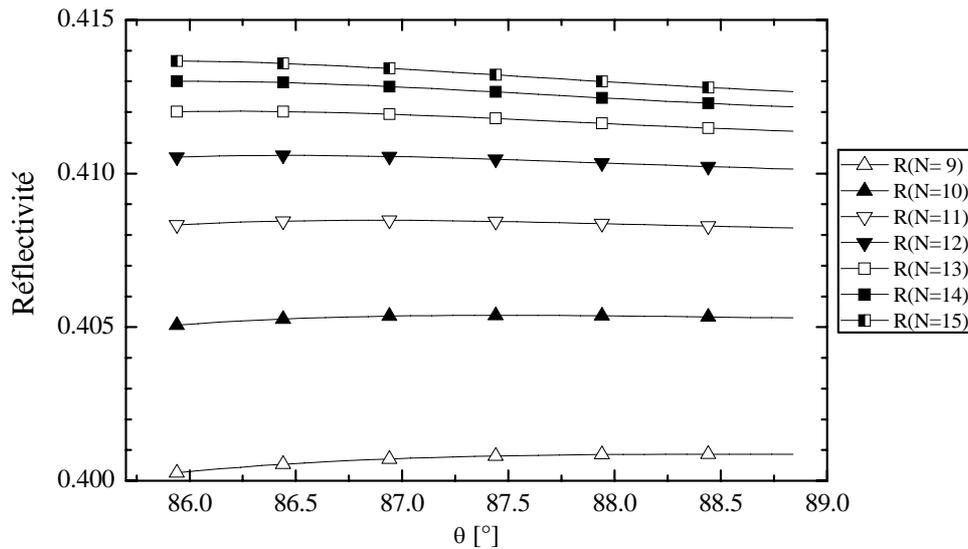
Afin d'augmenter la durée de vie du miroir, il était nécessaire de minimiser les contraintes du revêtement multicouche. Pour cela, il faut limiter l'épaisseur totale de  $B_4C$  dans la structure. D'autre part, nous avons choisi de relaxer les contraintes de réalisation en évitant la réalisation de gradient d'épaisseur. Le pouvoir réflecteur doit rester constant surtout le cône angulaire d'acceptance de la surface du miroir. Plus la largeur à mi-hauteur du pic  $\Delta\lambda$  est grande, moins les variations angulaires modifieront la réflectivité des longueurs d'onde proches du maximum de réflectivité. La structure tri-matériaux est naturellement plus large que les structures a-Si/Mo ou SiC/Mg ; d'autre part, plus l'empilement compte de périodes, plus la largeur du pic tend vers une largeur minimum. Ces deux remarques amènent à la conclusion qu'il est nécessaire de limiter le nombre de périodes.

Quels sont les critères à retenir pour l'optimisation ? La réflectivité est à maximiser, l'invariance de celle-ci en fonction de l'angle d'incidence est à conserver et le nombre de périodes  $N$  est à minimiser. Une première optimisation a été réalisée avec Matlab afin de déterminer les épaisseurs optimales théoriques pour la réflectivité maximale à 30,4 nm. Dans un second temps, nous avons utilisés IMD pour ajuster l'acceptance angulaire. Dans la première période déposée sur le substrat de silice super-polie ( $a-SiO_2$ ), la couche d'a-Si est très proche de l'indice du substrat. Le Mo ayant un contraste d'indice plus élevé est déposé en premier ce qui permet de conserver la valeur de réflectivité pour une couche de matériau en moins. La structure visée est présentée dans le Tableau 4.2. Les épaisseurs des premières couches Mo et  $B_4C$  sont les mêmes que celles de l'empilement périodique.

**Tableau 4.2 : Structure optimisée retenue pour le miroir multicouche de vol d'HECOR**

Matériau / Structure	Epaisseur [nm]
$[B_4C/Mo/a-Si]_{x12}$	16,76
$B_4C$ (1)	3,77
Mo (2)	2,28
a-Si (3)	10,71
$B_4C$ (4)	3,77
Mo (5)	2,28
$a-SiO_2$	substrat

La variation de la réflectivité de cette structure en fonction de l'angle d'incidence et des différents nombres de périodes entières  $N$  est montrée sur la Figure 4.7. La structure théorique a une réflectivité à 30,4 nm stable en fonction de l'angle d'incidence à  $\pm 0,001$  pour un nombre de périodes compris entre 9 et 15 périodes.



**Figure 4.7 : Courbes simulées de réflectivité EUV de la structure  $[B_4C/Mo/a-Si]_N/a-SiO_2$  pour différents nombre de périodes en fonction de l'angle d'incidence pour une longueur d'onde de 30,4 nm.**

Cette variation de réflectivité est liée à la position du pic de réflectivité comme le montre la Figure 4.8 qui représente la variation spectrale de la réflectivité aux deux angles extrêmes d'utilisation. On observe que l'intersection entre les 2 courbes est proche des maxima des 2 positions du pic de Bragg réfléchi. Lorsque l'angle diminue vers la rasance le pic glisse vers les courtes longueurs d'onde et son amplitude diminue. C'est cette combinaison qui permet le maintien de la réflectivité à une valeur constante.

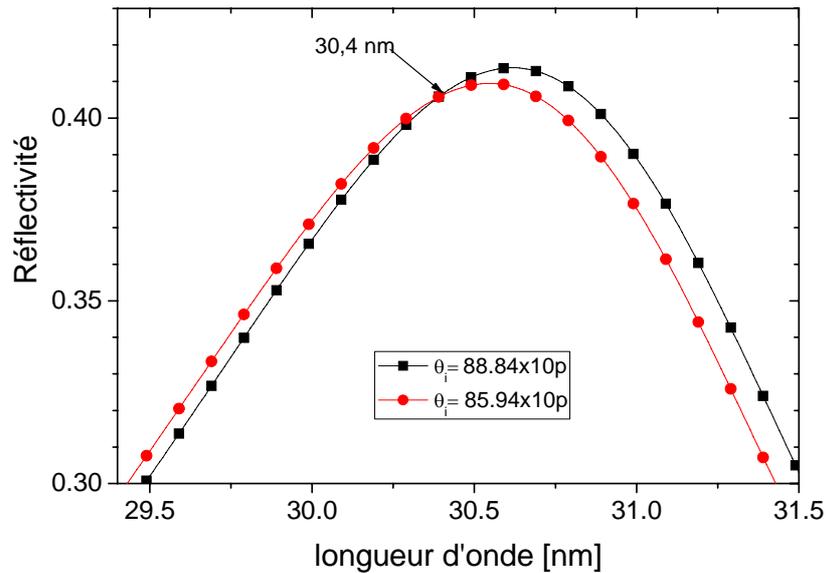


Figure 4.8 : Réflectivité spectrale de la structure  $[B_4C/Mo/a-Si]_{x10}/a-SiO_2$  pour les deux angles de rasance extrêmes.

Afin de limiter le temps de dépôt, les échantillons témoins de calibration ont été réalisés avec 11 périodes et le modèle de vol avec 13 périodes. Le bâti de dépôt retenu pour ce projet est l'IBS (pulvérisation ionique) qui a été utilisé pour les précédents projets spatiaux (STEREO, SWAP).

#### 4.2.2 Caractérisation et modélisation

Afin de modéliser au mieux la structure, la caractérisation de l'échantillon témoin de la phase de calibration HECOR 1 a été réalisée en réflectivité spéculaire en X-rasants GRX et en réflectivité spectrale EUV.

La mesure GRX Figure 4.9 a permis de déterminer la période de la structure, puis d'approximer, à l'aide du logiciel IMD, l'épaisseur respective des couches et des rugosités aux interfaces avec les indices optiques tabulés du CXRO.

La mesure du spectre de réflectivité Figure 4.10 a été obtenue sur la ligne BEAR de la source de rayonnement synchrotron d'Elettra. Elle a permis de préciser le modèle, en particulier sur les facteurs de correction des indices, qui sont ajustés par modification de la densité  $\rho$  des matériaux.

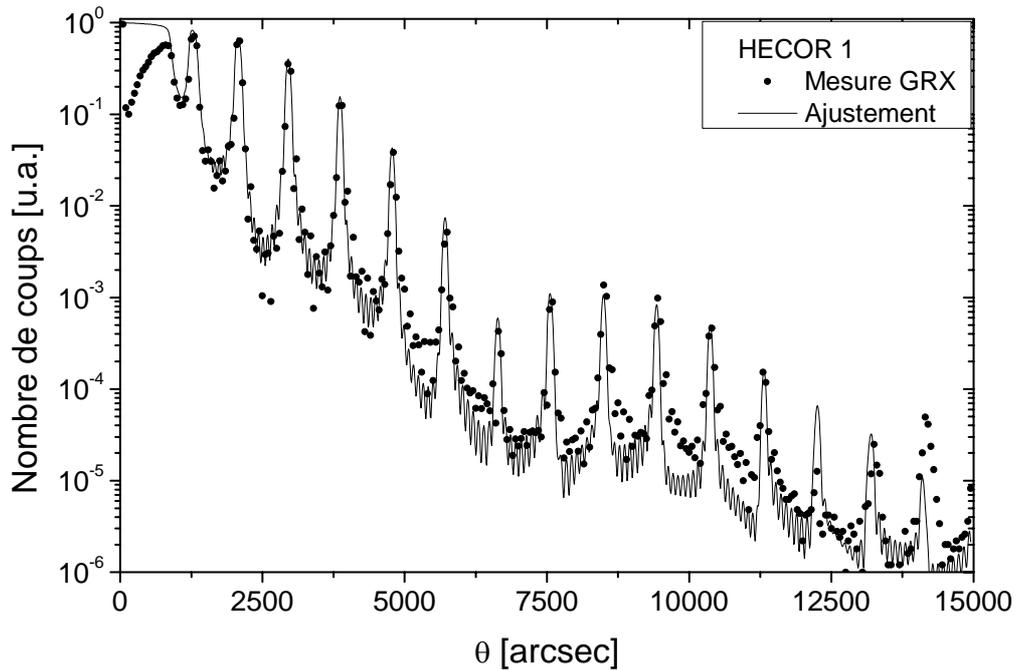


Figure 4.9 : Courbe expérimentale de réflectométrie des rayons X en incidence rasante de l'échantillon HECOR 1. La courbe théorique a été ajustée avec les paramètres du Tableau 4.3.

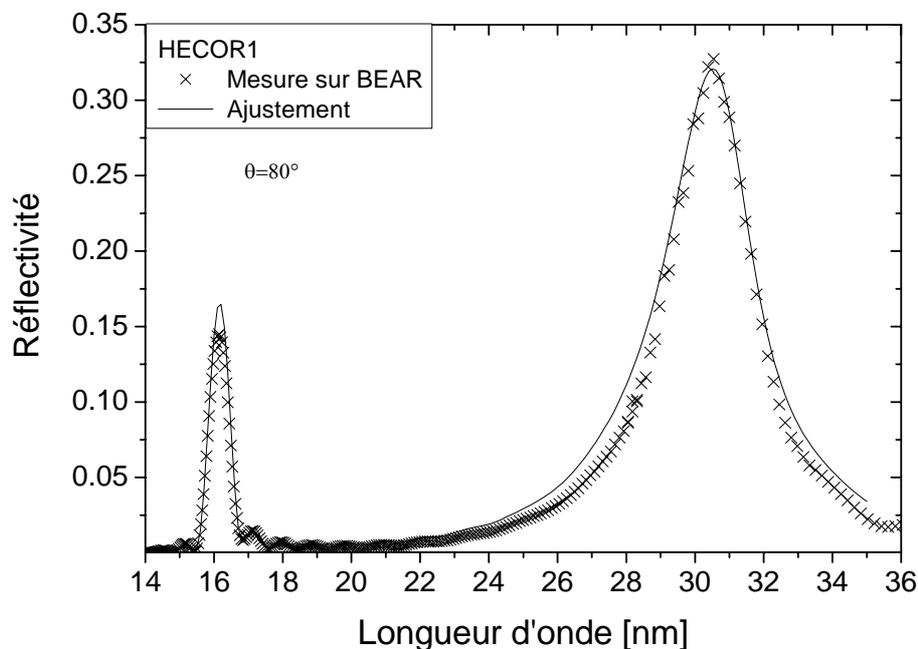


Figure 4.10 : Courbe expérimentale de réflectométrie EUV de l'échantillon HECOR 1 mesurée sur rayonnement synchrotron pour un angle d'incidence de rasance à  $80^\circ$ . La courbe théorique a été ajustée avec les paramètres du Tableau 4.3.

Le modèle finalisé de la structure est décrit dans le tableau ci-dessous. Chaque paramètre est encadré par une valeur représentant la sensibilité du modèle simulé obtenu par une simulation en essai-erreur. Il est important de noter que le calcul ne prend pas en compte directement :

- les composés des matériaux formés aux interfaces qui sont intégrés dans la rugosité et la densité des 2 matériaux ;
- l'oxydation et la pollution de la couche de surface en B<sub>4</sub>C ;
- la composition de la surface du substrat ;

Ce modèle présente quelques incohérences car la densité optimisée de Mo à 8,3 g/cm<sup>3</sup> est particulièrement basse par rapport au matériau tabulé qui a une densité de 10,2 g/cm<sup>3</sup>. Ceci s'explique en partie par la non simulation des interphases MoSi<sub>x</sub> [50, 51]. D'autre part, les indices du Mo [3] utilisés sont peu fiables au-delà de 30 nm.

**Tableau 4.3 : Paramètres ajustés structuraux de l'échantillon HECOR 1**

Matériau/Structure	Epaisseur [nm]	Rugosité [nm]	Densité [g/cm <sup>3</sup> ]
[B <sub>4</sub> C/Mo/a-Si] <sub>x10</sub>	16,92 ±0,1	0,3 ±0,05	-
B <sub>4</sub> C	3,85 ±0,2	0,3 ±0,05	2,1 ±0,05
Mo	2,38 ±0,1	0,55 ±0,05	8,3 +0,4
a-Si	10,69 ±0,2	0,3 ±0,05	2,15 +0,05
B <sub>4</sub> C	3,85 ±0,2	0,3 ±0,05	2,1 ±0,05
Mo	2,38 ±0,1	0,55 ±0,05	8,3 +0,4
Substrat : a-SiO <sub>2</sub>		0,4 ±0,05	

### **4.2.3 Evaluation de la structure**

Comme nous l'avons vu précédemment dans le paragraphe 4.1.2, la qualification d'un nouveau revêtement pour le spatial passe par une évaluation de sa stabilité temporelle et sa stabilité aux environnements climatiques de la mission.

**L'évaluation temporelle** a été réalisée sur l'échantillon témoin HECOR 1 qui est stocké sous azote pur en dehors des périodes de mesure. L'échantillon a été mesuré à 9 mois d'intervalle. La Figure 4.11 représente l'évolution de l'échantillon de référence sur cette

période avec une perte de réflectivité inférieure à 0,004 et un décalage spectral inférieur à 0,15 nm.

Les deux paramètres étudiés sont équivalents à une variation de la position angulaire de  $-0,5^\circ$  (ancienne méthode rapide d'alignement) entre les 2 mesures avec une erreur de reproductibilité de positionnement du réseau de diffraction inférieure de  $-0,1$  nm autour de 30 nm. Ces variations sont de l'ordre de grandeur de la précision de mesure et donc non significatives.

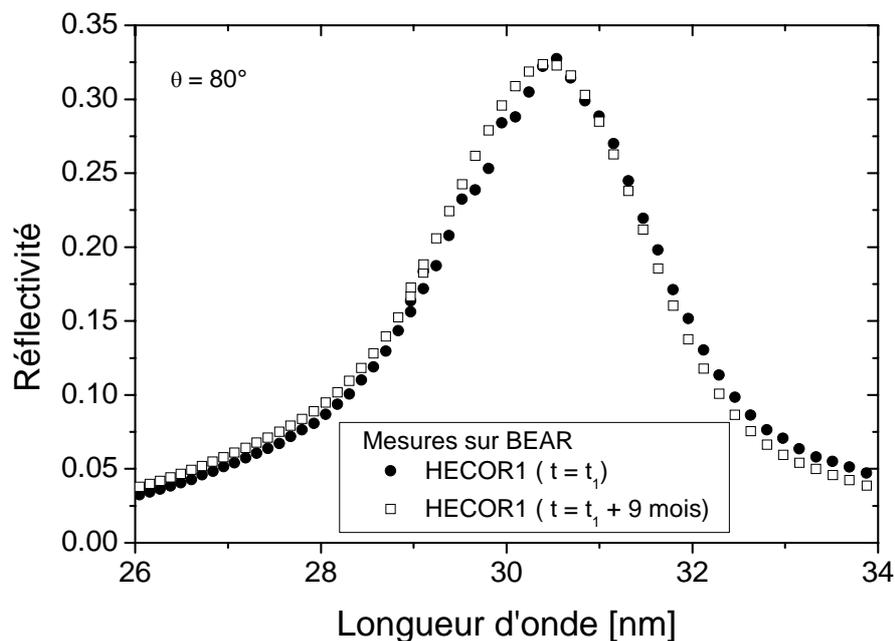
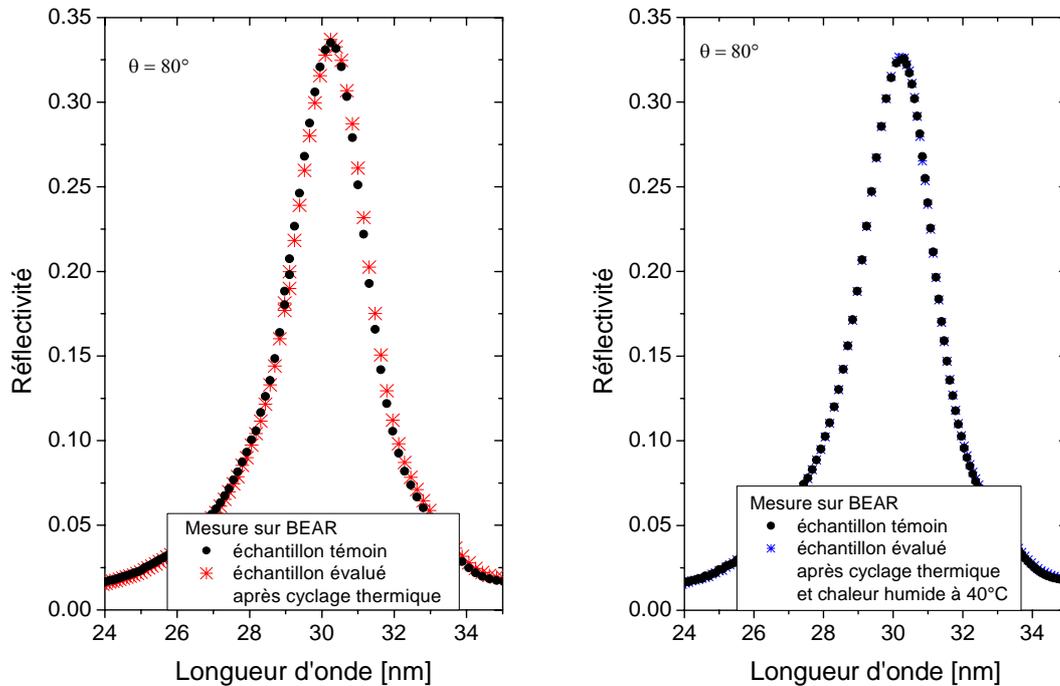


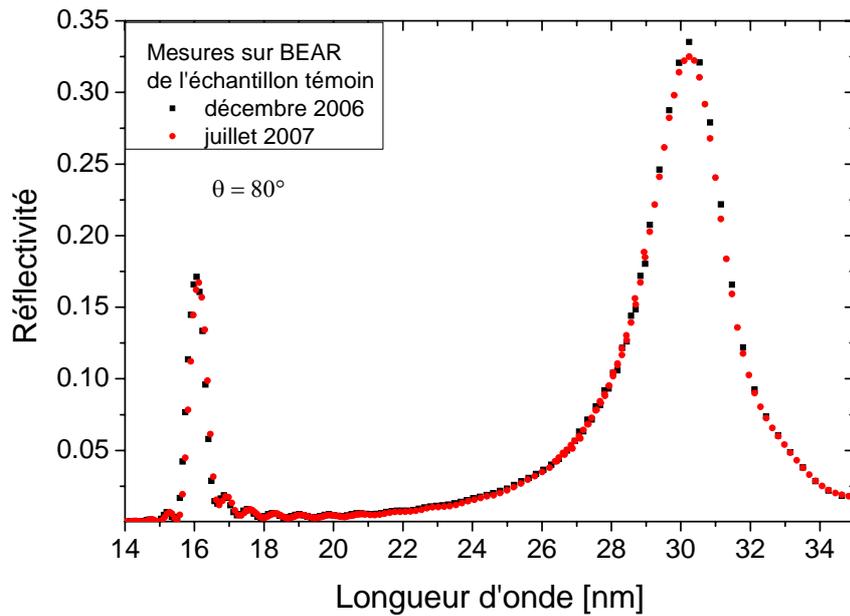
Figure 4.11 : Courbes expérimentales de réflectométrie EUV de l'échantillon HECOR 1 au court du temps mesurées sur rayonnement synchrotron pour un angle de rasance à  $80^\circ$ .

L'évaluation de la sensibilité de la structure à l'environnement climatique se déroule en fonction du protocole expérimental [cf chapitre 2.2 Moyens de test à l'environnement] défini pour la mission Solar Orbiter. Nous avons utilisé 3 échantillons réalisés en même temps et ayant la même structure que le miroir de vol du coronographe HECOR, c'est-à-dire avec 13 périodes. L'échantillon IO 0613 S06015 (substrat en silice) est utilisé comme témoin temporel et les échantillons IO 0613 S06014 (substrat en silice) et IO 0613 Si#1 (substrat en silicium) sont soumis aux évaluations en environnement climatique. Ceux-ci sont réalisés en deux phases, dans un premier temps les échantillons évalués subissent 100 cycles thermiques puis sont mesurés avec le témoin, dans un second temps les échantillons cyclés sont placés

dans une enceinte climatique configurée en chaleur humide. Les deux échantillons évalués voyagent ensemble entre le LCFIO et le CNES et les 3 échantillons sont conservés ensemble au LCFIO. Les mesures de réflectivité EUV sont réalisées sur la ligne de rayonnement synchrotron pour laquelle l'échantillon est placé sous ultravide.



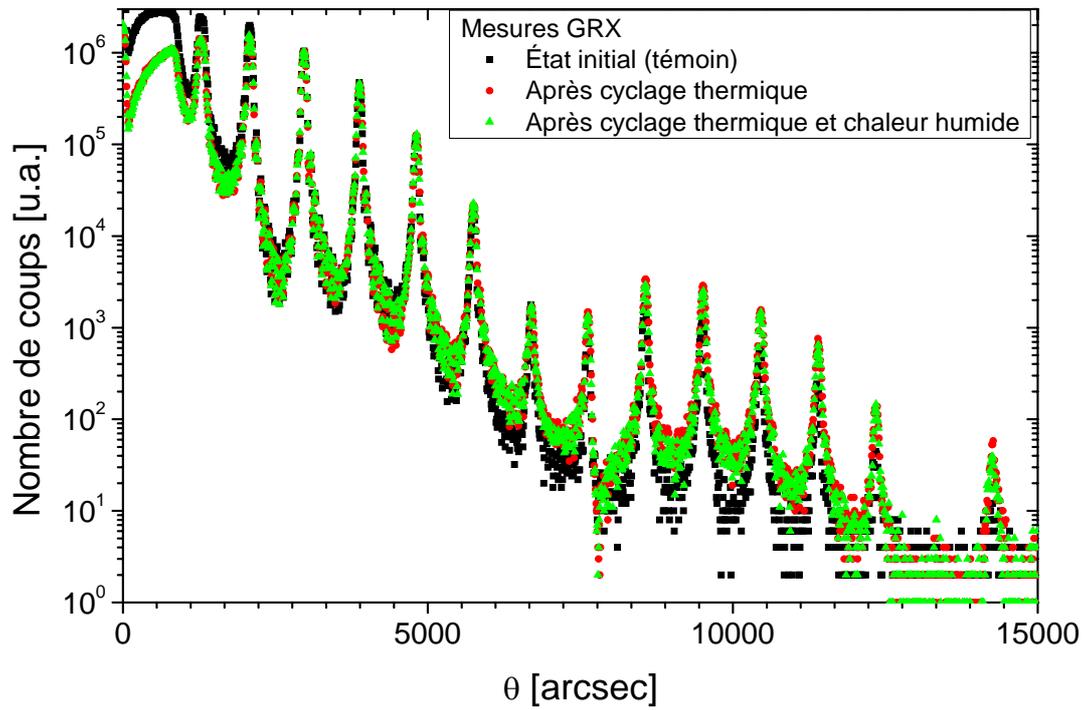
**Figure 4.12 : Comparaison des spectres de réflectivité EUV mesurés sur rayonnement synchrotron de l'échantillon témoin IO 0613 S06015 et de l'échantillon évalué IO 0613 S06014 après cyclage thermique (à gauche) puis après chaleur humide (à droite).**



**Figure 4.13 : Comparaison des spectres de réflectivité EUV mesurés sur rayonnement synchrotron de l'échantillon témoin IO 0613 S06015**

La Figure 4.12 représente l'évolution relative du spectre de réflectivité EUV de l'échantillon témoin et de l'échantillon évalué. Les spectres comparés se superposent parfaitement. La Figure 4.13 montre l'évolution du spectre de réflectivité de l'échantillon témoin entre les deux mesures. Cette fois-ci, on observe une perte de réflectivité de 0,01 sur le premier pic de Bragg autour du pic centré à 30,3 nm

Pour compléter cette étude, des mesures de réflectométrie des rayons X en incidence rasante ont été réalisées afin d'étudier l'évolution de la structure. Les mesures représentées sur la Figure 4.14 montrent une bonne similarité entre les deux échantillons. La structure sur le substrat Si n'évolue pas après avoir subi les différentes évaluations. Ceci a aussi été observé sur les substrats de Silice.



**Figure 4.14 : Courbe expérimentale de réflectométrie des rayons X en incidence rasante de l'échantillon témoin IO 0613 S0615 et de l'échantillon évalué IO 0613 Si#1 après les différentes phases d'évaluation.**

#### **4.2.4 Conclusion**

L'optimisation et la calibration de revêtements réfléchissants de type tri-matériaux [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si] ont été montrées. La mise en œuvre de ces multicouches dans la réalisation concrète des miroirs de vol et de rechange du coronographe HECOR de la mission fusée Hershel est la première étape de validation expérimentale du revêtement pour les applications spatiales. En parallèle de cette mission, une évaluation de tenue des revêtements a été mise en place. Les procédures d'évaluation, de cyclage thermique et de chaleur humide sont adaptées à la préparation de la mission Solar Orbiter dont l'environnement est plus sévère que pour cette mission fusée.

Le témoin temporel HECOR 1, conservé sous azote, est considéré comme stable temporellement sur une période de 9 mois. Il devra être remesuré lors de prochaines campagnes de mesures sur rayonnement synchrotron pour valider ce point sur une période plus représentative de stockage et de manipulation de l'optique avant mission, c'est-à-dire environ 2 ans.

Les évaluations des revêtements soumis aux environnements climatiques ont montré une bonne stabilité face au cyclage thermique, à la chaleur humide et à la mise sous vide. La réflectivité est peu affectée par les pollutions de surface (inférieure à 0,01). La périodicité, la rugosité aux interfaces et les indices n'évoluent pas sur l'ensemble de la structure.

En cas de dommages observés dans le futur, il sera nécessaire d'évaluer la cause de ceux-ci afin de revoir la méthode d'évaluation si besoin. La résistance aux particules ioniques n'a pas été testée, en particulier à l'oxygène actif.

La structure tri-matériaux à 30,4 nm a passé avec succès les évaluations prévues pour la mission Solar Orbiter. Le retour de la mission fusée Herschel prévu en 2009 sera une source de données complémentaires sur la tenue des empilements.

### **4.3 Étude de miroirs bi-bandes EUV**

Les besoins en revêtements optiques se diversifient à cause des nombreuses applications. Ainsi elles demandent désormais des miroirs à large bande aussi bien que des miroirs à forte sélectivité, donc à bande étroite. Dans l'étude qui suit nous allons nous intéresser aux applications nécessitant une forte sélectivité spectrale pour la sélection/atténuation de raies discrètes. Nous utiliserons les spectres solaires tels que ceux présentés à la Figure 4.15.

L'idée d'origine est la réalisation de miroirs pouvant réfléchir deux bandes spectrales avec le but qu'ils soient aisés à réaliser. Une solution simple est d'employer les ordres de diffraction de Bragg d'une structure périodique telle que les structures tri-matériaux cf. Figure 4.13. Dans cet exemple, l'ordre 1 est centré autour de  $\lambda = 30,4$  nm et l'ordre 2 autour de  $\lambda = 16,2$  nm. La sélection d'un ordre ou de l'autre peut être réalisée à l'aide d'un filtre métallique. Nous nommerons ce type de structure périodique : « bi-bande naturel ». Pour ce type de revêtement fonctionnel, plusieurs questions se posent.

- Est-il possible de réaliser des structures "bi-bande" pour lesquelles la distance entre deux ordres de Bragg soit ajustable ?
- Peut-on modifier la sélectivité spectrale d'une structure périodique ?

Une réponse a été apportée avec un empilement de deux structures périodiques [9], que nous nommerons par la suite MC1 et MC2, qui permet de sélectionner deux bandes et d'atténuer des raies intermédiaires. Nous appellerons ces structures « pseudopériodiques bi-bande à sélectivité paramétrable ».

Dans un premier temps, nous allons définir la structure et les règles de conception. Puis nous étudierons la réalisation et l'évaluation des structures « bi-bande naturel » et « bi-bande à sélectivité paramétrable ».

#### **4.3.1 Les besoins pour la mission Solar Orbiter**

Afin de poursuivre la compréhension et l'observation de notre étoile, le comité de programme scientifique de l'ESA a retenu le projet Solar Orbiter en 2001. Cette mission non programmée, à fait l'objet d'une lettre d'intention des consortiums en 2006 et d'un premier appel d'offre en 2008. Les travaux présentés sont une recherche amont pour répondre aux

problèmes des télescopes pour l'observation du spectre EUV : masse, fonctionnalité, stabilité thermique et temporelle.

Les principaux objectifs de la mission Solar Orbiter sont les suivants :

- déterminer in-situ les propriétés et les dynamiques du plasma, les champs et les particules dans les régions proche de l'héliosphère,
- identifier les liens entre l'activité de surface du Soleil et l'évolution de la couronne et l'héliosphère intérieure,
- observer et caractériser les régions polaires et équatoriales de la couronne solaire pour des hautes latitudes.

La mission dont le lancement était prévu en 2015, dans le cadre du programme "Cosmic Vision" de l'ESA transporterait plusieurs instruments dont un ensemble imageur dans l'EUV.

Après une description des imageurs EUV et des performances attendues pour répondre aux problèmes des astrophysiciens, nous identifierons les principaux verrous technologiques qui seront à développer.

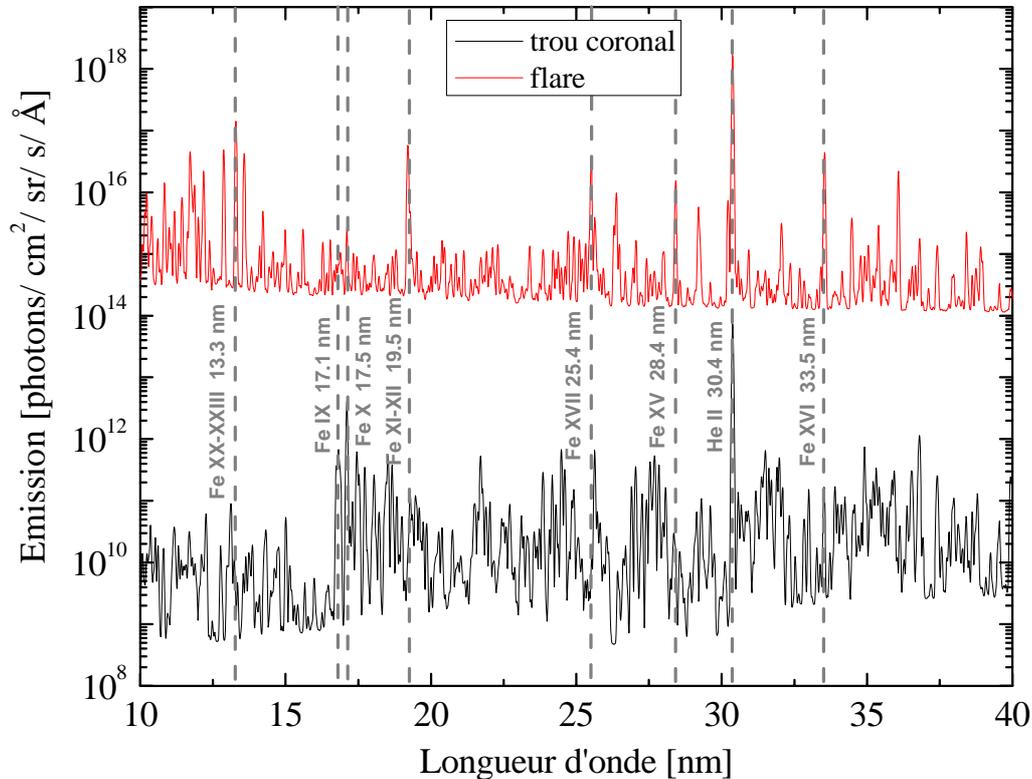
### **La définition des imageurs**

Nous avons travaillé au sein du consortium intitulé EUI (Extreme UV Imager) rassemblant : le Centre Spatial de Liège (Belgique), le Royal Observatory of Belgium (Belgique), l'Institut d'Astrophysique Spatiale (France), l'Institut d'Optique (France), le Max Planck Institute for Solar System Research (Allemagne), le Mullard Space Science Laboratory (Royaume Uni).

Le premier enjeu du consortium a été de proposer des solutions techniques pour répondre aux défis de la mission. Si sa proposition est retenue et la mission programmée, il aura la charge de la réalisation des instruments. Nous décrivons ci-dessous la proposition actuelle formulée par le consortium EUI

Les vues d'ensemble et de détail sont nécessaires à la compréhension des phénomènes à l'origine de l'activité. De plus, l'imagerie EUV-VUV de plusieurs canaux, c'est à dire de différentes raies d'émission des plasmas à une température d'ionisation donnée, permet une vue en profondeur des différents processus. Les spectres solaires de l'émission EUV des différentes régions peuvent être simulés à partir des données recueillis par les différents spectromètres depuis les années 1970. A partir de la base de données CHIANTI [30] les spectres d'un trou coronal (zone de plus faible émission) et d'un "flare" (zone de forte

émission d'une éruption) ont été calculés et sont représentés sur la Figure 4.15. Les principales raies d'intérêt et leurs propriétés sont présentées dans le Tableau 1.2.



**Figure 4.15 : Spectres solaires calculés [30] émis dans l'EUV par un trou coronal et une éruption en fonction de la longueur d'onde.**

Un télescope de conception unique, fournissant à la fois de la haute résolution spatiale et une image du disque solaire plein champ, serait très difficile à réaliser et poserait des problèmes techniques. Cette considération conduit à une séparation de l'imageur EUV en plusieurs imageurs : des imageurs à haute résolution (High Resolution Imager) et un imageur plein champ du disque solaire (Full Sun Imager) qui partagent une unité d'électronique numérique commune.

Le Tableau 4.4 reprend les paramètres des images attendues pour permettre une modélisation fine des différents événements. Le nombre de télescopes HRI est limité à deux, un troisième est défini en option. Le premier télescope HRI est dédié à la raie de l'H Lyman- $\alpha$  à 121,6 nm. Le second télescope HRI est dédié à l'EUV avec un choix parmi trois raies d'intérêt. Pour l'imageur FSI, il y a au moins deux raies EUV d'intérêt. La réduction du

nombre d'imageurs tributaire des questions de coût est cependant synonyme d'une perte d'information.

**Tableau 4.4 : Paramètres fonctionnels des différents imageurs EUV-VUV proposés pour Solar Orbiter**

Paramètre	HRI	FSI
Champ de vision	1000 " <sup>2</sup>	5,2
Pupille d'entrée (ouverture dans le bouclier)	Ø30 mm	Ø5 mm
Technologie détecteur	Active Pixel	
Nombre de pixel par image	2048 × 2048, pixel de 10 µm	4096 × 4096, pixel de 10 µm
Champ de vision (2 pixels)	1 "	9 "
Taille pixel [km] à 0,22 U.A.	80	1450
Nombre de télescope	2	1
Longueurs d'onde d'intérêt (par ordre de priorité)	1216 Å ( <i>H<sub>I</sub> Lyman-α</i> ) 304 Å ( <i>He II</i> ) 175 Å ( <i>Fe IX-X</i> ) 195 Å ( <i>Fe XI-XII</i> )	175 Å ( <i>Fe IX-X</i> ) 304 Å ( <i>He II</i> )

L'observation des pôles et de la haute résolution nécessite une trajectoire dont le plan d'orbite s'incline en fonction des révolutions autour du soleil et permet une observation de détails fins. La trajectoire elliptique retenue est modifiée périodiquement par la gravitation de Vénus ce qui incline le plan orbital par rapport à l'écliptique et permet une cartographie des pôles du Soleil. La trajectoire retenue amène le satellite à moins de 0,22 unité astronomique du Soleil. A cette distance, les problèmes thermiques ne sont plus négligeables.

Le satellite sera donc équipé d'un bouclier thermique qui protégera le côté exposé au Soleil. Néanmoins, l'observation nécessite des ouvertures pour les instruments imageurs. Pour limiter l'apport de chaleur solaire, la taille des pupilles d'entrée est limitée à 3 cm de diamètre. Le filtre métallique d'entrée de chaque télescope assurera une double fonction : l'absorption du rayonnement visible et proche infrarouge, et la protection thermique pour le télescope contre la chaleur et les débris. Les détecteurs matriciels proposés sont de technologie « Complementary Metal Oxide Semiconductor » (CMOS) de type « Active Pixel Sensor » aminci face arrière. Cette technologie CMOS-APS permet d'obtenir un meilleur rapport signal à bruit aux fréquences de trames élevées par rapport aux technologies « Charge Coupled Device » (CCD) ainsi qu'une plus grande dynamique de fonctionnement et une

meilleure sensibilité aux EUV. La validation de cette famille de détecteurs est prévue lors de la mission fusée PROBA2 [52].

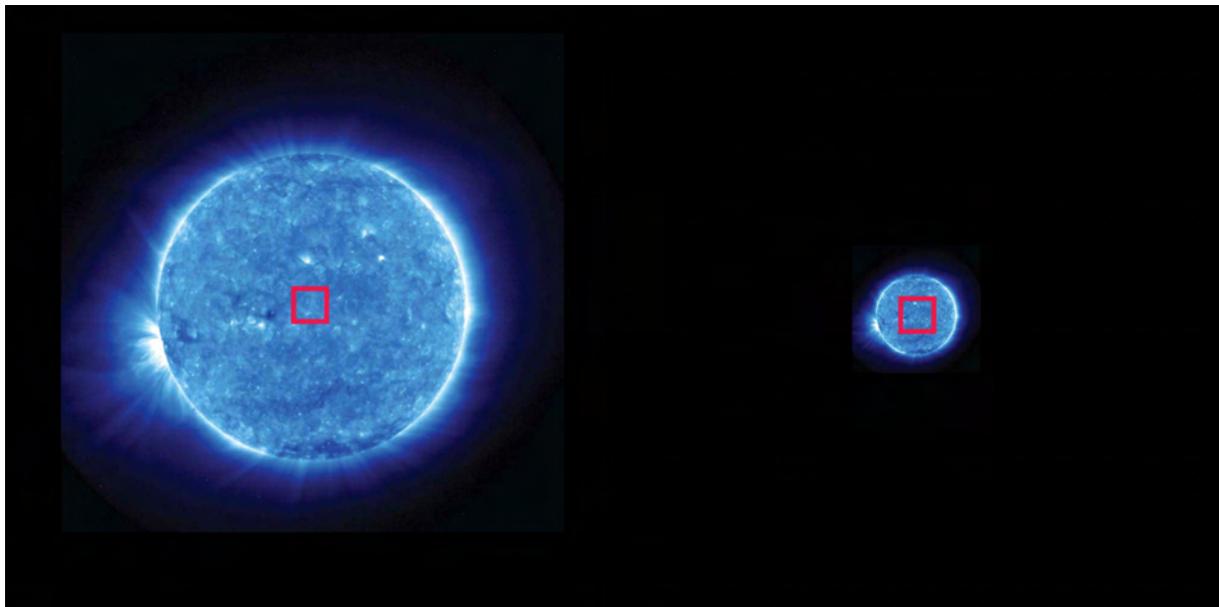
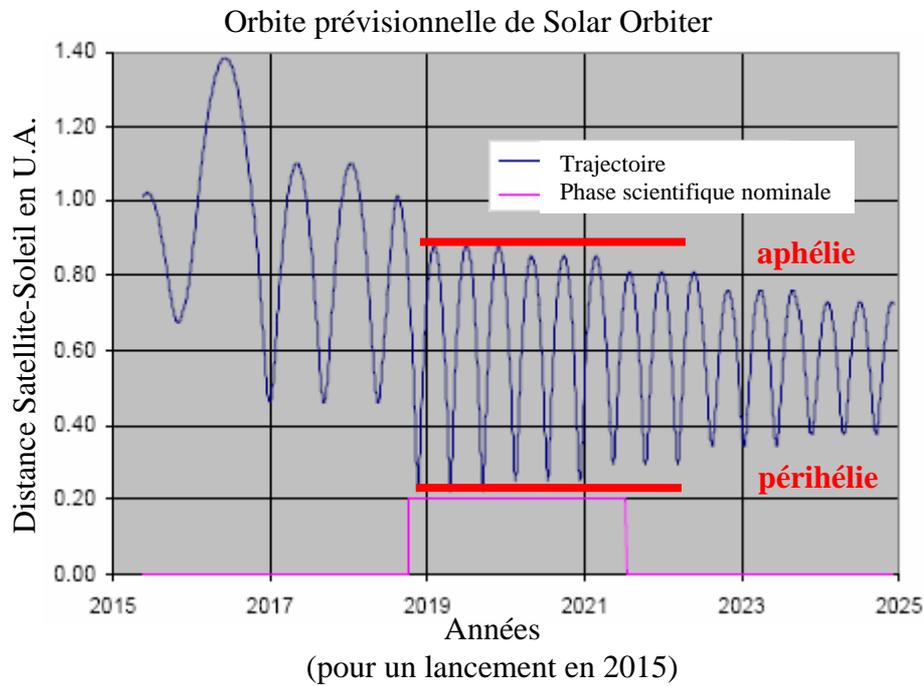


Figure 4.16 : Orbite prévisionnelle de la mission Solar Orbiter en fonction de la distance satellite-Soleil et du temps (en haut) et simulation des observations du FSI au premier passage nominal au périhélie à 0,22 U.A. (en bas à gauche) et au premier passage nominal au aphélie à 0,86 U.A. (en bas à droite). Le champ de vision des HRI est indiqué par le carré rouge.

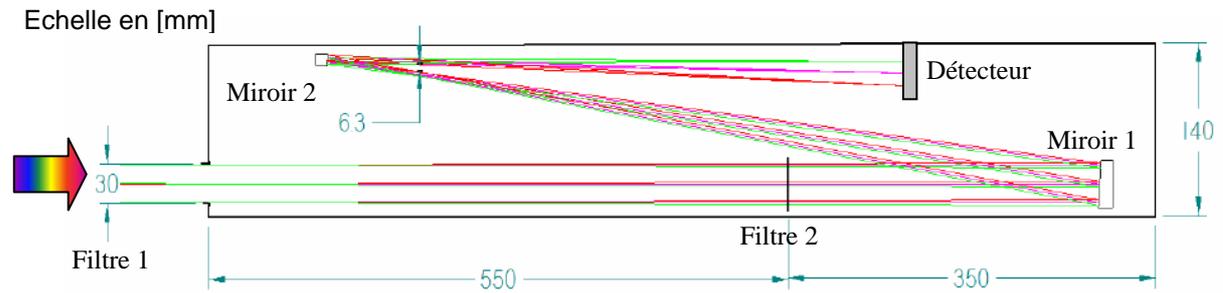
Les systèmes optiques des imageurs sont représentés sur la Figure 4.17. Les HRI sont des télescopes à deux miroirs de type Ritchey-Chrétien hors-axe. Le miroir primaire (M1) est parabolique hors axe et le miroir secondaire est hyperbolique. Cette double réflexion améliore la sélectivité spectrale EUV des HRI. Le FSI est proche du télescope hors-axe développé par Herschel. Le système optique est composé d'un seul miroir elliptique ayant une asphérisation proche de -0,59. La sélectivité spectrale des EUV est obtenue par les 2 filtres métalliques et le miroir.

Le Tableau 4.5 reprend les différents paramètres des miroirs. Les substrats seront réalisés à l'Institut d'Optique avec une asphérisation par canon à ions hors-axe comme pour la mission STEREO.

**Tableau 4.5 : Paramètres des miroirs des différents imageurs EUV proposés pour Solar Orbiter**

<b>Miroir primaire</b>		
Paramètre	HRI	FSI
Dimension	Ø36 mm	80 x 80 mm
Rayon de courbure	1073,85 mm	860 mm
Excentricité	106 mm	70 mm
Diamètre utile	Ø30 mm	
Coefficient d'asphérisation	-1	-0.59
Angles de rasance	83,52° à 85,20° bord de champ	84,80° à 86,28°
<b>Miroir secondaire</b>		
Paramètre	HRI	
Dimension	Ø10 mm	
Rayon de courbure	-129,27 mm	
Excentricité	11,11 mm	
Diamètre utile	Ø8 mm	
Coefficient d'asphérisation	-1,6894	
Angles de rasance	82,12° à 85,11°	

**a) HRI : télescope de type Ritchey-Chrétien hors-axe**



**b) FSI : télescope de type Herschel hors-axe**

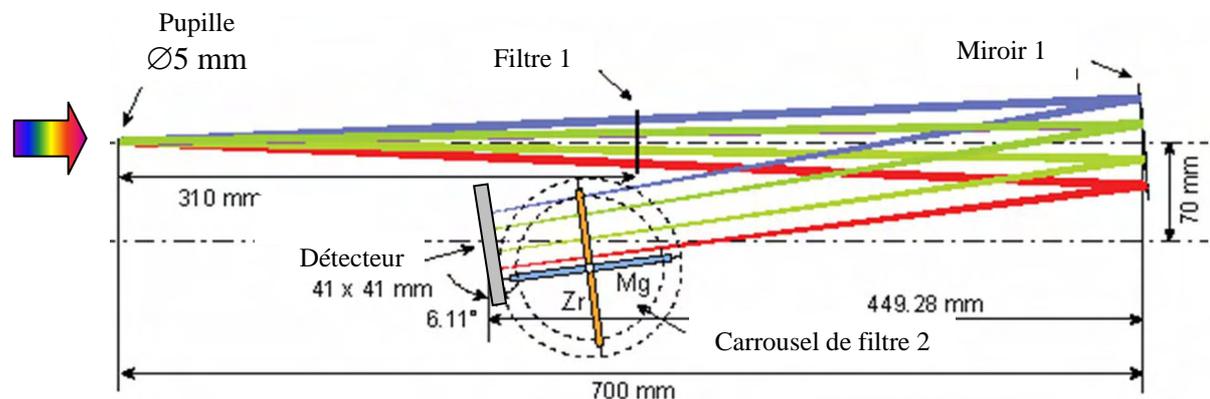


Figure 4.17 : Schéma optique d'un HRI pour l'EUV (en haut) et du FSI (en bas)

**Les défis technologiques des revêtements**

La problématique spécifique de cette étude porte sur le développement des revêtements multicouches. La faible charge utile autorisée et la limitation du nombre d'ouvertures dans le bouclier thermique ont réduit à deux le nombre des télescopes EUV : un HRI et un FSI. Pour obtenir une bonne corrélation entre les 2 images, il est nécessaire d'avoir un canal d'observation commun ce qui entraîne une perte de l'information multispectrale. La solution retenue consiste, avec la même surface de miroir, en l'acquisition de 2 canaux. L'étude précédente de Julien Gautier [9] a montré la faisabilité pour le couple de longueur d'onde 17,1-30,4 nm. Cette solution a été retenue pour le FSI et devrait être proposée pour le HRI.

Néanmoins des questions subsistent. Quelle est la plage d'accordabilité de ce type de structure pour la sélection de 2 bandes spectrales ? Quels sont les autres couples de longueur d'onde réalisables ? L'acceptance angulaire nécessite-elle un gradient d'épaisseur des

matériaux ? Plus généralement, quelles sont les règles de dimensionnement et de conception « manuelle » de ce type de structure ?

D'autre part, la pureté spectrale du FSI est déterminée par un jeu de 2 filtres métalliques en transmission et le pouvoir réflecteur d'un seul miroir. Est-il possible d'améliorer la sélectivité spectrale du revêtement ?

L'enceinte thermique devra assurer une température nominale de fonctionnement autour de 20°C. Les températures extrêmes sont définies par le mode survie loin du Soleil avec une température -50°C et la stabilité des colles à +60°C. Les filtres métalliques d'entrée seront les principaux dissipateurs de la charge calorifique imposée aux instruments. Ces variations de température entraîneront-elles des endommagements sur les optiques ?

Nous tenterons de répondre à ces questions dans la partie 4.3 avec le développement et l'analyse de la structure de base décrite dans la partie 4.2.

### **4.3.2 Définition de la structure**

Nous nous intéressons aux structures périodiques pouvant réfléchir deux bandes spectrales dans l'EUV. Dans un premier temps nous ferons quelques rappels sur les propriétés de ces structures. Ceci nous amènera à la définition d'une structure « pseudopériodique » permettant la réalisation de « bi-bande à sélectivité paramétrable ».

D'après la loi de Bragg (1.8), les structures périodiques engendrent plusieurs ordres de diffraction que l'on nomme  $m$ . Le rapport entre les longueurs d'onde, de deux ordres de Bragg  $\lambda_a$  et  $\lambda_b$  (où  $\lambda_a > \lambda_b$ ), est défini par l'ordre de diffraction et l'indice effectif moyen de la structure (1.9). La relation entre ces valeurs s'exprime sous la forme suivante :

$$\frac{\lambda_a}{\lambda_b} = \frac{m_b}{m_a} \sqrt{\frac{\sin^2(\theta) - 2\delta_{\text{eff}}(\lambda_a)}{\sin^2(\theta) - 2\delta_{\text{eff}}(\lambda_b)}} \quad (4.1)$$

D'après cette expression, si le décrément à 1 de l'indice effectif  $\delta_{\text{eff}}$  tend vers 0, alors le rapport entre les longueurs d'onde est inversement proportionnel au rapport des ordres. Malheureusement, l'indice EUV des matériaux n'est pas constant et cette approximation n'est valable que pour les longueurs d'onde inférieures à 10 nm. Il n'existe donc pas de formule analytique pour connaître la position exacte des pics. Elle peut néanmoins être bornée en utilisant les valeurs minimale et maximale des indices des matériaux constituant la structure.

Pour réaliser cet encadrement, il est nécessaire de prendre en considération le fait que plus la valeur de  $m$  est élevée plus la largeur spectrale à mi-hauteur  $\Delta\lambda$  diminue. En faisant l'hypothèse que  $\lambda_a > \lambda_b$ , cela implique  $\Delta\lambda_a > \Delta\lambda_b$ .  $\Delta\lambda_b$  étant plus fin, il est donc préférable de fixer  $\lambda_b$ , et d'encadrer la valeur de  $\lambda_a$  par l'expression suivante :

$$\lambda_b \frac{m_b}{m_a} \sqrt{\frac{\sin^2(\theta) - 2 \min\left(\delta\left(\lambda_b \frac{m_b}{m_a}\right)\right)}{\sin^2(\theta) - 2 \max(\delta(\lambda_b))}} \leq \lambda_a \leq \lambda_b \frac{m_b}{m_a} \sqrt{\frac{\sin^2(\theta) - 2 \max\left(\delta\left(\lambda_b \frac{m_b}{m_a}\right)\right)}{\sin^2(\theta) - 2 \min(\delta(\lambda_b))}} \quad (4.2)$$

A titre d'exemple, on recherche les couples de longueur d'onde d'intérêt pour l'astrophysique où il existe un filtre métallique permettant de discriminer les bandes spectrales. Pour cela on simule une structure tri-matériaux [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si] de 50 périodes sur un substrat de Si et pour un angle de rasance de 90°, en fixant la position de  $\lambda_b$ . La position de  $\lambda_a$  est reportée dans le Tableau 4.6 ainsi que l'ordre associé  $m_a$ . Les bi-bandes naturels sont représentés en police normale et les couples où  $\lambda_a$  est proche d'une raie d'émission d'intérêt sont représentés en italiques. Les structures en italiques peuvent être réalisées si l'on peut modifier la distance entre les deux pics. Seul le paramètre  $\delta_{\text{eff}}(\lambda_i)$  permet cet ajustement, il peut être modifié par augmentation de l'épaisseur de la couche de surface (« bi-bande naturel »), dont les combinaisons sont présentées dans le Tableau 4.6.

**Tableau 4.6 : Abaque des « bi-bandes naturels » pour des combinaisons des 4 premiers ordres de Bragg avec différentes paires de longueur d'onde d'intérêt pour l'astrophysique (calculé pour des structures [B<sub>4</sub>C /Mo/a-Si]).**

$\lambda_b$ [nm]	$m_b$	Raie d'émission	Filtre métallique $\lambda_b$	$m_a$	$\lambda_a$ [nm]	Raie d'émission	Filtre métallique $\lambda_a$
13,3	2	Fe XX-XXIII	Zr+Si	1	25,5	Fe XVII	Mg+Al
13,3	3	Fe XX-XXIII	Zr+Si	2	19,5	Fe XI	Al
19,5	3	Fe XI	Al	2	28,4	Fe XV	Mg+Al
13,3	4	Fe XX-XXIII	Zr+Si	3	17,4	Fe X	Al
19,5	4	Fe XI	Al	3	25,5	Fe XVII	Mg+Al

Lorsque les pics sont plus espacés ou rapprochés on peut ajouter une structure multicouche périodique (« bi-bande paramétrable ») au dessus d'une monocouche telle la

structure représentée sur Figure 4.18. Ceci permet l'obtention des combinaisons présentées dans le Tableau 4.7.

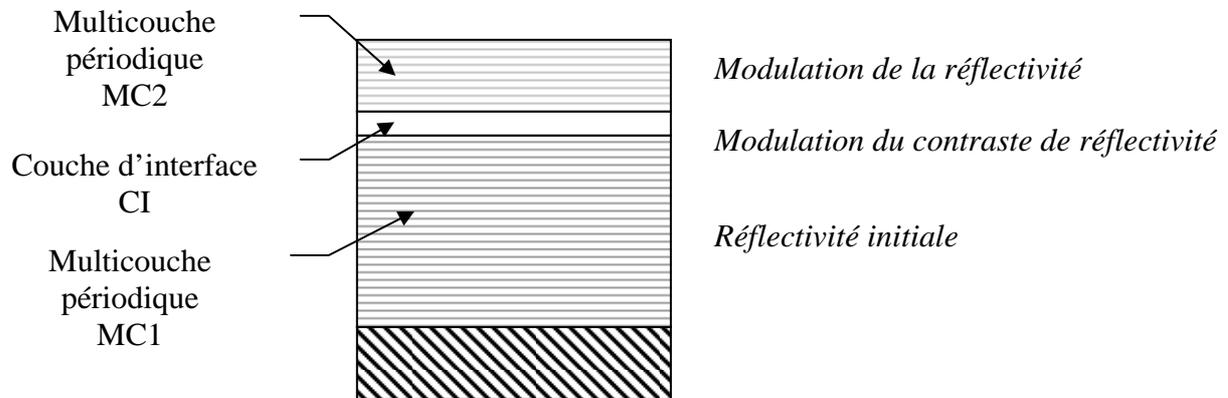


Figure 4.18 : Définition de l'empilement multicouche des structures bi-bandes

Tableau 4.7 : Abaque des « bi-bandes paramétrables » pour des combinaisons des 4 premiers ordres de Bragg avec différentes paires de longueur d'onde intéressante pour l'astrophysique (calculé pour des structures [B4C /Mo/a-Si]).

$\lambda_b$ [nm]	$m_b$	Raie d'émission	Filtre métallique $\lambda_b$	$m_a$	$\lambda_a$ [nm]	Raie d'émission	Filtre métallique $\lambda_a$
17,1	2	Fe IX	Al	1	32,4	He II/Fe XVI 30,4 / 33,5	Mg+Al or Te+Al
17,5	2	Fe X	Al	1	33,1	He II/Fe XVI 30,4 / 33,5	Mg+Al or Te+Al
17,5	3	Fe X	Al	2	25,6	Fe XVII 25,4	Mg+Al
17,1	4	Fe IX	Al	2	32,3	He II/Fe XVI 30,4 / 33,5	Mg+Al or Te+Al
17,5	4	Fe X	Al	2	33,0	He II/Fe XVI 30,4 / 33,5	Mg+Al or Te+Al

Nous avons vu que la profondeur de pénétration du rayonnement dépend de la longueur d'onde (1.10). Toujours avec l'hypothèse  $\lambda_a > \lambda_b$ , on peut considérer que  $\lambda_a$  est principalement réfléchi par les couches de la surface de la structure périodique alors que  $\lambda_b$  est réfléchi par l'ensemble de la structure. La superposition de deux structures multicouches périodiques, MC1 et MC2, devrait donc permettre de réfléchir les 2 longueurs d'onde. Ceci a été démontré dans la structure bi-bande optimisée précédemment [9].

Néanmoins, cette solution nécessite de faire un compromis entre la valeur de l'indice effectif de MC2 (rapport d'épaisseur entre les deux matériaux) et l'amplification de la réflexion par le système périodique (période de l'empilement et épaisseur totale de MC2). Pour ajouter un degré de liberté à la conception, nous proposons d'ajouter une couche d'intermédiaire CI entre les deux structures multicouches. Cette couche permet de conserver les conditions d'interférences de Bragg de MC2 (période) mais modifie à la fois les interférences de Kiessig (1.12) entre la surface et MC1 (épaisseur totale de MC2+CI) et l'indice effectif de MC2+CI.

Le schéma de principe de l'empilement est représenté Figure 4.18. D'un point de vue fonctionnel, MC1 définit un spectre de réflectivité qui est modulé par la combinaison de MC2 et CI. La réflectivité maximale est donc fixée par les performances de MC1 et la capacité d'ajustement du filtre par la largeur de l'ordre de Bragg le plus faible de MC1.

### **Choix de la structure périodique MC1**

Dans un premier temps, il faut choisir la structure de MC1 ayant la plus forte réflectivité aux deux longueurs d'onde et ayant une grande largeur de pic à mi-hauteur pour un même ordre de diffraction. Pour la région spectrale 13-40 nm, nous allons comparer les performances des structures connues [Mo/a-Si], [Mg/a-SiC] et [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si] mais aussi des nouvelles structures en cours de développement à base d'Al [53] : [B<sub>4</sub>C/Mo/Al] et [a-SiC/Mo/Al].

Pour chaque structure, à chaque longueur d'onde de 10 à 40 nm avec un pas de 0,5 nm, nous optimisons les épaisseurs de la structure pour 50 périodes déposées sur un substrat de silicium et un angle d'incidence normal à la surface. Pour la gamme spectrale considérée, toutes les structures ont une réflectivité maximale qui correspond à un empilement infini. A partir des épaisseurs obtenues, on recherche le nombre optimal de périodes où la réflectivité est inférieure à 1% de la valeur asymptotique de la réflectivité maximale,  $N_{\text{Optim}}(0,01)$ . Puis l'on calcule les propriétés du spectre réfléchi au premier ordre de Bragg.

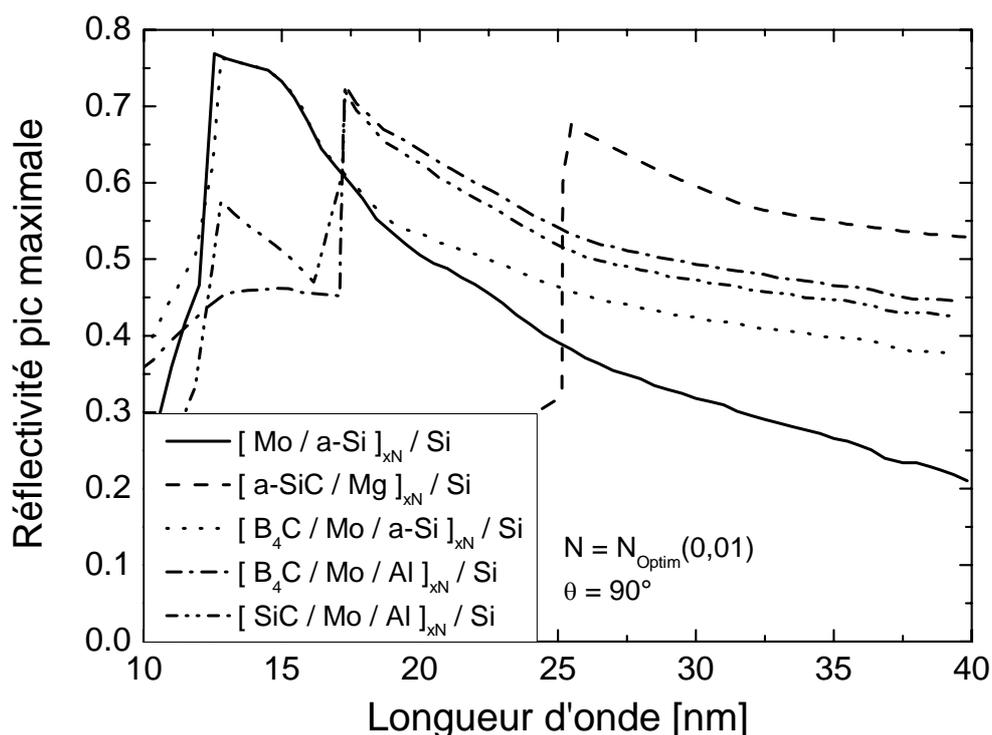


Figure 4.19 : Comparaison théorique du pouvoir réflecteur maximal de différentes structures en fonction de la longueur d'onde pour différents types de structures

La Figure 4.19 représente la valeur de réflectivité maximale pic en fonction de la longueur d'onde. On identifie les structures par leur matériau « espaceur ». Les structures Mo/a-Si et [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si] sont les plus réfléchissantes à 12,4 nm (seuil d'absorption du Si) à 17 nm (seuil d'absorption de l'Al), puis ce sont les structures [B<sub>4</sub>C/Mo/Al] et [a-SiC/Mo/Al] jusqu'au seuil du Mg, où la structure [a-SiC/Mg] devient plus réfléchissante.

La Figure 4.20 représente la valeur de  $N_{\text{Optim}}(0,01)$  et la largeur à mi-hauteur pour les différentes structures étudiées en fonction de la longueur d'onde. Pour des longueurs d'onde supérieures à 30 nm, on observe un élargissement important du pic de Bragg. La structure [a-SiC/Mg], au-delà de son seuil d'absorption à 25 nm, a une faible largeur à mi-hauteur et nécessite deux fois plus de périodes que les autres structures pour saturer le pouvoir réflecteur. Les autres structures ont des paramètres proches.

La structure [a-SiC/Mg] est fortement réfléchissante uniquement sur 25-40 nm dans la région spectrale étudiée. Il est donc impossible de réaliser des bandes d'ordre 1 et 2 dans

cette région, seules des combinaisons d'ordres de diffractions plus élevés pourrait être utilisées or la faible largeur à mi-hauteur implique un faible pouvoir d'ajustement.

Les autres structures sont équivalentes pour leur nombre de périodes optimal  $N_{\text{Optim}}(0,01)$  et largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda$ . Parmi ces structures, [Mo/a-Si] a la réflectivité la plus faible. Les structures à base d'Al sont très performantes en théorie mais posent encore quelques problèmes lors de la réalisation, dus notamment aux effets de cristallisation et d'oxydation. Elles pourront dans l'avenir être d'excellentes solutions pour les miroirs bi-bandes au-delà de 17 nm.

Le meilleur compromis résultant de la présente étude théorique est la structure précédemment étudiée [B<sub>4</sub>C/Mo/a-Si] conçue avec un  $N_{\text{Optim}}$  faible et une largeur à mi-hauteur plus grande que les autres structures. Pour la suite, nous étudierons donc cette structure structure. Pour obtenir une réflexion maximale de la structure sur les deux bandes spectrales, il est nécessaire d'utiliser la valeur de  $N_{\text{Optim}}$  de la plus courte longueur d'onde à réfléchir, soit  $\lambda_b$ . L'optimisation de la structure se fait en imposant la position de  $\lambda_b$  qui correspond à l'ordre de diffraction le plus élevé et donc de plus faible largeur.

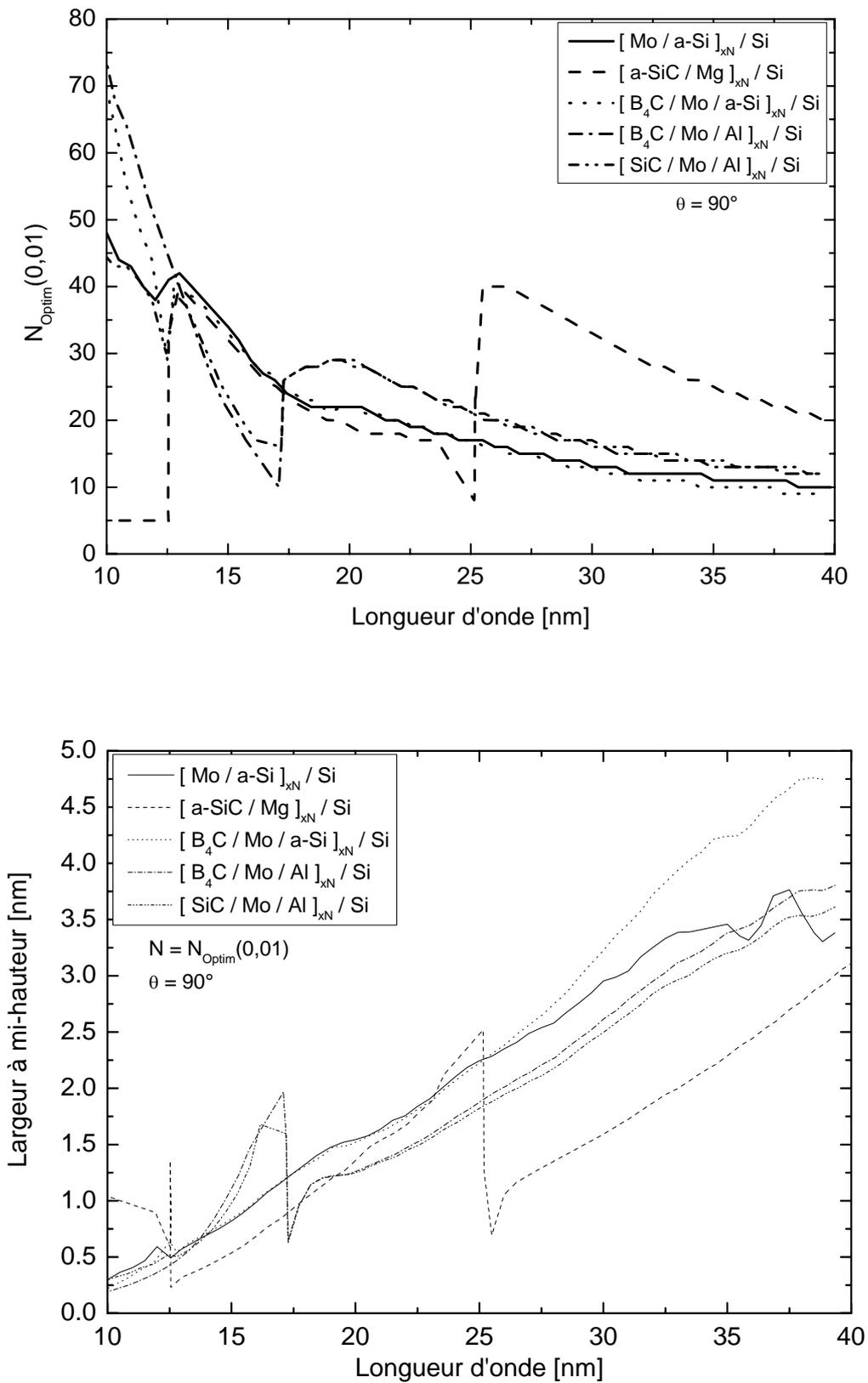
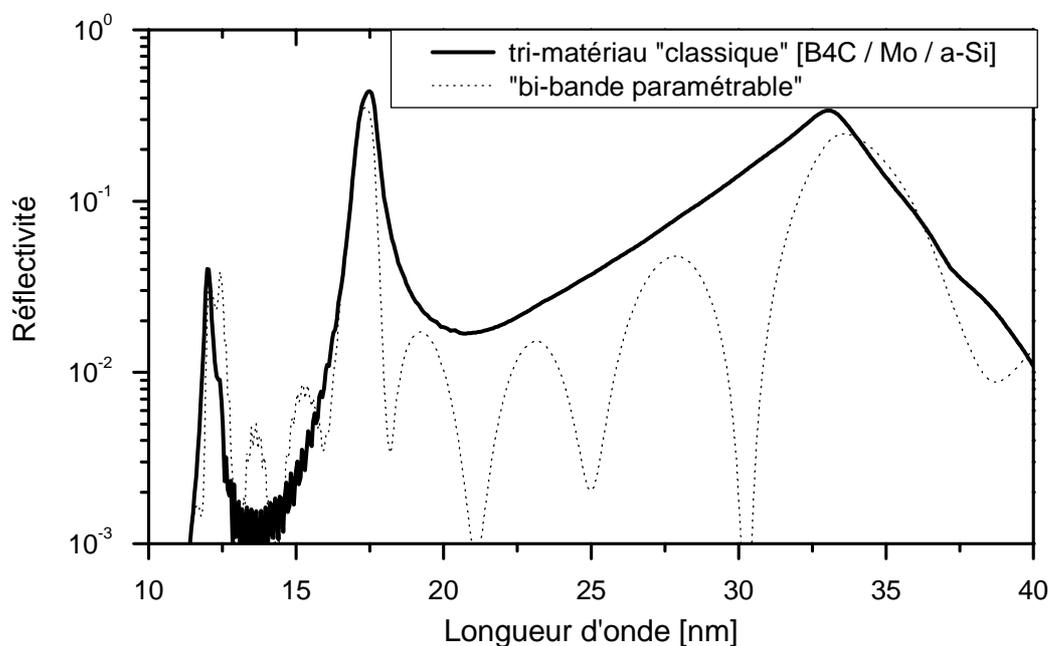


Figure 4.20 : Comparaison théorique du nombre optimal de périodes (en haut) et de la largeur à mi-hauteur (en bas) de différentes structures en fonction de la longueur d'onde

### Choix de la structure périodique MC2 et de la couche d'intermédiaire CI

Comme nous l'avons vu précédemment, le rôle de MC2 et CI est de moduler la réponse spectrale de MC1 et d'amplifier la réflectivité de la plus grande longueur d'onde. L'ajout d'une couche de surface va absorber le rayonnement. Cet ajout doit donc être le moins absorbant possible pour la courte longueur d'onde et le plus réfléchissant possible pour la grande longueur d'onde. On observe sur la Figure 4.21 la différence entre un tri-matériau et un « bi-bande paramétrable » qui conserve une bonne réflectivité aux courtes longueurs d'onde et dont le premier ordre de Bragg est décalé. De plus, le fond de réflectivité entre les ordres de Bragg est plus contrasté.



**Figure 4.21 : Comparaison théorique des performances d'un miroir tri-matériau à un miroir bi-bande naturel.**

Pour des raisons pratiques de réalisation, nous avons choisi les matériaux de MC2 et CI parmi ceux déjà utilisés pour déposer MC1 :  $B_4C$ , Mo et a-Si. Notre code Matlab rend nulle l'épaisseur de Mo, ce qui est confirmé par le constat que le Mo est le matériau le plus absorbant pour les deux longueurs d'onde. L'ordre optimal des matériaux est  $[B_4C/a-Si]$ . La couche d'intermédiaire peut être très épaisse, on choisit donc le matériau le moins absorbant dans notre domaine spectral d'étude pour la réaliser, soit a-Si. Le nombre de périodes de MC2,  $N_{MC2}$  est donc un demi-entier et la structure périodique commence et finit par du  $B_4C$ .

L'épaisseur de la période de MC2,  $d_{MC2}$  est proche de celle de MC1. L'écart maximal spectral doit être inférieur à la demi-largeur à mi-hauteur  $\Delta\lambda_b/2$  ce qui se traduit par une différence d'épaisseur de période deux fois moindre pour un angle d'incidence proche de la normale, soit  $\Delta\lambda_b/4$ .

Le nombre de périodes  $N_{MC2}$  correspond à la distance entre la surface de MC2 et la surface de MC1, en particulier la première couche du matériau absorbant Mo de plus fort indice. Le nombre de minimum de réflectivité, entre les pics de Bragg successifs correspond à  $N_{MC2} + 0,5$  tant que l'épaisseur de CI reste inférieure à l'épaisseur  $d_{MC2}$ .

L'épaisseur de la couche d'intermédiaire CI,  $d_{CI}$  est déterminée en utilisant le rapport d'épaisseur des matériaux dans MC2. Elle modifie à la fois l'indice effectif de la structure de surface (MC2+CI) et son épaisseur totale.  $d_{CI}$  peut être bornée entre 0 et  $d_{MC2}$ , si l'épaisseur doit être plus élevée, il est alors préférable d'ajouter une période à MC2 afin d'avoir une interface supplémentaire participant à la réflexion des longueurs d'onde désirées.

### **Optimisation finale**

Après l'optimisation des performances spectrales et afin de limiter les effets de l'interface Mo sur a-Si, on introduit un matériau barrière à cette interface. On utilise le matériau thermodynamiquement le moins miscible comme matériau barrière. Dans le cas de la structure  $[B_4C/Mo/a-Si]$ , nous utilisons  $B_4C$  qui est bien connu pour améliorer la réflectivité par une limitation de l'interdiffusion (cf. chapitre 3). La structure déposée devient donc  $[B_4C/Mo/B_4C/a-Si]$ . Cette conception permet de consolider la structure, en particulier si elle est exposée à des températures élevées. D'autre part l'épaisseur totale nominale de  $B_4C$  dans la période de l'empilement reste presque équivalente entre les deux configurations. Le rapport d'épaisseur entre les 2 interfaces permet d'ajuster l'amplitude relative des 2 pics de réflectivité, c'est le paramètre  $\eta$  défini dans l'équation (3.1). Si les épaisseurs sont égales ( $\eta = 0,5$ ) alors le pic de Bragg centré sur  $\lambda_b$  sera plus réfléchissant. A l'inverse, si l'épaisseur de  $B_4C$  à l'interface a-Si/ $B_4C$ /Mo devient supérieure à l'épaisseur de  $B_4C$  à l'interface Mo/ $B_4C$ /a-Si ( $\eta < 0,5$ ) alors le pic de Bragg centré sur  $\lambda_a$  sera plus réfléchissant. Enfin, l'introduction de  $B_4C$  aux deux interfaces permet de faciliter la réalisation car l'épaisseur de l'interface Mo/a-Si n'est plus à calibrer (Chapitre 2.3.2).

### **4.3.3 Exemple appliqué à l'astrophysique**

Dans l'observation solaire EUV, certaines raies d'émission fortes correspondant à l'observation d'une autre région du plasma sont intégrées dans le pic de diffraction de Bragg dédié à la raie d'émission considérée.. Le cas le plus flagrant sur la Figure 4.15 est la présence de la raie émise par l'He II à 30,4 nm (Chromosphère, région de transition) qui est 10 fois plus intense que ses 2 voisines Fe XV à 28,4 nm et Fe XVI à 33,5 nm (Région active). L'objectif est donc double : sélectionner les 2 ordres de diffraction de Bragg autour de 17,5 nm et {28,4 nm et 33,5 nm} tout en atténuant la raie d'émission intense de l'He II à 30,4 nm.

Nous nous proposons d'étudier le miroir à bi-bande destiné à sélectionner  $\lambda_a$  autour de 33 nm et  $\lambda_b$  autour de 17 nm, et optimisé pour un angle de rasance de  $80^\circ$ . Dans ce cas, nous choisissons les ordres  $m_a$  égal à 1 et  $m_b$  égal à 2 respectivement (cf. Tableau 4.6). Nous avons fixé le nombre de périodes de MC1,  $N_{MC1}$ , à 30 périodes afin de maximiser la réflectivité à  $\lambda_b$ .

La Figure 4.22.a représente la réflectivité théorique de la structure à bi-bande pour  $N_{MC2}$  égal à 2,5 et 3,5. Comme prévu, le nombre de minima de réflectivité entre le premier et le second ordre de Bragg est respectivement de 3 et 4. Dans les deux cas, les épaisseurs de matériaux MC2 et la couche d'intermédiaire ont été optimisés pour une réflectivité maximale à  $\lambda = 33,5$  nm et un minimum à  $\lambda = 30,4$  nm. Nous avons également tracé la réflectivité de MC1 seule à titre de comparaison ("bi-bande naturel"). On observe que la réflectivité avec les deux structures superposées est en général inférieure à celle de MC1 seule qui détermine la réflectivité maximale possible pour chaque longueur d'onde.

La perte de réflectivité par rapport à celle d'une simple structure périodique optimisée à une longueur d'onde, comme MC1 seul, doit être comparée avec le gain de sélectivité spectrale. Comme on le voit sur la Figure 4.22.a, le rejet de la raie d'émission non désirée à 30,4 nm est nettement amélioré (plus de 2 décades) ; ce minimum de réflectivité est encore amplifié dans le cas de réflexions multiples dans un système optique.

Les positions du premier et du second pic de Bragg sont reportées sur la Figure 4.22.b en fonction de l'épaisseur de la couche d'intermédiaire normalisée par rapport à l'épaisseur de la période de MC1. Pour les épaisseurs des matériaux de la structure MC2 nous utilisons celles de la Figure 4.22.a, cas où  $N_{MC2} = 3,5$ . L'épaisseur de CI est normalisée à l'épaisseur de la période de MC1 ( $d_{MC1} = 18,5$  nm). Ces résultats montrent un effet significatif de l'épaisseur de CI,  $d_{CI}$ , sur la position du premier pic de Bragg alors que la position du second ordre est

beaucoup moins sensible à ce paramètre. Comme on peut s'y attendre, la périodicité de la position des pics de Bragg évolue de façon quasi-périodique en fonction de l'épaisseur de  $d_{CI}$ . La périodicité vaut  $d_{MC1}$  pour le premier ordre et  $d_{MC1} / 2$  pour le second ordre. La Figure 4.22.b montre également que la variation de la position du pic par rapport à  $d_{CI}$  avec  $N_{MC2}$  égal à 2.5 ou 3.5 sont très similaires. Ainsi, par le choix de l'épaisseur  $d_{CI}$ , il est possible d'ajuster la distance entre le 1<sup>er</sup> et le 2<sup>nd</sup> pic de Bragg. D'autre part, les sauts de position correspondent à un minimum du pic de réflectivité, cette technique permet donc d'atténuer un ordre de Bragg choisi, si nécessaire.

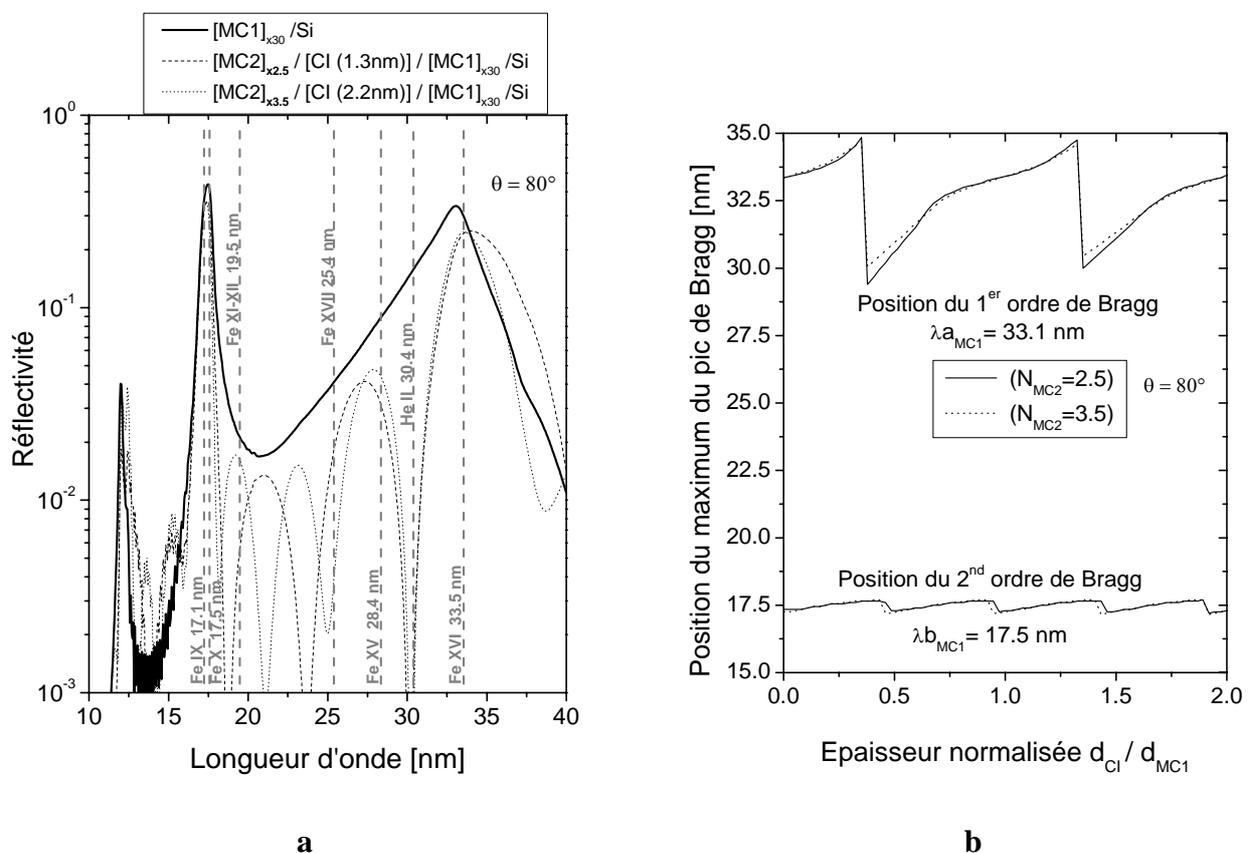


Figure 4.22 : a) Spectre réfléchi par MC1 seul et par le miroir bi-bande avec 2,5 périodes et 3,5 périodes dans MC2. b) Influence de l'épaisseur de la couche d'adaptation CI normalisée par rapport à l'épaisseur de la période de MC1 sur la position du maximum du 1<sup>er</sup> et du 2<sup>nd</sup> pic de Bragg

### 4.3.4 ***Bi-bande naturelle***

Dans certains cas bien précis, il est possible d'obtenir des ordres de Bragg bien positionnés sur les raies intéressantes. Nous avons décidé de réaliser les multicouches pour le couple de raies d'intérêt pour l'astrophysique : 13,1-13,3 nm (Fe VIII – Fe XX / XXIII) et 19,5 nm (Fe XI / XII).

Le rapport des longueurs d'onde à réfléchir entre les 2 pics est égal à 2/3 ce qui implique (d'après l'équation 4.1) que pour le pic à 19,5 nm correspond à l'ordre 2 de diffraction et que le pic autour de 13,3 nm correspond à l'ordre 3 de diffraction. Pour l'obtention d'un bon pouvoir réflecteur aux 2 longueurs d'onde, nous avons retenu une structure tri-matériaux Mo/a-Si avec barrière de B<sub>4</sub>C, soit [B<sub>4</sub>C/Mo/B<sub>4</sub>C/a-Si] cf. Chapitre 3. L'angle de rasance optimisé est de 80°.

Les épaisseurs ont été optimisées pour maximiser la réflectivité autour de 13,3 nm par un nombre de périodes permettant de saturer la réflectivité sur les 2 pics comme le montre la Figure 4.23. La réflectivité autour du pic 19,5 nm est améliorée en utilisant deux épaisseurs différentes de B<sub>4</sub>C entre les deux interfaces, ce qui permet d'augmenter la réflectivité.

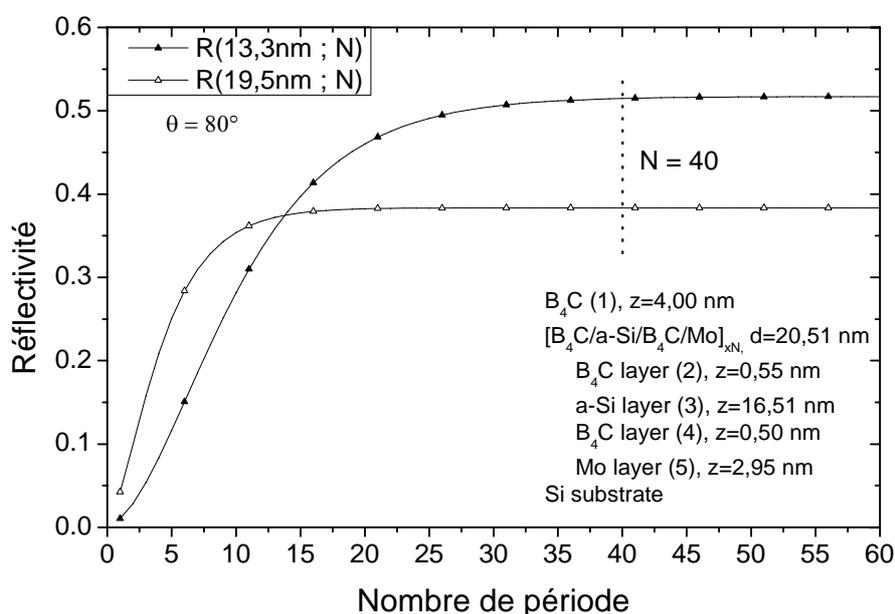


Figure 4.23 : Optimisation du nombre de périodes pour le miroir bi-bande

La Figure 4.24 représente les mesures de réflectométrie en X-rasants (GRX) et de réflectivité EUV de ce miroir bi-bande naturel réalisé. L'ajustement de la courbe de réflectométrie en X-rasants permet de remonter aux paramètres des matériaux les plus contrastés à  $\lambda = 0,154$  nm (cf. Tableau 2.12) et à la période de la structure. Ceci se traduit par la définition de l'épaisseur moyenne de la période, l'épaisseur de Mo et les rugosités d'interfaces contenant du Mo. Le ratio des épaisseurs a-Si vs B<sub>4</sub>C et leur rugosité d'interface sont ajustées par la mesure de réflectométrie EUV. Le modèle résultant de cette combinaison de mesures est superposé sur les graphiques sur la Figure 4.24. Les valeurs utilisées pour l'ajustement sont reportées dans le Tableau 4.8. On observe un décalage entre la position des pics et la position des raies. Il s'explique par une erreur de -0,35 nm sur l'épaisseur de la période réalisée qui n'a pas été corrigée dans ce dépôt destiné à démontrer la faisabilité. D'autre part, on observe un minimum de réflectivité autour de  $\lambda = 24$  nm qui est principalement due à l'épaisseur de B<sub>4</sub>C présent en surface. Il y a une bonne correspondance entre la mesure et l'ajustement sur la gamme de longueur d'onde de 12 nm à 30 nm, au-delà on observe des divergences, en particulier après le premier ordre de Bragg où la théorie prévoit un minimum de réflectivité et la mesure montre une réflectivité constante. Ceci met en évidence un problème dans la valeur des indices utilisés pour la simulation.

**Tableau 4.8 : Epaisseurs ajustées de la structure bi-bande naturelle 13,3 nm & 19,5 nm**

Matériau/Structure	Epaisseur [nm]	Rugosité [nm]
B <sub>4</sub> C	4,80 ±0,2	0,5 ±0,05
[B <sub>4</sub> C / a-Si / B <sub>4</sub> C / Mo] <sub>x40</sub>	20,17 ±0,1	0 (B <sub>4</sub> C/B <sub>4</sub> C)
B <sub>4</sub> C	0,55 ±0,05	0,25 ±0,05
a-Si	16,2 ±0,1	1,0 ±0,20
B <sub>4</sub> C	0,50 ±0,02	1,0 ±0,20
Mo	2,92 ±0,01	0,4 ±0,05
Substrat : Si		0,34 ±0,05

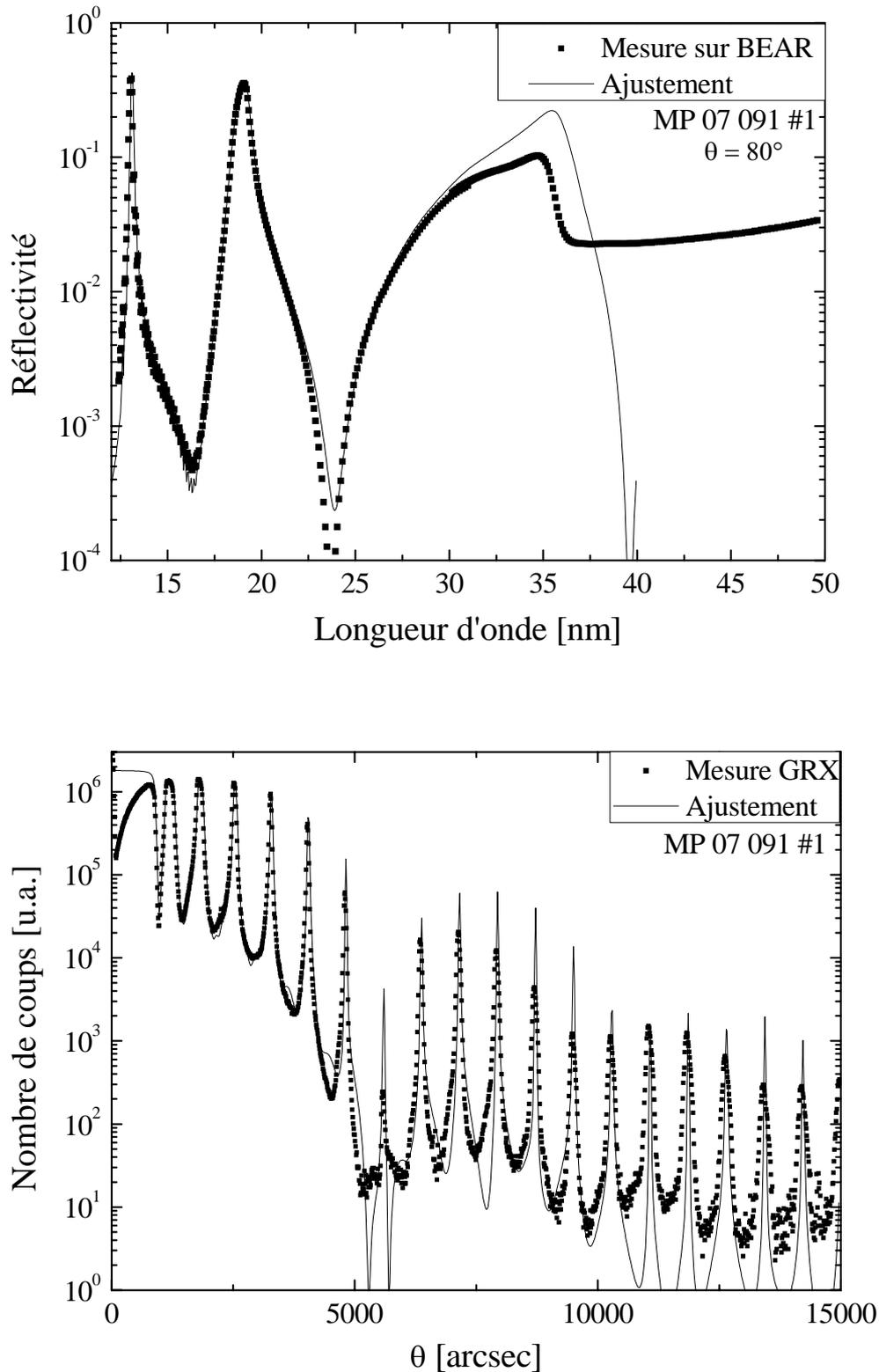


Figure 4.24 : Courbe de réflectométrie EUV (en haut) mesurée sur rayonnement synchrotron pour un angle d'incidence de rasance à  $80^\circ$  et courbe de réflectométrie spéculaire en X-rasant (en bas) du miroir bi-bande naturel 13,3 nm & 19,5 nm

Ce même échantillon, MP 07 091#1, a été soumis aux tests d'environnement climatique (cf. chapitre 2.3). Cette évaluation complète, cyclage thermique puis chaleur humide, s'est déroulée en parallèle pour un échantillon témoin (#3) et un échantillon (#2) a été évalué uniquement au cyclage thermique. Il s'est écoulé 14 mois entre les 2 mesures de réflectométrie EUV sur rayonnement synchrotron. La Figure 4.25 superpose l'état initial à l'état après évaluation de l'échantillon. On observe une perte de réflectivité de -0,05 autour du pic à 19 nm. La position des pics est constante, ce qui est vérifié par la mesure de réflectométrie en X-rasant (non représenté). La perte de réflectivité et le déplacement du pic peuvent être expliqués par une pollution de surface constatée lors de l'observation (cf. Figure 4.26), par une augmentation de l'épaisseur de la couche de B<sub>4</sub>C de surface, inférieure à 0,3 nm, et/ou une diminution de sa densité du matériau B<sub>4</sub>C.

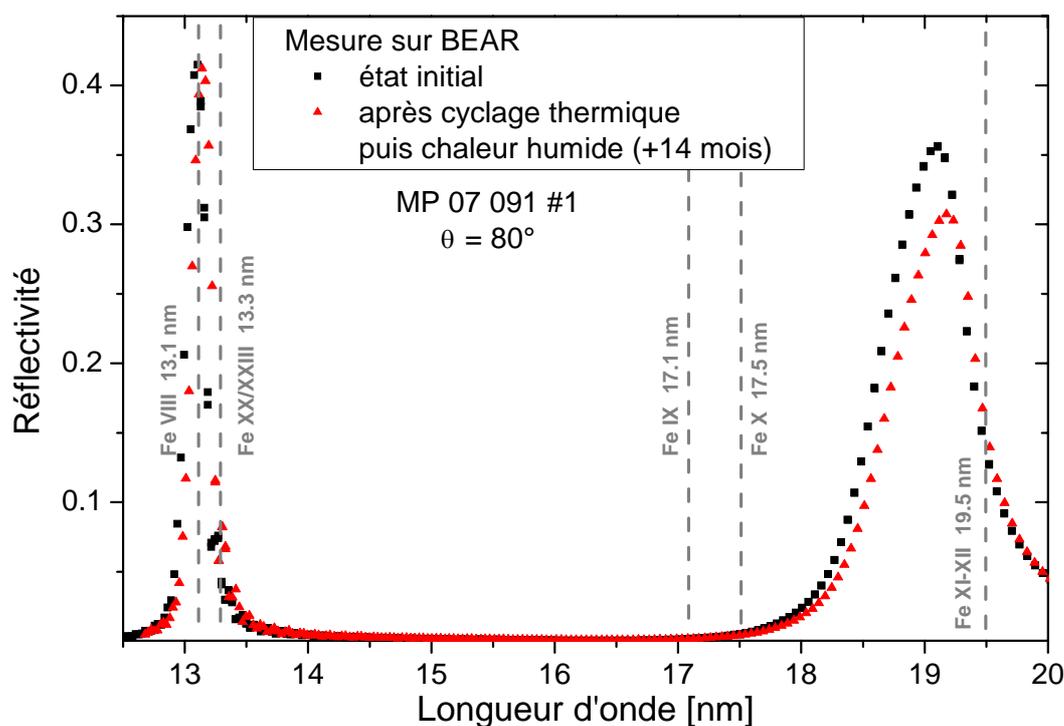


Figure 4.25 : Courbes expérimentales de réflectométrie EUV mesurées sur rayonnement synchrotron, pour un angle d'incidence de rasance à 80°, du miroir bi-bande naturel 13,3 nm & 19,5 nm avec l'état initial (carrés), après évaluation au cyclage thermique et chaleur humide (triangle) et après un essai de nettoyage (ronds).

Si l'on prend en compte une oxydation de la 1<sup>ière</sup> couche d'a-Si sous la forme d'a-SiO<sub>2</sub>, 3 nm de a-SiO<sub>2</sub> et 14,0 nm d'a-Si, on obtient alors une perte de réflectivité de -0,03 ainsi qu'un léger décalage du pic.

Une autre source d'erreur est l'inhomogénéité du dépôt MP 07 091. Elle se traduit par des pics de Bragg plus larges sur la mesure GRX. On estime la différence maximale de période  $\Delta d$  inférieure à 1%.

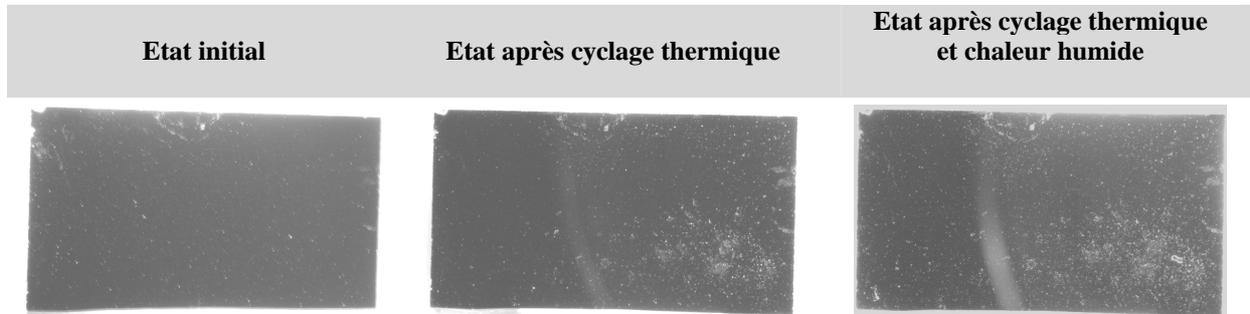


Figure 4.26 : Photos de l'état de surface réalisée à la binoculaire de l'échantillon MP 07 091 #1 après les différentes étapes de l'évaluation à l'environnement climatique

Le « bi-bande naturel » est une solution envisageable lorsque des couples de longueur d'onde sont très proches des uns des autres. La conception, la réalisation et la caractérisation d'une structure utilisant l'ordre 2 et 3 de diffraction de Bragg ont été démontrées.

Le paramètre d'ajustement sur la position relative des pics de réflectivité et des minima est obtenu par une optimisation de la structure tri-matériaux avec barrière et de la couche de surface. Il faut néanmoins faire attention si l'un des pics à réfléchir a une longueur d'onde supérieure à 30 nm, car de grandes différences sont observées entre la théorie et la mesure.

L'évaluation de la structure a montré une chute de réflectivité de 0,05 après vieillissement sur le 2<sup>ème</sup> ordre de Bragg optimisé. Cette perte de pouvoir réflecteur semble liée à une oxydation de la première couche de silicium amorphe située sous la couche superficielle de B<sub>4</sub>C.

#### **4.3.5 Bi-bande à sélectivité paramétrable**

Nous avons vu dans le Tableau 4.6 que certaines raies d'émission sont proches des rapports optimum d'ordre mais nécessitent une marge de souplesse dans le positionnement du pic de réflectivité du revêtement optique. De plus, il est parfois nécessaire d'améliorer la sélectivité spectrale des revêtements. Dans cette partie, deux familles de multicouches ont été développées :

- La première famille permet de réfléchir les raies situées autour de 17,3 nm et la raie à 30,4 nm tout en améliorant la sélectivité spectrale par rapport aux raies voisines à 33,5 nm et 28 nm à atténuer.
- La seconde famille permet de réfléchir les raies situées autour de 17,3 nm et les raies voisines à 33,5 nm et 28 nm, tout en atténuant la raie à 30,4 nm.

Pour les deux familles, le rapport entre  $\lambda = 17$  nm et  $\lambda = 30$  nm est proche du rapport  $\frac{1}{2}$ . L'optimisation des structures sera donc faite pour les ordres de diffraction 1 et 2 de la structure multicouche. L'ordre 2 sera fixé à une valeur comprise entre 17,1 nm et 17,5 nm. L'angle de rasance est fixé à  $80^\circ$ . Pour l'obtention d'un bon pouvoir réflecteur aux deux longueurs d'onde, nous avons retenu une structure tri-matériaux  $B_4C/Mo/a-Si$  avec barrière. Après la caractérisation des échantillons des différentes familles, nous évaluerons leur tenue aux environnements climatiques.

### **Famille 17,5 nm & 30,4 nm**

Pour la première famille 17,3 nm & 30,4 nm, nous sommes partis des résultats précédemment publiés [9] à titre comparatif. La structure précédemment réalisée (IO 05 05) était optimisée pour une réflectivité élevée à  $\lambda = 30,4$  nm et un minimum prononcé à  $\lambda = 33,5$  nm. La nouvelle structure (MP 08 062) est optimisée pour une réflectivité maximisée à  $\lambda = 17,5$  nm et  $\lambda = 30,4$  nm tout en minimisant les raies à  $\lambda = 28,4$  nm et  $\lambda = 33,5$  nm. Les épaisseurs visées sont présentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 4.9 : Epaisseurs visées des structures bi-bande IO 05 05 et MP 08 062**

IO 05 05 (17,2 nm & 30,4 nm)		MP 08 062 (17,3 nm & 30,4 nm)	
Matériau/Structure	Epaisseur [nm]	Matériau/Structure	Epaisseur [nm]
[B <sub>4</sub> C / a-Si] <sub>x4</sub>	17,70	[B <sub>4</sub> C / a-Si] <sub>x5</sub>	17,72
B <sub>4</sub> C	5,20	B <sub>4</sub> C	3,36
a-Si	12,5	a-Si	14,36
		B <sub>4</sub> C	3,36
		a-Si	14,00
[B <sub>4</sub> C / Mo / a-Si] <sub>x10</sub>	17,8	[B <sub>4</sub> C / Mo / B <sub>4</sub> C / a-Si] <sub>x28</sub>	18,20
B <sub>4</sub> C	1,3	B <sub>4</sub> C	0,60
Mo	3,5	Mo	3,20
a-Si	13,0	B <sub>4</sub> C	0,60
		a-Si	13,8
Substrat : Si		Substrat : Si	

La structure IO 05 05 est une combinaison de 2 structures périodiques sans couche d'intermédiaire CI. La structure inférieure (MC1) est constituée de 10 périodes sans barrière d'interdiffusion. La structure supérieure (MC2) est constituée de 4 périodes, soit 4 minima de réflectivité entre les 2 pics). Le dépôt de la structure a été réalisé par pulvérisation ionique sur le bâti IBS.

La structure MP 08 062 utilise une couche intermédiaire CI de a-Si d'épaisseur est très proche de celle de la structure supérieure (MC2) qui est constituée de 5,5 périodes, soit 6 minima de réflectivité entre les 2 pics diffractés. La structure inférieure (MC1) est constituée de 28 périodes et les barrières d'interdiffusion sont symétriques afin de renforcer la réflectivité à  $\lambda = 17,5$  nm. Le dépôt de la structure a été réalisé par pulvérisation cathodique magnétron sur le bâti MP800.

Les simulations de conception et les mesures de réflectométrie EUV sur rayonnement synchrotron sont représentées sur la Figure 4.27. Nous constatons que la réflectivité expérimentale est toujours inférieure à la réflectivité théorique. Ceci est principalement dû au fait que la rugosité aux interfaces n'est pas prise en compte dans le modèle et que, pour les longueurs d'onde supérieures à 30 nm, les tables d'indice des matériaux ne sont pas parfaitement connues. Il est intéressant de noter que la position et l'amplitude des minima de réflectivité est très proche de la théorie et semblent moins affectées par les effets d'interfaces et d'indice.

Le Tableau 4.10 récapitule les performances de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm et du second canal pour les miroirs « bi-bandes » des différentes structures présentées. Le miroir HECOR sert de référence en tant que structure optimisée à  $\lambda = 30,4$  nm. Avec le défaut d'une non réjection des canaux du Fe XV à  $\lambda = 28,4$  nm et du Fe VI à  $\lambda = 33,5$  nm est non modifiable.

La structure IO 05 05 présente une chute de réflectivité inférieure à 2 par rapport à HECOR avec une réflectivité de 0,33 pour le second canal. La réjection optimisée à  $\lambda = 33,5$  nm permet de rejeter par un facteur 4 par rapport à HECOR.

La structure MP 08 062 présente une chute de réflectivité inférieure d'un facteur multiplicatif à 3 par rapport à HECOR à  $\lambda = 30,4$  nm une réflectivité de 0,29 pour le second canal, proche de la réflectivité de IO 05 05. La réjection optimisée à  $\lambda = 33,5$  nm permet de rejeter par un facteur 6 par rapport à HECOR. La réjection optimisée à  $\lambda = 28,4$  nm permet de rejeter par un facteur 15 par rapport à HECOR.

**Tableau 4.10 : Comparaison des performances de réjection  $R_{(30,4)}/R_{(\lambda)}$  pour les différentes structures réfléchissant à  $\lambda = 30,4$  nm**

	HECOR			IO 05 05		MP 08 062	
	$\lambda$	$R(\lambda)$	$R_{(30,4)}/R_{(\lambda)}$	$R(\lambda)$	$R_{(30,4)}/R_{(\lambda)}$	$R(\lambda)$	$R_{(30,4)}/R_{(\lambda)}$
Canal à réfléchir	30,4 nm	0,32		0,194		0,09	
	~17,3 nm	--		0,33		0,291	
Canal à atténuer	28,4 nm	0,13	2,4	0,052	3,7	0,0025	36
	33,5 nm	0,0378	8,5	0,006	32,3	0,0017	53

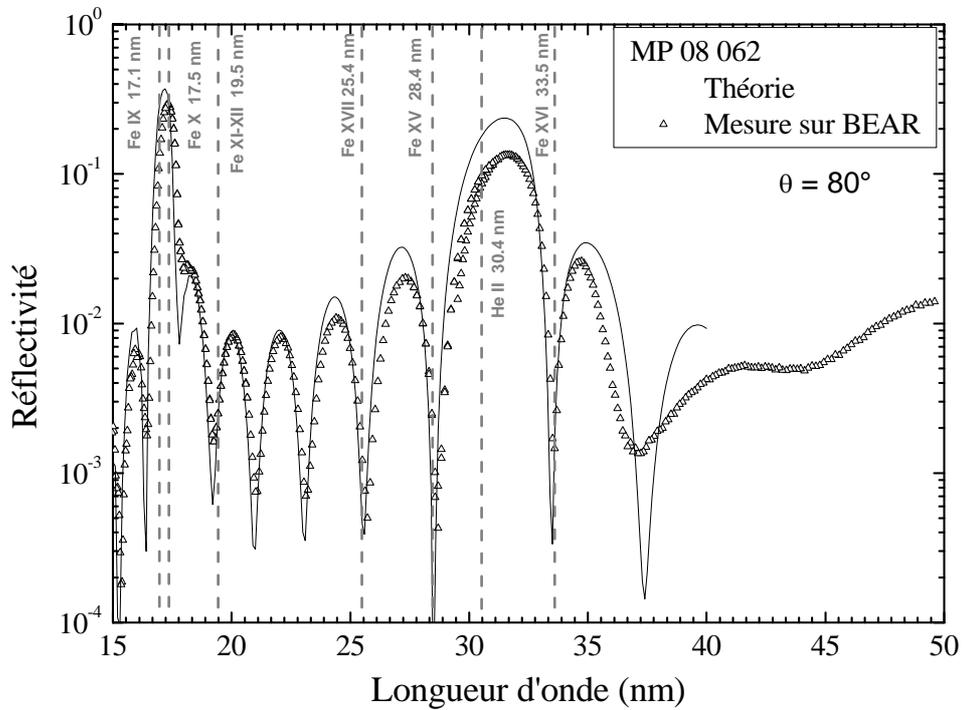
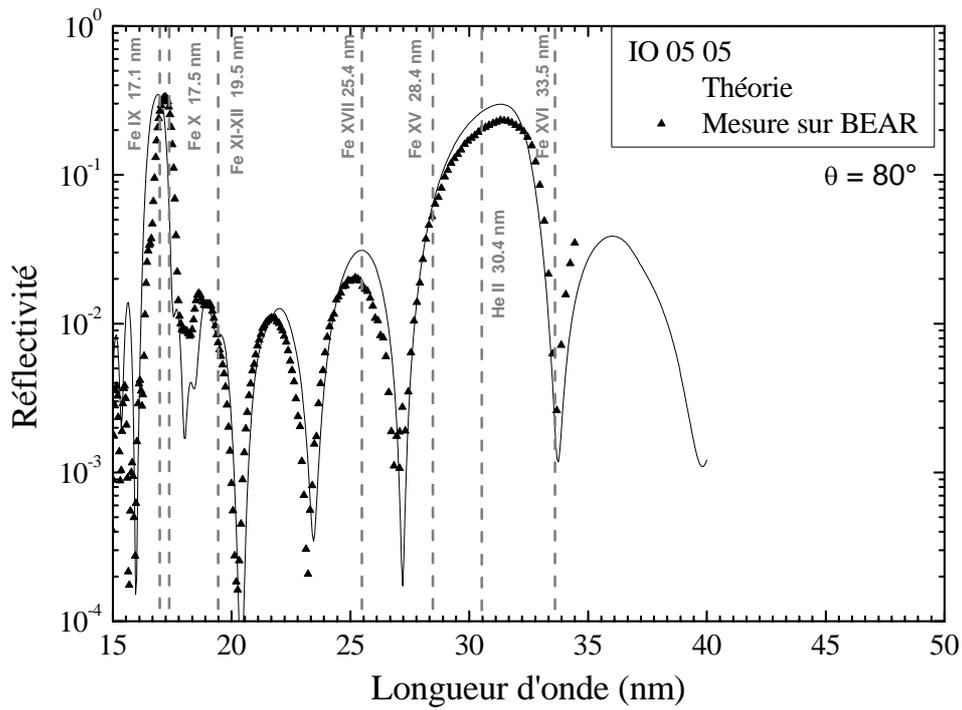


Figure 4.27 : Courbes expérimentales de réflectométrie EUV mesurées sur rayonnement synchrotron pour les miroirs bi-bande paramétrables  $\lambda = 17,5 \text{ nm}$  &  $\lambda = 30,4 \text{ nm}$  avec un minimum de réflectivité de la raie à  $\lambda = 33,5 \text{ nm}$

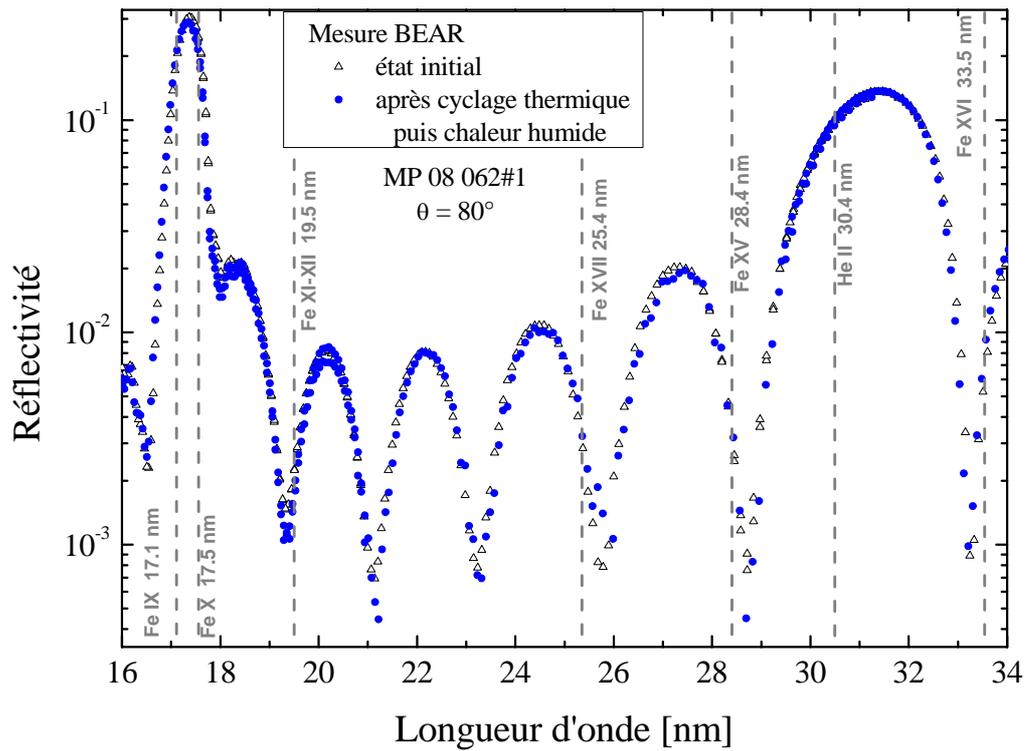


Figure 4.28 : Courbes expérimentales de réflectométrie EUV mesurées sur rayonnement synchrotron pour le miroir bi-bande paramétrable  $\lambda = 17,5$  &  $\lambda = 30,4$  avec des minima de réflectivité à  $\lambda = 33,5$  nm et à  $\lambda = 28,4$  nm. Etat initial et état après toutes les phases d'évaluation.

La structure MP 08 062 a été soumise à l'évaluation aux environnements (cf. chapitre 2.3). Aucune modification majeure des performances n'est à noter. La position des pics et des minima sont inchangées après tous les tests, comme on peut le voir sur la Figure 4.28. Les mesures GRX ne montrent pas d'évolution de la période, ni de la forme du spectre.

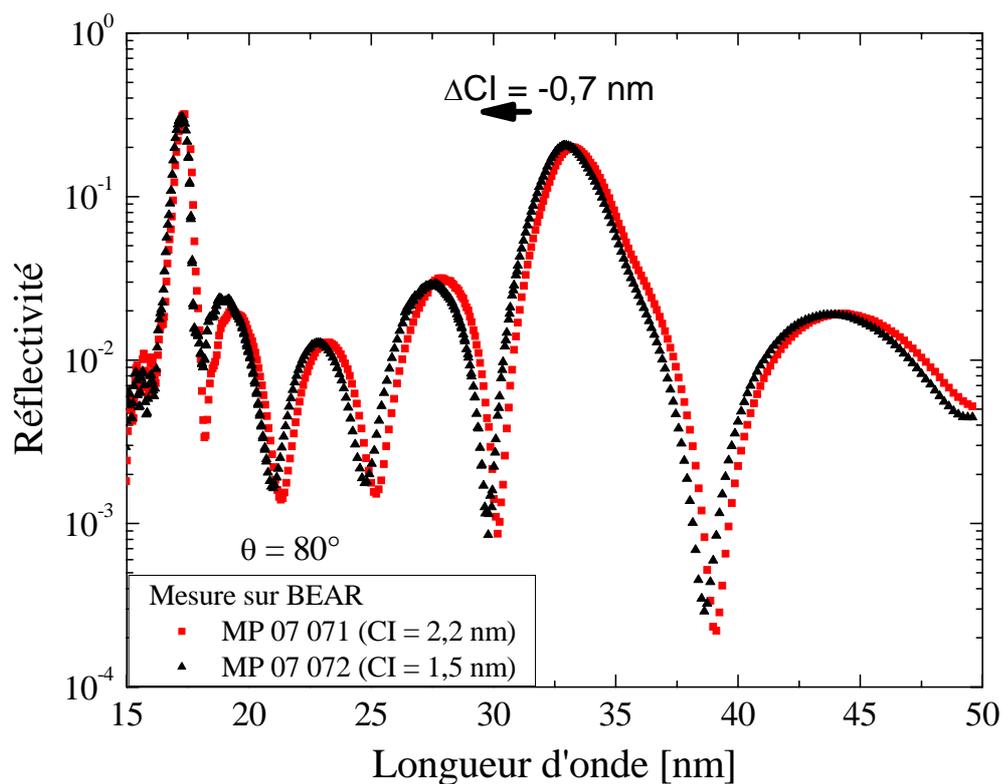
### **Famille 17,5 nm & 33,5 nm**

Pour la sélection du couple de longueurs d'onde  $\lambda = 17,5 \text{ nm}$  &  $\lambda = 33,5 \text{ nm}$ , la structure a été optimisée pour une réflectivité élevée à  $\lambda = 33,5 \text{ nm}$  et un minima prononcé à  $\lambda = 30,4 \text{ nm}$  (cf. 4.3.3 Exemple appliqué à l'astrophysique). Deux lots d'échantillons ont été réalisés avec 2 épaisseurs de couche intermédiaire CI différentes, pour mieux quantifier le tolérancement à la réalisation de ce type de structure. Les épaisseurs visées sont représentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 4.11 : Epaisseurs visées des structures bi-bande MP 07 071 et MP 07 072**

MP 07 071 (17,5 nm & 30,4 nm)		MP 07 072 (17,5 nm & 30,4 nm)	
Matériau/Structure	Epaisseur [nm]	Matériau/Structure	Epaisseur [nm]
<b>[B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x3</sub></b>	<b>18,4</b>	<b>[B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x3</sub></b>	<b>18,4</b>
B <sub>4</sub> C	3,5	B <sub>4</sub> C	3,5
a-Si	14,9	a-Si	14,9
B <sub>4</sub> C	3,5	B <sub>4</sub> C	3,5
a-Si	2,2	a-Si	1,5
<b>[B<sub>4</sub>C / Mo / B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x20</sub></b>	<b>18,50</b>	<b>[B<sub>4</sub>C / Mo / B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x20</sub></b>	<b>18,50</b>
B <sub>4</sub> C	2,20	B <sub>4</sub> C	2,20
Mo	3,20	Mo	3,20
B <sub>4</sub> C	0,50	B <sub>4</sub> C	0,50
a-Si	12,60	a-Si	12,60
<b>Substrat : Si</b>		<b>Substrat : Si et SiO<sub>2</sub></b>	

A partir des mesures en réflectométrie par X-rasant (GRX) et réflectométrie EUV sur la ligne BEAR, la structure MP 07 071 a été modélisée avec les épaisseurs et les rugosités reportées dans le Tableau 4.8. Ce modèle est utilisé à titre de comparaison sur les résultats expérimentaux Figure 4.30.



**Figure 4.29 :** Superposition des mesures des échantillons MP 07 071 et MP 07 072 différenciées par une différence d'épaisseur de la couche intermédiaire

Le minimum de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm est particulièrement bien positionnée sur l'échantillon MP 07 071. Le rapport du pouvoir réflecteur entre la raie à  $\lambda = 33,5$  nm et la raie à  $\lambda = 30,4$  nm est de plus de 2 décades et d'une décade pour sa raie jumelle pour l'astrophysique à  $\lambda = 28,4$  nm. Les performances sont reportées dans le Tableau 4.13.

La différence de  $-0,7$  nm sur l'épaisseur de la couche d'intermédiaire entre les deux échantillons se traduit par une modification de la position du minimum d'environ  $-0,7$  nm autour du minimum de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.29. La maîtrise de l'épaisseur de la couche intermédiaire CI est donc particulièrement critique lors de la réalisation. La reproductibilité du bâti de dépôt entre le revêtement de calibration et le revêtement final est donc essentielle. Les mesures GRX ajustées, avec les indices optiques définis précédemment, ne sont pas suffisantes pour déterminer avec précision l'épaisseur de la couche intermédiaire CI. Il est nécessaire de les compléter par des mesures de réflectométrie à la longueur d'onde en utilisant un monochromateur bien calibré en longueur d'onde, comme cela est possible sur des stations de métrologie (SOLEIL).

**Tableau 4.12 : Epaisseurs ajustées de la structure bi-bande  $\lambda = 17,5$  nm &  $\lambda = 33,5$  nm avec un minimum de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm échantillon MP 07 071**

Matériau/Structure	Epaisseur [nm]	Rugosité [nm]
<b>[B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x3</sub></b>	<b>18,55 ±0,05</b>	<b>0,4 ±0,05</b>
B <sub>4</sub> C	3,52 ±0,1	0,2 ±0,05
a-Si	15,03 ±0,1	0,8 ±0,1
B <sub>4</sub> C	3,5 ±0,1	0,2 ±0,05
<b>a-Si</b>	<b>2,0 ±0,2</b>	<b>0,8 ±0,1</b>
<b>[B<sub>4</sub>C / Mo / B<sub>4</sub>C / a-Si]<sub>x20</sub></b>	<b>18,30 ±0,05</b>	<b>0,2 ±0,05</b>
B <sub>4</sub> C	2,20 ±0,2	0,2 ±0,05
Mo	3,4 ±0,2	0,35 ±0,05
B <sub>4</sub> C	0,50 ±0,2	0,25 ±0,05
a-Si	12,2 ±0,2	0,8 ±0,1
<b>Substrat : Si</b>		<b>0,34 ±0,05</b>

Le suivi temporel a été réalisé sur l'échantillon MP 07 071. La Figure 4.30 représente les courbes de réflectivité sur une période de 4 mois qui sépare la première de la dernière mesure, aucune modification du pouvoir réflecteur n'a été observée.

**Tableau 4.13 : Performances de réjection  $R_{(\lambda)} / R_{(30,4)}$  pour la structure « bi-bande paramétrable » MP 08 062 réfléchissant à  $\lambda = 30,4$  nm**

	$\lambda$	$R(\lambda)$	$R_{(\lambda)}/R_{(30,4)}$
	17,2 nm	0,333	--
Canal à réfléchir	28,4 nm	0,029	22,3
	33,5 nm	0,190	146
Canal à atténuer	30,4 nm	0,0013	--

L'évaluation à l'environnement climatique a été réalisée sur la structure MP 07 072. La caractérisation des trois états de l'échantillon en fonction du procédé d'évaluation à l'environnement climatique, Figure 2.27, est représentée sur la Figure 4.31. Les mesures de réflectométrie en X-rasant (GRX) montrent une grande stabilité de la structure. Les mesures de réflectométrie EUV sont tout aussi stables. La mesure de réflectométrie EUV de l'échantillon après toutes les évaluations a connu quelques problèmes lors du balayage de la

région spectrale s'étendant de 25 nm à 31 nm. Cette mesure nécessitera d'être refaite. On peut néanmoins extrapoler le comportement des autres parties du spectre pour affirmer que la structure est stable.

On observe une baisse de réflectivité inférieure à 0,01, sur le pic centré à 33,5 nm, entre l'état initial et l'état à la fin du cycle d'évaluation. La position spectrale des extinctions est conservée. Des pollutions ont été observées à la surface des échantillons mais ne semble pas modifier la réflectivité. L'origine semble être la condensation des polluants des étuves à la surface des miroirs lors du cyclage thermique et de la chaleur humide.

Les résultats en réflectométrie EUV et réflectométrie en X-rasants (GRX) permettent de valider la structure ainsi que les paramètres clefs qui fixent les pics de réflectivité et la position des minima de réflectivité spectrale entre les pics.

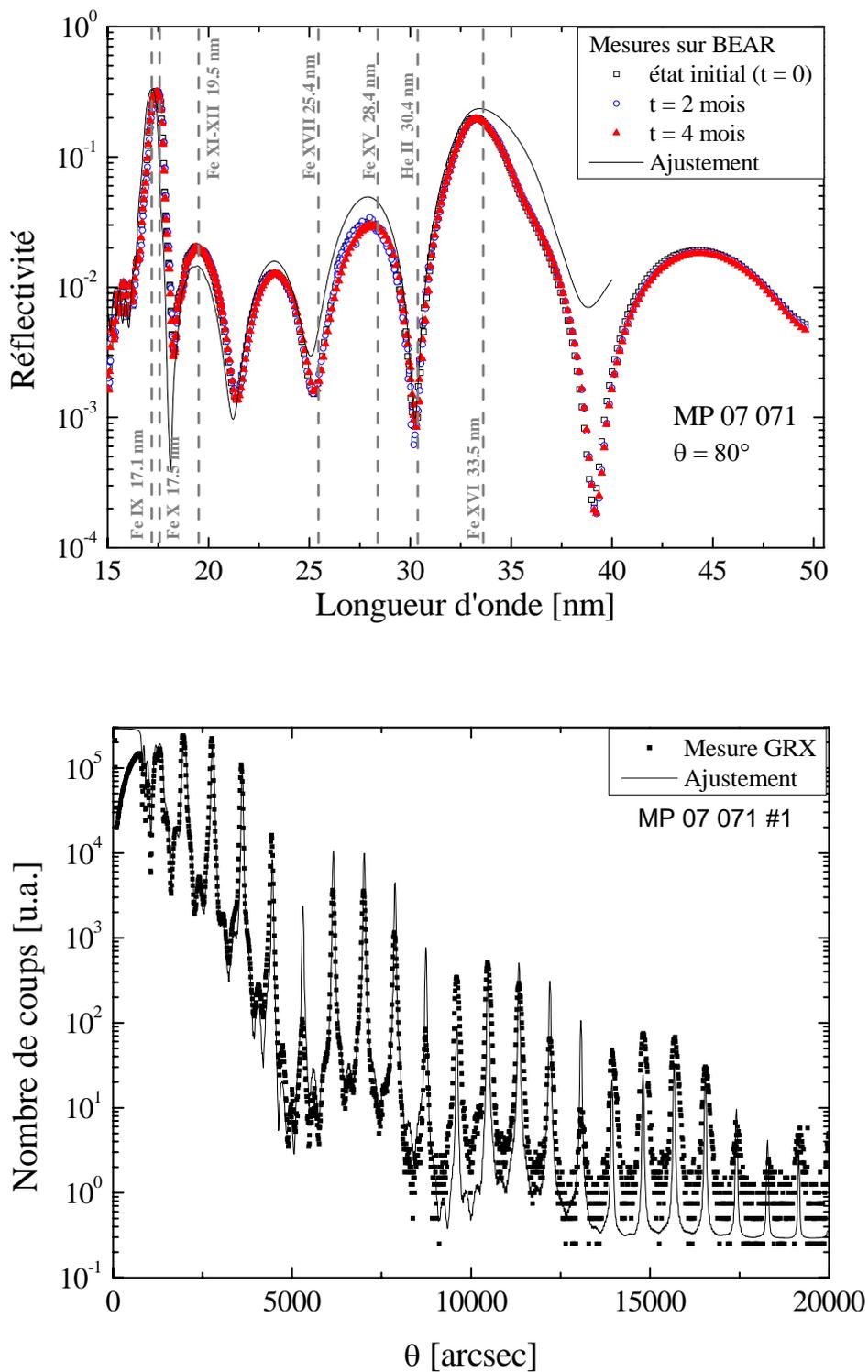


Figure 4.30: Courbes expérimentales et ajustées de réflectométrie EUV mesurées sur rayonnement synchrotron (en haut) et de réflectivité en X-rasant du miroir bi-bande paramétrable  $\lambda = 17,5$  nm &  $\lambda = 33,5$  nm avec un minimum de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm

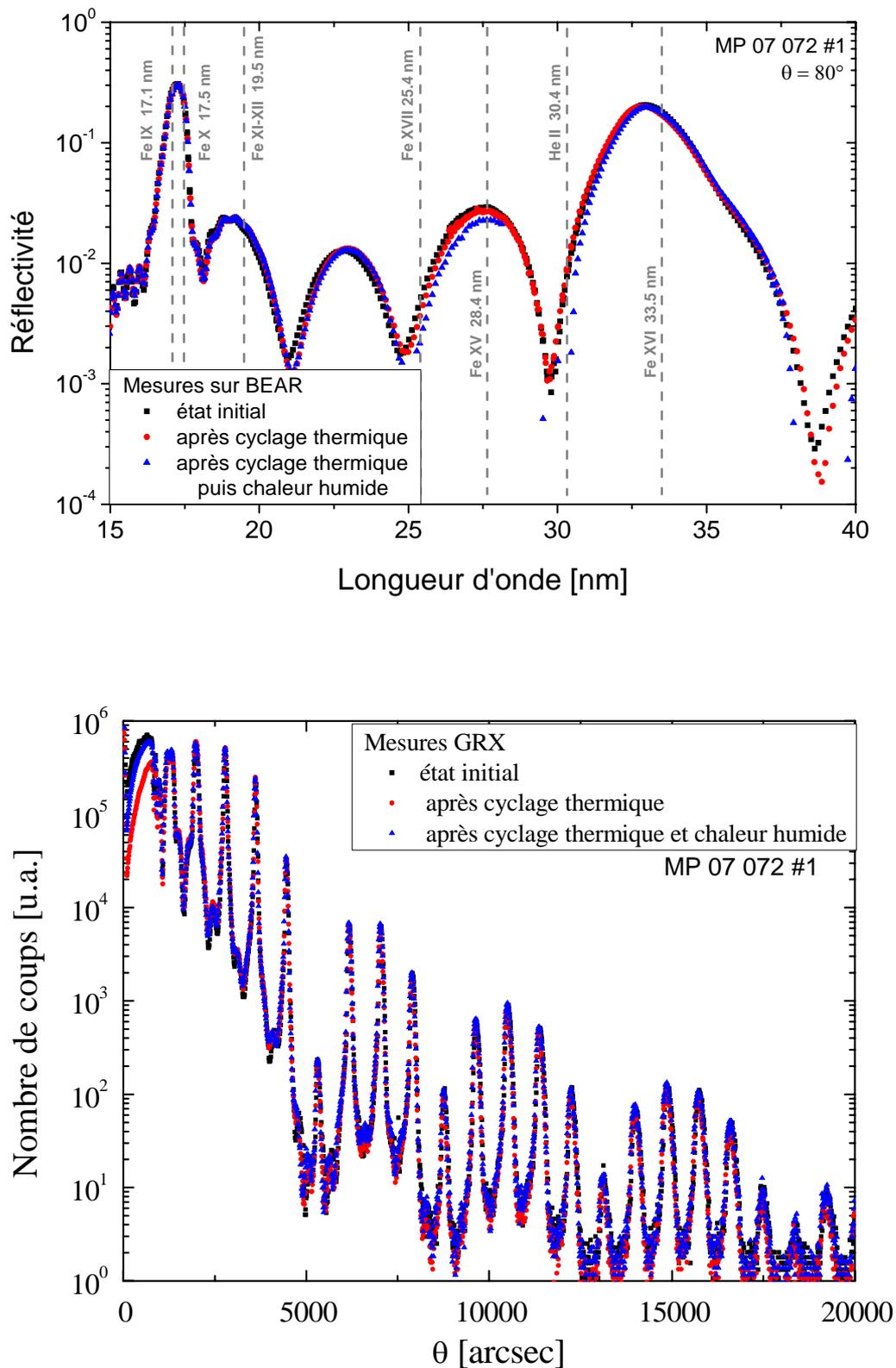


Figure 4.31 : Courbes expérimentales de réflectométrie EUV mesurées sur rayonnement synchrotron (en haut) et courbes de réflectivité en X-rasant du miroir bi-bande paramétrable  $\lambda = 17,5$  &  $\lambda = 33,5$  avec un minimum de réflectivité à  $\lambda = 30,4$  nm après chaque phase d'évaluation

### **4.3.6 Bilan et perspectives sur les miroirs bi-bandes**

Les échantillons de multicouches réalisés et évalués ont permis de démontrer la faisabilité de miroirs bi-bandes avec des sélectivités spectrales améliorées par rapport aux structures périodiques standards. Les performances obtenues ont été prises en compte pour réaliser la proposition des imageurs de l'instrument EUI pour la mission Solar Orbiter de l'ESA.

Les miroirs « bi-bandes naturels » utilisent une seule structure périodique dont les ordres de Bragg de diffraction déterminent les bandes spectrales réfléchies. L'optimisation de l'épaisseur de la couche de surface permet de modifier légèrement la distance entre les pics.

Les miroirs « bi-bandes à sélectivité paramétrable » sont composés d'une superposition de deux structures périodiques séparées par une couche intermédiaire. Cette nouvelle structure permet une plus grande flexibilité de paramétrage de la distance entre les pics et de l'amélioration de la sélectivité spectrale avec l'ajout de minima de réflectivité. La grande sensibilité à l'épaisseur de la couche intermédiaire nécessite une métrologie multiple. L'utilisation de matériaux piézoélectriques pour la réalisation de cette couche permettrait la réalisation de filtres accordables tels que les cavités Fabry-Perot.

De plus, l'étude de nouvelles structure en tri-matériaux, telle que [a-SiC/Sc/Mg] [54] ou à base d'Al : [B<sub>4</sub>C/Mo/Al] et [SiC/Mo/Al], pourrait être intéressante pour leur forte réflectivité et/ou grande largeur à mi-hauteur, en particulier pour des couples de longueurs d'onde élevées pour une bande spectrale allant au-delà de 40 nm.

L'optimisation des structures multicouches est bien comprise et peut être réalisée par simulation itérative en utilisant un logiciel tel qu'IMD. La réalisation est simplifiée par le dépôt de sous-structures périodiques indépendantes qui sont assemblées dans la structure finale. Cette étape est fortement liée à la caractérisation et à la modélisation des structures. La métrologie a été réalisée grâce à des mesures de réflectométrie spéculaire en X-rasants (GRX) et par réflectométrie EUV à la longueur d'onde d'utilisation avec le rayonnement synchrotron. Ces deux types de mesures sont complémentaires. Il est intéressant de noter que les mesures GRX montrent le fort contraste des pics de Bragg aux grands angles et sont très sensibles à l'épaisseur de la couche intermédiaire pour les structures « bi-bandes à sélectivité paramétrable ».

L'évaluation des échantillons réalisés a montré une très bonne stabilité de la structure et des couches de surface. Les « bi-bandes à sélectivité paramétrable » semblent moins sensibles aux effets de surface que les « bi-bandes naturels ».

Les nouvelles structures à base d'aluminium [53], que nous ne présenterons pas dans cette partie, sont très prometteuses pour le domaine spectral 17 – 40 nm.

## 4.4 Conclusion

Cette étude était orientée vers les besoins en imageurs EUV pour l'astrophysique. Elle a permis la mise en place de tests d'évaluation aux environnements climatiques en collaboration avec le CNES. Pour accélérer le transfert des nouveaux développements des revêtements vers les missions, nous avons retenu comme facteurs d'endommagement à tester : le cyclage thermique, la chaleur humide et la tenue à la mise sous vide lors des mesures de réflectométrie EUV qui simulent les conditions de stockage et d'utilisation des optiques.

Les structures à base de tri-matériaux [ $B_4C/Mo/a-Si$ ] ont pu être évaluées avec succès. Ceci s'est concrétisé par la conception et la métrologie des revêtements des miroirs du coronographe HECOR de la mission fusée Herschel. De nouvelles structures tri-matériaux à base d'aluminium sont en cours d'optimisation de procédés de dépôt. Les performances théoriques en font d'excellents concurrents pour le domaine spectral 17 – 40 nm.

D'autre part, nous avons utilisé les différents ordres de Bragg des structures périodiques pour mettre au point des miroirs bi-bandes. La conception d'un empilement à deux structures périodiques interfacées par une couche intermédiaire a permis l'obtention de miroirs où la distance entre les bandes spectrales réfléchies est ajustable sur la largeur des pics de Bragg. D'autre part, l'optimisation de la structure périodique de surface et de la couche d'intermédiaire permet de créer des minima de réflectivité prononcés et positionnables en longueur d'onde. Ceci a pour conséquence d'améliorer la sélectivité spectrale des revêtements en particulier pour les sources EUV à émission de spectre de raies discrètes. Ces nouvelles structures ont été évaluées avec succès et font déjà parties des propositions pour les futurs imageurs de la mission Solar Orbiter de l'ESA.

Plus généralement les principes et résultats obtenus sur les miroirs bi-bandes permettent d'envisager des applications à la sélection de canaux multiples ou des applications nécessitant une forte sélectivité spectrale. La grande sensibilité à l'épaisseur de la couche intermédiaire entre les deux structures périodiques des miroirs « bi-bandes paramétrables » réalisés avec un matériau piézoélectrique devrait permettre la réalisation de filtres EUV accordables.

## 4.5 Bibliographie

- [1] L. Névoit and P. Croce, "Caractérisation des surfaces par réflexion rasante de rayons x. application à l'étude du polissage de quelques verres silicates," *Revue Phys. Appl.*, vol. 15, pp. 761–779, Mars 1980.
- [2] E. D. Palik, *Handbook of optical constants of solids II*. Boston: Academic Press, 1991, edited by Palik, Edward D., 1991.
- [3] B. Henke, E. Gullikson, and J. Davis, "X-ray interactions: Photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at  $e = 50\text{--}30,000$  ev,  $z = 1\text{--}92$ ," *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, vol. 54, pp. 181–342, July 1993.
- [4] H. Nakajima, H. Fujimori, and M. Koiwa, "Interdiffusion and structural relaxation in mo/si multilayer films," *Journal of Applied Physics*, vol. 63, no. 4, pp. 1046–1051, 1988.
- [5] T. W. Barbee, Jr., J. C. Rife, W. R. Hunter, M. P. Kowalski, R. G. Cruddace, and J. F. Seely, "Long-term stability of a mo/si multilayer structure," *Applied Optics*, vol. 32, no. 25, pp. 4852–4854, 1993.
- [6] J. H. Underwood, E. M. Gullikson, and K. Nguyen, "Tarnishing of mo/si multilayer x-ray mirrors," *Appl. Opt.*, vol. 32, no. 34, pp. 6985–6990, 1993.
- [7] J. I. Larruquert, "Reflectance enhancement in the extreme ultraviolet and soft x rays by means of multilayers with more than two materials," *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 19, no. 2, pp. 391–397, 2002.
- [8] J. Gautier, F. Delmotte, M. Roulliay, F. Bridou, M.-F. Ravet, and A. Jérôme, "Study of normal incidence of three-component multilayer mirrors in the range 20–40 nm," *Appl. Opt.*, vol. 44, no. 3, pp. 384–390, 2005.
- [9] J. Gautier, F. Delmotte, M.-F. Ravet, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varnière, and F. Auchère, "Two channel multilayer mirrors for astrophysics," *Optics Communications*, vol. 281, pp. 3032–3035, June 2008.
- [10] C. Hecquet, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, S. de Rossi, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varnière, E. Meltchakov, F. Auchère, A. Giglia, N. Mahne, and S. Nanaronne, "Design and performance of two-channel euv multilayer mirrors with enhanced spectral selectivity," *Applied Physics A*, vol. accepté, 2009.
- [11] J. H. Underwood, M. E. Bruner, B. M. Haisch, W. A. Brown, and L. W. Acton, "X-ray photographs of a solar active region with a multilayer telescope at normal incidence," *Science*, vol. 238 no. 4823, pp. 61–64, October 1987.
- [12] S. Tsuneta, L. Acton, M. Bruner, J. Lemen, W. Brown, R. Carvalho, R. Catura, S. Freeland, B. Jurcevich, M. Morrison, Y. Ogawara, T. Hirayama, and J. Owens, "The soft x-ray telescope for the solar-a mission," *Solar Physics*, vol. 136, pp. 37–67, November 1991.
- [13] L. Acton, M. Bruner, J. Lemen, S. Tsuneta, Y. Ogawara, J. Nishimura, R. Bentley, L. Culhane, R. Canfield, H. Hudson, G. Doschek, E. Hiei, T. Hirayama, T. Kosugi, T. Watanabe, J. Lang, K. Makishima, and Y. Uchida, "The yohkoh mission for high-energy solar physics," *Science*, vol. 258, no. 5082, pp. 618–625, 1992.
- [14] G. Peres, S. Orlando, F. Reale, R. Rosner, and H. Hudson, "The sun as an x-ray star. ii. using theyohkoh/soft x-ray telescope-derived solar emission measure versus temperature to interpret stellar x-ray observations," *The Astrophysical Journal*, vol. 528, no. 1, pp. 537–551, 2000.
- [15] J.-P. Chauvineau, J.-Y. Clotaire, G. Colas, O. Lam, J.-C. Manneville, J.-P. Marioge, M. Mullet, A. Raynal, G. Tissot, L. Valiègue, and J.-P. Delaboudinière, "Description and performance of mirrors and multilayers for the extreme ultraviolet imaging telescope of the soho mission," vol. 1546, pp. 576–586, SPIE, 1992.
- [16] J. P. Delaboudinière, G. E. Artzner, J. Brunaud, A. H. Gabriel, J. F. Hochedez, F. Millier, X. Y. Song, B. Au, K. P. Dere, R. A. Howard, R. Kreplin, D. J. Michels, J. D. Moses, J. M. Defise, C. Jamar, P. Rochus, J. P. Chauvineau, J. P. Marioge, R. C. Catura, J. R. Lemen, L. Shing, R. A. Stern, J. B. Gurman, W. M. Neupert, A. Maucherat, F. Clette, P. Cugnon, and E. L. Dessel, "Eit: Extreme-ultraviolet imaging telescope for the soho mission," *Solar Physics*, vol. 162, pp. 291–312, December 1995.
- [17] L. Golub and D. M. Hassler, "High resolution coronal imaging with multilayers," *Advances in Space Research*, vol. 29, pp. 1999–2008, June 2002.

- [18] M.-F. Ravet, F. Bridou, X. Zhang-Song, A. Jerome, F. Delmotte, R. Mercier, M. Bougnet, P. Bouyries, and J.-P. Delaboudiniere, "Ion beam deposited mo/si multilayers for euv imaging applications in astrophysics," vol. 5250, pp. 99–108, SPIE, 2004.
- [19] J.-P. Wuelser, J. R. Lemen, T. D. Tarbell, C. J. Wolfson, J. C. Cannon, B. A. Carpenter, D. W. Duncan, G. S. Gradwohl, S. B. Meyer, A. S. Moore, R. L. Navarro, J. D. Pearson, G. R. Rossi, L. A. Springer, R. A. Howard, J. D. Moses, J. S. Newmark, J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, F. Auchere, M. Bougnet, P. Bouyries, F. Bridou, J.-Y. Clotaire, G. Colas, F. Delmotte, A. Jerome, M. Lamare, R. Mercier, M. Mullot, M.-F. Ravet, X. Song, V. Bothmer, and W. Deutsch, "Euvi: the stereo-secchi extreme ultraviolet imager," vol. 5171, pp. 111–122, SPIE, 2004.
- [20] R. Soufli, D. L. Windt, J. C. Robinson, S. L. Baker, E. Spiller, F. J. Dollar, A. L. Aquila, E. M. Gullikson, B. Kjornrattanawanich, J. F. Seely, and L. Golub, "Development and testing of euv multilayer coatings for the atmospheric imaging assembly instrument aboard the solar dynamics observatory," vol. 5901, p. 59010M, SPIE, 2005.
- [21] P. H. Berning and A. F. Turner, "Induced transmission in absorbing films applied to band pass filter design," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 47, no. 3, pp. 230–239, 1957.
- [22] O. P. Rustgi, "Transmittance of thin metallic films in the vacuum-ultraviolet region below 1000 Å," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 55, no. 6, pp. 630–634, 1965.
- [23] M. Malinovsky and L. Heroux, "An analysis of the solar extreme-ultraviolet between 50 and 300 Å," *The Astrophysical Journal*, vol. 181, pp. 1009–1030, May 1973.
- [24] W. R. Crockett, N. P. Patterson, J. D. Purcell, R. J. Schumacher, and R. Tousey, "Nrl-atm extreme ultraviolet solar image tv monitor flown on skylab," *Appl. Opt.*, vol. 16, no. 4, pp. 893–897, 1977.
- [25] R. J. Schumacher and W. R. Hunter, "Thin aluminum filters for use on the apollo telescope mount xuv spectrographs," *Appl. Opt.*, vol. 16, no. 4, pp. 904–908, 1977.
- [26] A. S. Krieger, A. F. Timothy, and E. C. Roelof, "A coronal hole and its identification as the source of a high velocity solar wind stream," *Solar Physics*, vol. 29, pp. 505–525, April 1973.
- [27] J. A. Vorpahl, E. G. Gibson, P. B. Landecker, D. L. McKenzie, and J. H. Underwood, "Observations of the structure and evolution of solar flares with a soft x-ray telescope," *Solar Physics*, vol. 45, pp. 199–216, November 1975.
- [28] K.-H. Stephan, H. Bräuninger, C. Reppin, H. Maier, D. Frischke, M. Krumrey, and P. Müller, "Optical filter for x-ray astronomy ccds," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 334, no. 1, pp. 229 – 233, 1993.
- [29] N. Barbey, T. Rodet, F. Auchère, and J.-C. Vial, "Reconstruction tomographique de séquences d'images 3d -application aux données soho/stereo," in *2007 - GRETSI - Actes de Colloque* (G. d. d. T. d. S. e. d. I. GRETSI, ed.), 2007.
- [30] K. Dere, E. Landi, H. Mason, B. M. Fossi, and P. Young, "Chianti - an atomic database for emission lines i. wavelengths greater than 50 Å," *A&A Supplement Series*, vol. 125, pp. 149–173, October 1997.
- [31] C. C. Kankelborg and R. J. Thomas, "Simultaneous imaging and spectroscopy of the solar atmosphere: advantages and challenges of a 3-order slitless spectrograph," vol. 4498, pp. 16–26, SPIE, 2001.
- [32] M. P. Kowalski, J. F. Seely, W. R. Hunter, J. C. Rife, J. T. W. Barbee, G. E. Holland, C. N. Boyer, C. M. Brown, and R. G. Cruddace, "Dual-waveband operation of a multilayer-coated diffraction grating in the soft x-ray range at near-normal incidence," *Appl. Opt.*, vol. 32, no. 13, pp. 2422–2425, 1993.
- [33] A. Fedorenko, Y. Pershin, O. Poltseva, A. Ponomarenko, V. Sevryukova, D. Voronov, and E. Zubarev, "Structure of sc/si multilayer mirrors in as-deposited state and after annealing," *Journal of X-Ray Science and Technology*, vol. 9, no. 1, pp. 35–42, 2001.
- [34] A. Jankowski, C. Saw, C. Walton, J. Hayes, and J. Nilsen, "Boron-carbide barrier layers in scandium-silicon multilayers," *Thin Solid Films*, vol. 469-470, pp. 372–376, December 2004.
- [35] N. Kaiser, S. Yulin, T. Feigl, H. Bernitzki, and H. Lauth, "Euv and soft x-ray multilayer optics," vol. 5250, pp. 109–118, SPIE, 2004.
- [36] S. A. Yulin, F. Schaefer, T. Feigl, and N. Kaiser, "Enhanced reflectivity and stability of sc/si multilayers," vol. 5193, pp. 155–163, SPIE, 2004.

- [37] D. Voronov, E. Zubarev, V. Kondratenko, Y. Pershin, V. Sevryukova, and Y. Bugayev, "Study of fast diffusion species in sc/si multilayers by w-based marker analysis," *Thin Solid Films*, vol. 513, no. 1-2, pp. 152 – 158, 2006.
- [38] J. Gautier, F. Delmotte, F. Bridou, M. Ravet, F. Varniere, M. Roulliay, A. Jerome, and I. Vickridge, "Characterization and optimization of magnetron sputtered sc/si multilayers for extreme ultraviolet optics," *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, vol. 88, pp. 719–725, September 2007.
- [39] Y. Kondo, T. Ejima, K. Saito, T. Hatano, and M. Watanabe, "High-reflection multilayer for wavelength range of 200-30 nm," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 467-468, pp. 333–336, July 2001.
- [40] T. Ejima, Y. Kondo, and M. Watanabe, "Two-color reflection multilayers for he-i and he-ii resonance lines for microscopic ultraviolet photoelectron spectroscopy using schwarzschild objective," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 40, pp. 376–379, October 2001.
- [41] T. Ejima, A. Yamazaki, T. Banse, K. Saito, Y. Kondo, S. Ichimaru, and H. Takenaka, "Aging and thermal stability of mg/sic and mg/y<sub>2</sub>o<sub>3</sub> reflection multilayers in the 25-35 nm region," *Appl. Opt.*, vol. 44, no. 26, pp. 5446–5453, 2005.
- [42] G. Murakami, K. Yoshioka, and I. Yoshikawa, "Development of mg/sic multilayer mirrors," vol. 6317, p. 631714, SPIE, 2006.
- [43] H. Maury, P. Jonnard, K. L. Guen, J. M. André, Z. Wang, J. Zhu, J. Dong, Z. Zhang, F. Bridou, F. Delmotte, C. Hecquet, N. Mahne, A. Giglia, and S. Nannarone, "Thermal cycles, interface chemistry and optical performance of mg/sic multilayers," *The European Physical Journal B - Condensed Matter and Complex Systems*, vol. 64, pp. 193–199, July 2008.
- [44] F. Delmotte, J. Gautier, M. Roulliay, M. F. Ravet, F. Bridou, and A. Jerome, "B<sub>4</sub>c/mo/si multilayers for 20-40 nm wavelengths: application to broadband mirrors," vol. 5963, p. 59631V, SPIE, 2005.
- [45] F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, J.-C. Leclec'h, F. Delmotte, and J. S. Newmark, "Hecor: a helium coronagraphy aboard the herschel sounding rocket," vol. 6689, p. 66890A, SPIE, 2007.
- [46] B. Handy, L. Acton, C. Kankelborg, C. Wolfson, D. Akin, M. Bruner, R. Carvalho, R. Catura, R. Chevalier, D. Duncan, C. Edwards, C. Feinstein, S. Freeland, F. Friedlaender, C. Hoffmann, N. Hurlburt, B. Jurcevich, N. Katz, G. Kelly, J. Lemen, M. Levay, R. Lindgren, D. Mathur, S. Meyer, S. Morrison, M. Morrison, R. Nightingale, T. Pope, R. Rehse, C. Schrijver, R. Shine, L. Shing, K. Strong, T. Tarbell, A. Title, D. Torgerson, L. Golub, J. Bookbinder, D. Caldwell, P. Cheimets, W. Davis, E. Deluca, R. McMullen, H. Warren, D. Amato, R. Fisher, H. Maldonado, and C. Parkinson, "The transition region and coronal explorer," *Solar Physics*, vol. 187, no. 2, pp. 229–260, 1999.
- [47] V. A. Slemzin, S. V. Kuzin, I. A. Zhitnik, J.-P. Delaboudiniere, F. Auchere, A. N. Zhukov, R. V. der Linden, O. I. Bugaenko, A. P. Ignat'ev, A. V. Mitrofanov, A. A. Pertsov, S. N. Oparin, A. I. Stepanov, and A. N. Afanas'ev, "Observations of solar euv radiation with the coronas-f/spirit and soho/eit instruments," *Solar System Research*, vol. 39, no. 6, pp. 489–500, 2005.
- [48] G. D. Zanna and H. E. Mason, "Solar active regions: Soho/cds and trace observations of quiescent coronal loops," *Astronomy and Astrophysics*, vol. 406, pp. 1089–1103, August 2003.
- [49] B. C. Low, "Solar activity and the corona," *Solar Physics*, vol. 167, pp. 217–265, August 1996.
- [50] H. Maury, J.-M. André, J. Gautier, F. Bridou, F. Delmotte, M.-F. Ravet, P. Holliger, and P. Jonnard, "Physico-chemical study of the interfaces of mo/si multilayer interferential mirrors: correlation with the optical properties," *Surface and Interface Analysis*, vol. 38, pp. 744–747, March 2006.
- [51] H. Maury, P. Jonnard, J.-M. Andre, J. Gautier, F. Bridou, F. Delmotte, and M.-F. Ravet, "Interface characteristics of mo/si and b<sub>4</sub>c/mo/si multilayers using non-destructive x-ray techniques," *Surface Science*, vol. 601, pp. 2315–2322, June 2007.
- [52] D. Berghmans, J. Hochedez, J. Defise, J. Lecat, B. Nicula, V. Slemzin, G. Lawrence, A. Katsyiannis, R. V. der Linden, A. Zhukov, F. Clette, P. Rochus, E. Mazy, T. Thibert, P. Nicolosi, M.-G. Pelizzo, and U. Schühle, "Swap onboard proba 2, a new euv imager for solar monitoring," *Advances in Space Research*, vol. 38, no. 8, pp. 1807 – 1811, 2006. Magnetospheric dynamics and the international living with a star program.

[53] E. Meltchakov, C. Hecquet, M. Roulliay, S. D. Rossi, Y. Menesguen, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varnière, M.-F. Ravet-Krill, and F. Delmotte, "Development of al-based multilayer optics for euv," *en cours de soumission*, vol. en cours de soumission, 2009.

[54] A. Aquila, F. Salmassi, and E. M. Gullikson, "Progress in large period multilayer coatings for high harmonic and solar applications," in *9th international conference on the Physics of X-Ray Multilayer Structures, February 5 at Big Sky (Montana, USA)*, 2008.



# Conclusions et perspectives

---

Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés aux problématiques posées par les miroirs pour les nouvelles sources EUV générées par plasma et aux défis mis en jeu pour la réalisation des optiques EUV pour les missions d'observation solaire. Le point commun des études que nous avons menées pour ces applications réside dans la recherche des performances optiques spécifiques en termes de stabilité du pouvoir réflecteur et de sélectivité spectrale dans des conditions extrêmes. Leur satisfaction a nécessité de consacrer une part importante de l'étude à l'amélioration des moyens de métrologie et des méthodes de dépôt des revêtements optiques. Nous avons travaillé sur les différents moyens de réflectométrie afin de les caractériser et de les améliorer, plus particulièrement sur le réflectomètre EUV de laboratoire CEMOX [1]. La réalisation des structures périodiques a nécessité l'amélioration de la méthode de calibration ainsi que la mise au point d'une méthode de production de lots d'échantillons homogènes.

Les nouvelles applications, telles que la photolithographie EUV, nécessitent la conception de sources focalisées. Dans ce cas, le bloc source est constitué d'un émetteur de rayonnement et d'une optique de collection. Le moyen le moins onéreux est la génération d'un plasma dense dont on collecte le rayonnement pour le focaliser en un point. C'est dans ce contexte que se situe la collaboration entre Sagem, le Laboratoire des Matériaux Avancés et le LCFIO dont l'objectif est la conception de collecteurs [2]. Le plasma est aussi considéré comme une source d'érosion, d'apport calorifique et/ou de pollution de surface. Ces effets sont les principaux facteurs d'endommagements subis par les revêtements des miroirs de collection. Leur influence dépend des différentes techniques de génération des plasmas et de la géométrie des sources.

Nous avons évalué la tenue d'une multicouche périodique a-Si / Mo qui s'est avérée stable en environnement de stockage mais instable pour ce type d'application. Nous avons étudié l'effet de l'insertion de couches de SiC [3] ou de B<sub>4</sub>C aux interfaces Mo sur a-Si et a-Si sur Mo. Les abaques calculés ont permis d'identifier les meilleurs compromis entre réflectivité et largeur à mi-hauteur, puis de réaliser expérimentalement des lots d'échantillons. Les résultats ont montré, d'une part, que les interfaces en B<sub>4</sub>C favorisent la diminution de la vitesse d'érosion des multicouches et, d'autre part, que les interfaces en SiC favorisent la stabilité de la réflectivité dans les applications pour lesquelles la température des optiques peut atteindre

500°C. Le choix du matériau interfacial pour le revêtement d'une optique se fait donc en fonction du facteur d'endommagement dominant dans les conditions d'utilisation. Un prolongement de ce travail pourrait être l'étude du matériau  $\text{Mo}_2\text{C}$  comme couche interfaciale. Les propriétés thermodynamiques de ce composé, utilisé notamment dans la réalisation des revêtements EUV du télescope de la mission TRACE [4] en font une excellente alternative pour la tenue en température.

En parallèle du travail présenté, plusieurs structures multicouches à base de Mo/Si et de couches interfaciales déposées dans le cadre de cette thèse sont actuellement soumises à l'exposition à une source plasma EUV générée par laser afin d'identifier l'influence de chacun des paramètres d'endommagement.

Les besoins de l'astrophysique solaire nous a amenés à concevoir et mettre en œuvre les moyens de qualification de nouvelles structures. La multicouche périodique  $\text{B}_4\text{C}/\text{Mo}/\text{a-Si}$  [5] a été optimisée par le calcul, déposée et qualifiée avec succès. Une réflectivité de supérieure à 0,33 à  $\lambda = 30,4$  nm a été obtenue. Elle a été utilisée pour la première fois pour les miroirs du coronographe embarqué dans la mission fusée HECOR [6].

Cet empilement périodique stable a été utilisé comme base pour la conception de miroirs "bi-bandes" destinés à sélectionner une double bande de réflectivité spectrale. La structure développée consiste en la superposition de deux multicouches périodiques séparées par une couche intermédiaire et permet l'ajustement de la distance en longueur d'onde entre les deux bandes réfléchies ainsi que l'insertion et le positionnement de minima de réflectivité à une longueur d'onde déterminée [7]. Nous avons ainsi conçu, réalisé et évalué plusieurs couples de longueur d'onde d'intérêt pour l'astrophysique tels que  $\lambda = 17,5$  nm &  $\lambda = 30,4$  nm avec une réjection des raies à  $\lambda = 28,4$  nm et  $\lambda = 33,5$  nm. Des réjections de 36 et 53 ont été mesurées respectivement pour ces deux raies.

La sélection spectrale de ces miroirs "bi-bandes" est particulièrement sensible à l'épaisseur de la couche intermédiaire. Les évaluations temporelle et climatique des miroirs réalisés ont néanmoins montré une grande stabilité du spectre réfléchi. Ils ont donc été retenus et proposés comme solution pour la réponse à l'appel d'offre faite pour la mission Solar Orbiter [8].

Les premiers résultats sur les travaux menés au LCFIO sur des structures multicouches à base d'aluminium [9] font espérer une amélioration des performances de réflectivité pour les futurs miroirs.

D'autre part, la possibilité d'ajuster la sélectivité spectrale par le positionnement et le nombre de minima de réflectivité permet d'envisager des applications requérant une forte résolution spectrale. On pourrait imaginer l'application de ce principe à la réalisation d'un filtre spectral EUV ajustable, pour lequel un matériau piézoélectrique peu absorbant dans l'EUUV, s'il existe, pourrait être utilisé comme couche intermédiaire.

## **Bibliographie de conclusions et perspectives**

- [1] C. Hecquet, M. Roulliay, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, A. Hardouin, and M. Idir, "Réflectomètre à large spectre euv pour la métrologie d'optiques," in *8e Colloque sur les Sources cohérentes et incohérentes UV, VUV et X : Applications et développements récents VVF de Colleville-sur-Mer, France, 6-9 Juin 2006* (R. Moncorgé and J. Doualan, eds.), vol. 138, pp. 259–264, December 2006.
- [2] R. M. Ythier, X. Bozec, R. Geyl, A. Rinchet, C. Hecquet, M.-F. Ravet-Krill, F. Delmotte, B. Sassolas, R. Flaminio, J.-M. Mackowski, C. Michel, J.-L. Montorio, N. Morgado, L. Pinard, and E. Roméo, "Euv near normal incidence collector development at sagem," vol. 6921, p. 692135, SPIE, 2008.
- [3] C. Hecquet, M.-F. Ravet-Krill, F. Delmotte, A. Jérôme, A. Hardouin, F. Bridou, F. Varnière, M. Roulliay, F. Bourcier, J.-M. Desmarres, V. Costes, J. Berthon, A. Rinchet, and R. Geyl, "Design, conception, and metrology of euv mirrors for aggressive environments," vol. 6586, p. 65860X, SPIE, 2007.
- [4] G. D. Zanna and H. E. Mason, "Solar active regions: Soho/cds and trace observations of quiescent coronal loops," *Astronomy and Astrophysics*, vol. 406, pp. 1089–1103, August 2003.
- [5] J. Gautier, F. Delmotte, M. Roulliay, F. Bridou, M.-F. Ravet, and A. Jérôme, "Study of normal incidence of three-component multilayer mirrors in the range 20-40 nm," *Appl. Opt.*, vol. 44, no. 3, pp. 384–390, 2005.
- [6] F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, J.-C. Leclec'h, F. Delmotte, and J. S. Newmark, "Hecor: a helium coronagraphy aboard the herschel sounding rocket," vol. 6689, p. 66890A, SPIE, 2007.
- [7] C. Hecquet, F. Delmotte, M.-F. Ravet-Krill, S. de Rossi, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varnière, E. Meltchakov, F. Auchère, A. Giglia, N. Mahne, and S. Nanaronne, "Design and performance of two-channel euv multilayer mirrors with enhanced spectral selectivity," *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, vol. 95, pp. 401-408, 2009.
- [8] J.-F. Hochedez, L. K. Harra, T. Appourchaux, U. Schuehle, P. Rochus, F. Auchère, K. Bocchialini, E. Buchlin, J. Büchner, W. Curdt, J.-M. Defise, F. Delmotte, E. DeLuca, G. del Zanna, L. Green, L. Golub, M. Krijger, E. Marsch, S. Matthews, S. Parenti, S. Poedts, E. Quémerais, S. Solanki, L. Teriaca, L. van Driel-Gesztelyi, J.-C. Vial, D. Williams, and A. Zhukov, "A proposal for the extreme ultraviolet imager onboard the solar orbiter mission," tech. rep., EUI consortium, 2008.
- [9] E. Meltchakov, C. Hecquet, M. Roulliay, S. D. Rossi, Y. Menesguen, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varnière, M.-F. Ravet-Krill, and F. Delmotte, "Development of al-based multilayer optics for euv," *en cours de soumission*, vol. en cours de soumission, 2009.

# Annexe

<i>Annexe</i>	239
<b>Méthode d’alignement de l’échantillon sur la ligne BEAR</b>	<b>240</b>

## **Méthode d'alignement de l'échantillon sur la ligne BEAR**

La procédure d'alignement a évolué avec les améliorations de la ligne BEAR du synchrotron Elattra durant les 3 dernières années. Seule la dernière procédure, mise à jour en avril 2008, sera détaillée.

L'alignement est réalisé en deux étapes. Dans un premier temps, l'échantillon est escamoté afin de déterminer la position du faisceau direct dans le référentiel de l'analyseur, puis on introduit l'échantillon dont on cherche à déterminer la position de la réflexion spéculaire.

### **Faisceau direct** (cf. Figure A.1)

Dégagement de l'échantillon

Détermination de la position de médiane de la photodiode de mesure ( $\theta_A + \varphi_A$ )

### **Faisceau réfléchi** (cf. Figure A.2)

Faisceau blanc après la vanne du miroir elliptique de re-focalisation (fentes ouvertes)

Pointage de la zone de mesure sur l'échantillon ( $X_M, Y_M$ )

Correction du tilt<sub>M</sub> de l'échantillon ( $\theta_M \sim -89^\circ$ )

Détermination de l'angle normal échantillon-faisceau (balayage  $\theta_M$  sur les photodiodes haut & bas de la bride d'entrée)

Correction du piston ( $\theta_M$  calculé  $\sim -5^\circ$ ) (balayage  $Z_M$  photodiode rasance)

Faisceau EUV (fermeture fentes + énergie réflectivité max)

Détermination de la position de médiane de la photodiode de mesure ( $\theta_A + \varphi_A$ )

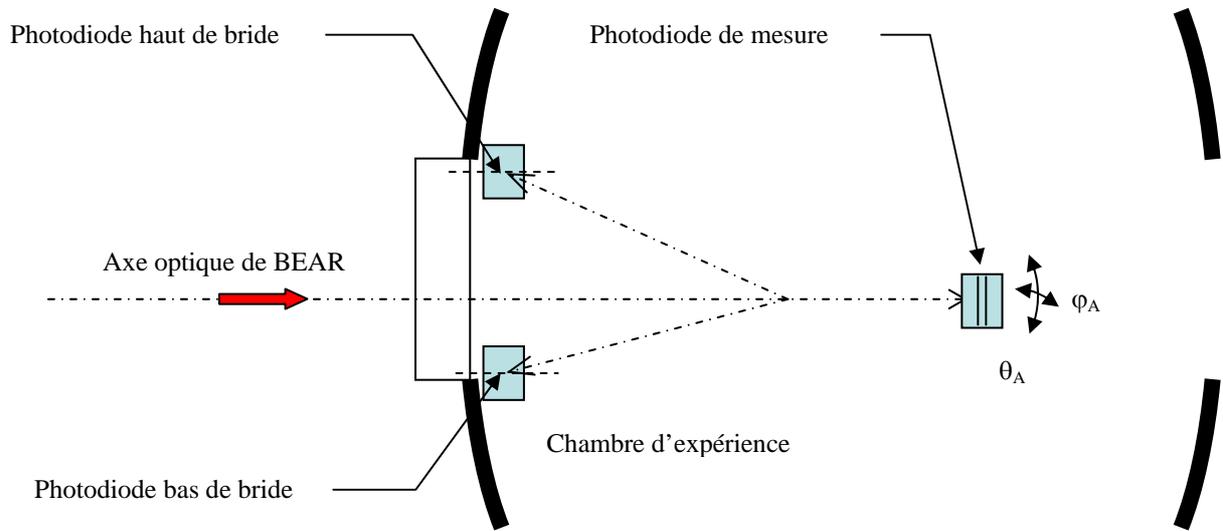


Figure A.1 : Schéma de l'alignement de la photodiode de l'analyseur dans le faisceau direct

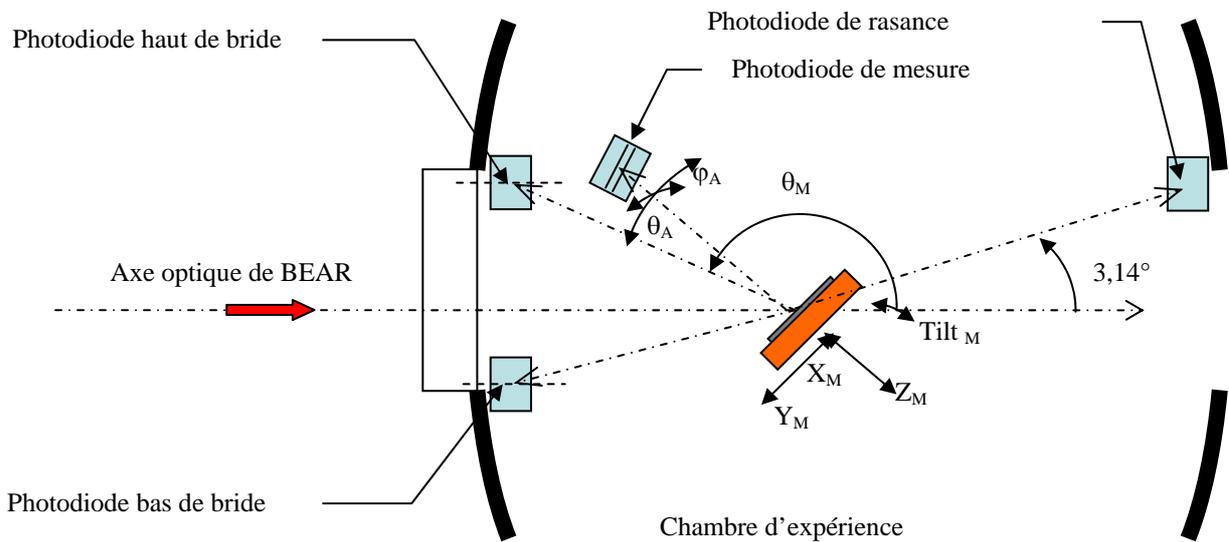


Figure A.2 : Schéma de l'alignement de la photodiode de l'analyseur dans le faisceau réfléchi par l'échantillon

## **Conception, réalisation et métrologie de miroirs multicouches pour l'extrême ultraviolet résistants aux environnements du spatial et des sources EUV.**

Les rayonnements extrêmes ultraviolets (EUV), gamme de longueurs d'onde comprises entre 13 nm et 40 nm, offrent de nombreuses applications scientifiques et technologiques. Celles-ci se sont développées par exemple en physique des plasmas (source à génération d'harmoniques d'ordre élevé, laser X), en astrophysique solaire ou en photolithographie EUV.

Les travaux présentés portent sur la conception, la réalisation et la métrologie de miroirs multicouches périodiques. La motivation principale de cette étude est de mettre en place un cycle de développement prenant en compte à la fois les propriétés optiques du pouvoir réflecteur des revêtements réfléchissants (réflectivité, sélectivité spectrale, atténuation) mais aussi l'environnement d'utilisation des optiques.

Afin d'améliorer les propriétés de sélectivité spectrale, de nouvelles structures multicouches périodiques ont été développées. Elles se caractérisent par un pouvoir réflecteur qui réfléchit bien deux régions spectrales ajustables et introduit des atténuations paramétrables.

L'effet de l'environnement sur la stabilité des performances est particulièrement critique pour les optiques de collection. L'ajout de matériaux barrières a permis de stabiliser les performances du pic de réflectivité pendant plus de 200 h à 400°C et de réduire l'influence des autres facteurs d'instabilité sur le pouvoir réflecteur.

De plus, toutes les structures réalisées ont été évaluées avec succès en environnements climatiques sévères.

**Mots clés :** Ultraviolet Extrême, miroir multicouche, résistance à l'environnement, miroir bibande, filtre interférentiel

---

### **Design, conception, and metrology of Extreme UltraViolet multilayers mirrors resistant environments of space and EUV sources.**

The Extreme Ultraviolet Spectrum (EUV) wavelengths, which range between 13 nm and 40 nm, have many applications in science and technology. These have been developed for example in plasma physics (high order harmonics sources, X ray lasers), solar astrophysics or EUV photolithography.

The work presented is about the design, the fabrication and the metrology of periodic multilayer mirrors. The main motivation of this study is to establish a cycle of development taking into account both the optical properties of reflective coatings (reflectivity, spectral selectivity, attenuation) and their behaviour under various environments.

To improve the spectral selectivity, new multilayer periodic structures have been developed. They are characterized by a bimodal reflectance profile with adjustable attenuation.

The effect of environment on the stability of performance is especially critical for the optical collection. The addition of material barriers has stabilized the performance of the peak reflectivity for over 200 h at 400°C and it reduces the influence of other factors of instability on the reflectance.

In addition, all structures have been fabricated successfully and evaluated in severe environments.

**Keyword:** Extreme Ultraviolet, multilayer mirrors, resistant environments, two-channel EUV mirror, interferential filter