Développement d'optiques multicouches pour la spectrométrie X large bande du rayonnement émis par les plasmas

Benoit Emprin

▶ **To cite this version:**

Benoit Emprin. Développement d'optiques multicouches pour la spectrométrie X large bande du rayonnement émis par les plasmas. Optique [physics.optics]. Institut d'Optique Graduate School, 2014. Français. NNT : 2014IOTA0014 . tel-01127158

HAL Id: tel-01127158
https://pastel.hal.science/tel-01127158

Submitted on 7 Mar 2015

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.

INSTITUT D'OPTIQUE GRADUATE SCHOOL

ÉCOLE DOCTORALE ONDES ET MATIÈRE

Discipline : Physique

THÈSE

pour l'obtention du grade de Docteur en Sciences
de l'Institut d'Optique Graduate School
préparée au Laboratoire Charles Fabry

soutenue le 28/11/2014

par

Benoît EMPRIN

Développement d'optiques multicouches pour la spectrométrie X large bande du rayonnement émis par les plasmas

Directeur de thèse :	**Franck Delmotte**	–	Laboratoire Charles Fabry
Co-directeur de thèse :	**Philippe Troussel**	–	Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives

Composition du jury :

Président du Jury :	**Patrick Georges**	–	Laboratoire Charles Fabry
Rapporteurs :	**Jean Larour**	–	Laboratoire de Physique des Plasmas
	Regina Soufli	–	Lawrence Livermore National Laboratory
Examinateurs :	**Pascal Aubert**	–	Institut d'Électronique Fondamentale
	Philippe Jonnard	–	Laboratoire de Chimie Physique Matière et Rayonnement
Membre invité :	**Michael Krumrey**	–	Physikalisch-Technische Bundesanstalt

À la mémoire de ma sœur Agnès,
ainsi qu'à tous mes proches.

(a)

(b)

FIGURE *1* – *Présentation du spectromètre DMX sur l'installation laser OMEGA à Rochester.*

« Les miroirs feraient bien de réfléchir un peu avant de renvoyer les images. »

Jean Cocteau

« Life is like a box of chocolates. You never know what you're gonna get. »

Forrest Gump

Remerciements

Ce manuscrit retranscrit mes trois années de thèse accomplies au sein de l'Institut d'optique graduate school et du Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives. Je tiens tout particulièrement à remercier mon directeur de thèse Franck Delmotte pour m'avoir accueilli au sein de son équipe de travail. Merci Franck de m'avoir prodigué avec beaucoup de patience tes connaissances sur la science des multicouches. Tes conseils bienveillants, ta pédagogie et tes diverses relectures m'ont été d'une grande aide. Je remercie également Philippe Troussel, mon encadrant au CEA et co-directeur de thèse. Merci Philippe pour ton « coaching », ta « bibliothèque » bibliographique et tes diverses idées qui j'en suis sûr donneront de belles perspectives pour la suite de ce travail.

Je souhaiterais remercier René W. pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire dans lequel j'ai passé ces trois années. Ces années n'auraient pas été les mêmes sans mes collègues de couloir et de café (enfin plutôt de thé). Comment ne pas remercier mille et une fois Gérard alias « Gégé ». Merci Gégé pour ton aide si précieuse pendant la rédaction de ce manuscrit. Je tiens à dire que ta patience et ta disponibilité ont été d'une bonté sans équivoque. Merci aussi pour les bonnes adresses de restos ! Encore merci, « Vroum ! » et « peux pas dire ». Je tiens aussi à remercier Bruno V., pour le temps passé à m'expliquer en quoi consistait son diagnostic plasma, les différentes notions à connaître, les techniques de calcul et les différents traitements des data qu'il m'a transmis. Mais surtout Bruno, je ne te remercierai jamais assez pour m'avoir transmis ta passion de la course à pied. Ce marathon de Paris 2013 restera un très beau souvenir ! Un remerciement spécial à Tony, mon collègue de bureau, pour ses diverses explications d'une très grande clarté mais surtout pour sa bonne humeur et son humour : ce n'est pas une hypothèse bien sûr (private joke). Dans la zone « fond du couloir », comment ne pas remercier mes collègues « d'en face », Michelle et Gilles, qui ont eu la patience de m'entendre chanter, siffler et supporter ma complainte durant une bonne partie de la rédaction. N'oubliez pas la règle du s, p, j $\rightarrow$ t, b, d. Quand je parle « d'en face », comment ne pas remercier Stéphane, le vrai bureau d'en face, pour ton aide et ta compréhension de mes blagues souvent d'un degré supérieur au second. Je ne peux parler de sifflement sans remercier Julien alias « Juju » pour son accompagnement et sa connaissance (dramatique ?) des tubes des années 2000 : et c'est parti pour le show ? Je souhaiterais également remercier Olivier pour son sifflement accordé (chance), sa bonne humeur, ses blagues et ses histoires « poilantes » commençant toujours par un : « Salut les clés de douze ! ». Je remercie Ludovic pour m'avoir fourni son programme Python et pour les chouquettes. Merci Eric pour m'avoir fait partager tes connaissances musicales, dont celles d'un jazzman averti. Merci Pierre pour les discussions sur Etienne Klein et les mathématiques. Je remercie aussi Philippe S. pour m'avoir formé à la connaissance d'un synchrotron et poussé à calculer les incertitudes des mesures. Évidemment, j'ai un remerciement tout particulier à transmettre

à Guillaume, l'autre « Bourguignon » du labo, et donc un des rares à connaître le ban bourguignon. Merci à Rudolf, toujours prêt à rire quand il a « deux minutes ». Merci à Bertrand, déjà pour être un supporter de l'Olympique Lyonnais, et aussi pour m'avoir permis de passer psychologiquement d'apprenti stagiaire à apprenti thésard puis thésard. Les courses à pied entre midi et deux n'auraient pas été les mêmes sans Christophe alias « La Machine », le « petit scarabé » te remercie. Un grand merci à Bruno M. pour m'avoir permis de franchir un palier en course à pied : La Chapelle, Courson,...que de kilomètres mais cela a porté ces fruits. Je remercie évidemment Dominique, merci Dom pour ton aide concernant les détecteurs et le partage musical germano-russe. Je remercie Charles pour ses idées de génie. Merci Alain pour les quelques conseils avisés. Enfin, merci Lise pour toute ton aide administrative et aux deux Isabelle qui avec Michelle font que ce labo a quand même droit à une touche de féminité ! Pour finir, je remercie tous les différents thésards, apprentis et stagiaires qui ont été présents durant ces trois ans : David, Adrien, Alexandre, Laëtitia, Julie, Xavier, Samuel, Matthieu, Edouard, Anaïg, Gwenaëlle.

En parallèle, je souhaiterais remercier Pierre Chavel pour m'avoir accueilli au sein du Laboratoire Charles Fabry et dans son groupe de recherche. Je remercie mon collègue de bureau Evgueni Meltchakov pour m'avoir appris à utiliser une machine de dépôt multicouche, pour m'avoir fait découvrir des vodkas venus du grand Est et pour les concerts d'accordéon. Je remercie Sébastien de Rossi pour sa bonne humeur et ses conseils avisés. Je remercie tout particulièrement Françoise Bridou pour m'avoir prodigué les bonnes astuces en post-caractérisation de multicouches, sois-en remerciée ! Merci aussi à Raymond pour m'avoir permis de vérifier la rugosité de mes substrats nus de silice sur le profilomètre. Je souhaiterais également remercier Marc pour m'avoir fait découvrir une quantité de films et séries, Arnaud alias « Kubiac » pour m'avoir fourni la recette secrète pour préparer en bonne proportion du carbonate de calcium et fourni la grille loto-foot gagnante (mais de la semaine passée...). Je remercie également Françoise, Bruno, Anne-Lise, Camille, Ahmed ainsi que Catherine, la relève en tant que thésarde de l'équipe. Je remercie Lassad pour les informations en temps réel de la révolution tunisienne. Enfin, je remercie tous les stagiaires passés par le labo durant ces trois ans, à savoir, Thibaut, Mehmet et Victoria. J'ai bien entendu une pensée toute particulière pour celui qui m'a fourni les bonnes infos du doctorant, à savoir Charles Bourassin-Bouchet. Merci aussi de m'avoir prodigué tes talents d'imitateur, j'ai bien essayé d'atteindre tes résultats mais sans succès !

Pour finir, j'aimerais aussi remercier les membres du jury de thèse d'avoir accepté de juger mon travail.

Finalement, je remercie toute ma famille, mes proches et mes amis pour m'avoir toujours soutenu sur le plan personnel et plus encore durant les moments difficiles.

Soyez-en tous remerciés infiniment.

Table des matières

Glossaire **xxix**

1 Introduction **1**

2 La spectrométrie large bande **7**

2.1 Rappel des propriétés sur les rayons X 7

2.2 Les composants optiques pour la spectrométrie X 12

2.2.1 Les composants dispersifs 12

2.2.1.1 Les cristaux 12

2.2.1.2 Les réseaux 16

2.2.2 Les filtres en transmission 18

2.2.2.1 Les filtres 18

2.2.2.2 Les filtres de Ross 21

2.2.3 Les matériaux fluorescents 21

2.2.4 Les miroirs sous incidence rasante 24

2.2.4.1 Les miroirs en couche mince 24

2.2.4.2 Les miroirs multicouches 25

2.2.5 Les détecteurs 30

2.2.5.1 Diodes à vide pour rayonnement X 30

2.2.5.2 Détecteurs solides à semi-conducteurs 33

2.3 État de l'art des spectromètres large bande existants 34

2.3.1 DMX : Diagnostic de Mesure du rayonnement X 34

2.3.1.1 DMX-OMEGA, installé à Rochester 35

2.3.1.2 DMX-LMJ, futur spectromètre de référence 39
2.3.2 DP 1.11 et TRANSFLUIX 42
2.3.3 DANTE 43
2.4 Comment améliorer la précision de la mesure du spectromètre DMX ? . . . 45
2.4.1 Cas actuel : voie de mesure par filtration 45
2.4.1.1 Réponse totale d'une voie de mesure par filtration 45
2.4.1.2 Mesure indirecte de la puissance radiative X émise par le plasma 47
2.4.2 Cas idéal : voie à réponse totale constante 48
2.4.2.1 Réponse totale d'une voie de mesure avec miroir multicouche 48
2.4.2.2 Mesure directe de la puissance radiative X émise par le plasma 48

3 Conception et dépôt de revêtements multicouches 51
3.1 Conception de revêtements multicouches 51
3.1.1 Critères de choix des matériaux 51
3.1.2 Optimisation de l'empilement 54
3.1.2.1 Calcul du gabarit 54
3.1.2.2 Prise en compte de la rugosité 55
3.1.2.3 Méthode d'optimisation 57
3.2 Dépôt des multicouches par pulvérisation cathodique magnétron 59
3.2.1 La pulvérisation cathodique magnétron 59
3.2.1.1 La pulvérisation cathodique DC 60
3.2.1.2 La pulvérisation cathodique RF 60
3.2.1.3 Source magnétron 61
3.2.2 Bâti de pulvérisation MP800 61
3.2.3 Procédure d'étalonnage des épaisseurs 66
3.2.3.1 Étalonnage de matériaux en couche mince 66
3.2.3.2 Étalonnage de matériaux en multicouche 67
3.2.3.3 Calcul des vitesses de dépôt 67
3.2.4 Profilomètre hétérodyne Zygo 5500 70

3.3 Caractérisation des miroirs par réflectométrie 71
3.3.1 Réflectométrie à rayons X rasants avec une source Cu Kα 71
3.3.2 Rayonnement synchrotron 72
3.3.2.1 Ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL 73
3.3.2.2 Ligne de métrologie X du Physikalisch-Technische Bundesanstalt 79
3.3.3 Analyse des courbes de réflectivité 81
3.3.3.1 Détermination des épaisseurs et ajustement des vitesses de dépôt 81
3.3.3.2 Détermination de la rugosité moyenne et de l'oxydation de surface 82

4 Étude et développement d'un miroir pour la voie spectrale 2 – 4 keV 85
4.1 Optimisation de la mesure dans la bande spectrale 2 – 4 keV 85
4.1.1 Présentation de la voie 2 – 4 keV actuelle (DMX Rochester) 85
4.1.2 Développement d'une nouvelle voie avec miroir multicouche 87
4.1.3 Spécifications et contraintes liées à la voie de mesure 89
4.2 Choix des matériaux et résultats antérieurs 92
4.3 Développement d'une voie optimisée 94
4.3.1 Étalonnage des couches subnanométriques du revêtement multicouche 99
4.3.1.1 Caractérisation des épaisseurs avec des multicouches périodiques 99
4.3.1.2 Caractérisation des épaisseurs avec un empilement de type « Fabry-Pérot » 101
4.3.2 Résultats expérimentaux 105
4.3.2.1 Caractérisation expérimentale des couches subnanométriques 105
4.3.2.2 Étalonnage de la couche de surface en SiO_2 111
4.3.2.3 Dépôts et caractérisation des miroirs non-périodiques . . . 114

5 Étude et développement d'un miroir pour la voie spectrale 4 – 6 keV 121
5.1 Contexte 121

5.2 Design du miroir . . . 123
5.3 Choix des matériaux . . . 123
5.4 Étude de miroirs multicouches en Ni/SiC . . . 126
5.4.1 Étude en multicouches périodiques du Ni/SiC . . . 126
5.4.2 Réalisation d'un miroir multicouche non-périodique . . . 132
5.5 Étude de miroirs multicouches en Ni/SiC, composé de couches barrières en W . . . 134
5.5.1 Étude en multicouches périodiques du Ni/W/SiC/W . . . 134
5.5.2 Dépôt et caractérisation des miroirs non-périodiques Ni/W/SiC/W . . . 137
5.6 Dépôt et caractérisation du revêtement non-périodique pour la voie DMX . 143

6 Application à la spectrométrie large bande : mesure de la puissance rayonnée par un plasma 149

6.1 Mesures avec la voie miroir dans la gamme spectrale 2 – 4 keV . . . 150
6.1.1 Mesure de la puissance rayonnée dans la gamme spectrale 2 – 4 keV 150
6.1.2 Mesure directe . . . 150
6.1.2.1 Mesure de la puissance rayonnée avec le miroir MP13018 . 151
6.1.2.2 Comparaison avec les calculs de puissance obtenus avec les miroirs MP10089 et MP11085 . . . 152
6.2 Comparaison des mesures de puissance avec la voie titane . . . 158
6.3 Intégrales courantes des voies de mesure . . . 166
6.4 Mesure avec la voie miroir dans la gamme spectrale 4 – 6 keV . . . 170
6.4.1 Mesure directe . . . 170
6.4.2 Calcul de la puissance rayonnée avec le miroir MP13091 . . . 170
6.5 Comparaison de la mesure de la puissance avec les voies utilisées auparavant 174
6.5.1 Traitement par méthode de croissance de raies . . . 175
6.5.2 Traitement par méthode itérative . . . 180
6.5.3 Comparaison de la puissance mesurée avec les 3 méthodes . . . 181

7 Conclusion 185

Annexes **189**

7.1 Détermination des incertitudes de mesure du pouvoir réflecteur 189

7.2 Méthode statistique appliquée à l'analyse des données de spectrométrie . . 194

7.2.1 Propagation des incertitudes par simulations de Monte-Carlo 194

Publications **197**

Bibliographie **199**

Table des figures

1 Présentation du spectromètre DMX sur l'installation laser OMEGA à Rochester. iv

2 Schéma d'irradiation laser d'une cible de Deutérium-Tritium, pour les expériences de fusion par confinement inertiel à attaque indirecte. 2

3 Principe des transitions lié-lié. Désexcitations (a) radiative (fluorescence) et (b) non radiative (émission d'un électron d'Auger). 3

4 Principe des transitions libre-lié. Ionisations (a) par collision électronique et (b) par absorption d'un photon X (photoionisation). 3

5 Principe des transitions libre-libre. Emission d'un rayonnement de freinage (Bremsstrahlung). 4

6 Représentation schématique de l'allure d'un spectre d'émission X provenant d'un plasma d'or créé par laser ($T_r \approx 280$ eV). (source CEA) 4

7 Représentation du spectre électromagnétique 8

8 Représentation de la réflexion et de la transmission d'une onde électromagnétique à l'interface entre deux milieux d'indices n_1 et n_2 ($n_1 > n_2$). . . . 10

9 Réflectivité théorique d'un substrat nu de silice (SiO_2) de rugosité nulle (cas idéal) en fonction de l'angle de rasance, à l'énergie E = 8,048 keV. . . 10

10 Classification des optiques X en terme de résolution spectrale. L'exemple présenté ici correspond à E = 8 keV (0,154 nm). 12

11 Schéma de principe de la diffraction de Bragg dans un cristal. 13

12 Diagramme de Dumond : comparaison des angles d'utilisation suivant l'énergie pour les miroirs, les miroirs multicouches et les cristaux. 14

13 Représentation CAO des spectromètres (a) XCCS-CID et (b) XCCS-FC, installés sur l'installation laser OMEGA à Rochester. 15

14 Schéma de principe du fonctionnement d'un réseau (a) en réflexion et (b) en transmission. 16

15 Spectromètre X-mous à réseau en transmission, résolu en temps. 17

16 Schéma de principe de l'atténuation de l'intensité d'un rayonnement I_0 au passage à travers un filtre d'épaisseur x. 19

17 Transmission théorique d'un filtre de (a) 2 µm et (b) 20 µm de vanadium, à 90° d'incidence. 19

18 Schéma de principe de la méthode des filtres de Ross. 21

19 Principe de fonctionnement de la méthode des filtres de Ross. Simulations de (a) la bande passante de chaque voie de mesure et de (b) la différence des deux signaux avec l'utilisation de ces deux voies de mesure. 22

20 Schéma de principe de la fluorescence. 22

21 Rendement de fluorescence pour les couches K, L et M pour $3 \leq Z \leq 110$. Les courbes concernant les couches L et M sont les moyennes concernant l'ensemble des sous-couches. 23

22 Représentation (a) d'un miroir carbone monocouche et (b) de sa courbe de réflectivité en fonction de l'énergie à l'angle de rasance $\theta = 0{,}7°$ (comparée avec celle d'un miroir monocouche en aluminium). L'énergie de coupure E_c est obtenue par la formule 2.34 (courbes obtenues avec IMD). 25

23 Représentation de la coupure de la transmission des hautes énergies d'un filtre d'aluminium de 10 µm d'épaisseur suivant le choix de l'angle de rasance d'un miroir carbone monocouche (courbes obtenues avec IMD). . . . 26

24 Représentation de l'interaction d'une onde électromagnétique incidente dans une structure multicouche périodique. 28

25 Représentation de l'interaction d'une onde électromagnétique incidente dans les rayons X avec un empilement multicouche périodique (la réfraction à chaque interface a été volontairement exagérée). 29

26 Principe des réflexions de Bragg : (a) monochromatique avec le miroir multicouche périodique et (b) (c) polychromatique avec le miroir multicouche apériodique et avec le miroir à gradient d'épaisseur, respectivement. 31

27 Principe de mise en œuvre d'une diode à vide. 32

28 Exemple d'une diode à vide : (a) photo d'un détecteur coaxial avec photocathode en aluminium et (b) sa sensibilité spectrale théorique, utilisé sur la plupart des voies du spectromètre DMX de Rochester. 32

29 Principe de fonctionnement d'un détecteur solide à semi-conducteurs. . . . 33

30 Exemple d'un détecteur GaAs : (a) photo d'un détecteur GaAs monté sur SMA et (b) sa sensibilité spectrale. 34

31 Positionnement du spectromètre DMX sur la chambre de l'installation laser OMEGA. 35

32 Mécanique d'une voie de mesure à miroir : (a) photo d'une voie avec les axes de rotation ; (b) vue CAO de cette même voie. 37

33 Exemple d'une voie miroir du spectromètre DMX installé à Rochester. . . 37

34 Photo (a) du caisson des voies de mesure à miroir et (b) exemple de porte-filtre utilisé sur les voies miroirs du spectromètre DMX-OMEGA. 38

35 Architecture générale du futur spectromètre DMX, qui sera installé sur le Laser Mégajoule à Bordeaux (vue CAO). 40

36 Représentation CAO de l'ensemble de mesures, regroupant les 4 sous-ensembles SXLBt, SXMt, PXt et ITELt. 40

37 Représentation de l'imagerie 1D résolue en temps du trou d'entrée laser d'une cavité : (a) schéma de principe ; (b) image obtenue sur une caméra à balayage de fente. 41

38 Principe expérimental d'une voie de mesure utilisant la fluorescence. 42

39 Fonctions de transfert (a) des différents éléments et (b) totale d'une voie de fluorescence. 43

40 Spectromètre DANTE, installé sur OMEGA à Rochester : (a) photo de son installation sur un hublot de chambre ; (b) configuration d'une voie de mesure (avec miroir). 44

41 Réponse totale de la voie de la mesure utilisant un filtre de titane 4 µm du spectromètre DMX-OMEGA. 46

42 Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie titane 4 µm avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de titane ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 46

43 Réponse totale d'une voie de mesure idéale. 48

44 Schéma de réflexion-transmission des champs électriques à l'interface milieu 1/milieu 2. 52

45 Détermination du coefficient de réflexion pour plusieurs matériaux à l'énergie E = 5 keV en incidence normale (θ rasant = 90°). 53

46 Détermination du coefficient de réflexion pour plusieurs matériaux dans la gamme d'énergie de 4 keV à 6 keV en incidence normale (θ rasant = 90°). . 54

47 Exemple de gabarit visé (en bleu) et le même gabarit recalculé en prenant en compte une rugosité de 0,40 nm (en rouge). 55

48 Importation des cibles visées en fonction de la longueur d'onde et de l'angle d'incidence. 56

49 Exemple de réflectivités obtenues avec un revêtement optimisé avec TFCalc® (ligne rouge) et avec le même revêtement en prenant en compte une rugosité de 0,40 nm entre chaque couche (ligne noire). 57

50 Principe de l'optimisation avec la procédure « needle » sous TFCalc®. A chaque itération le logiciel ajoute une couche fine qu'il fait croître si nécessaire. 58

51 Paramètres d'optimisation avec la procédure « needle ». 59

52 Schémas de principe de la pulvérisation cathodique DC : (a) introduction du gaz Ar dans l'enceinte sous vide ; (b) création d'un plasma froid : décharge luminescente + ionisation des atomes d'argon en Ar^+ par choc avec les électrons ; (c) pulvérisation de la cible par les ions Ar^+ attirés sous l'effet du champ électrique ; déposition sur le substrat des atomes pulvérisés de la cible : une couche mince se forme. 60

53 Cible de scandium du bâti de pulvérisation MP800. 62

54 Machine MP800 vue de face (à gauche) et les cibles en vue de dessus lors d'une ouverture de l'enceinte (à droite). 62

55 Schéma simplifié de la machine MP800 de pulvérisation cathodique magnétron : (a) vue de dessus ; (b) vue de côté. 63

56 Droite d'étalonnage d'un matériau déposé en couche mince par pulvérisation cathodique magnétron. 67

57 Équation en multicouche du Sc, dans le cas du Cr/Sc. 68

58 Synoptique de détermination des vitesses de passage. 69

59 Échantillon sur le plateau du profilomètre hétérodyne Zygo 5500. 70

60 Principe de fonctionnement du réflectomètre à rayons X rasants Discover D8 (source : site internet BRUKER®). 72

61 Schéma de principe d'un synchrotron (source : site internet du synchrotron SOLEIL). 73

62 Synchrotron SOLEIL vu du ciel (source : site internet du synchrotron SOLEIL). 73

63 Branche X-durs de la ligne « Métrologie ». 74

64 Support universel avec 2 miroirs, avant installation dans l'enceinte de mesure. 75

65 Réflectomètre (à gauche) et platine à l'intérieur de celui-ci (à droite) sur la ligne X-durs. 75

66 Fenêtre de béryllium (à gauche) et diode de référence (à droite en rouge). . 76

67 Schéma de principe de la mesure du pouvoir réflecteur d'un miroir. 76

68 Branche XUV de la ligne « Métrologie ». 77

69 Cabine d'expérience de la branche XUV. 78

70 Installation des diodes dans les boitiers (à gauche) et montage dans le réflectomètre (à droite). 78

71 Ligne FCM équipée d'un monochromateur 4 cristaux (source : PTB). 79

72 Miroirs assemblés sur le support (taille des miroirs : 25,4 mm de diamètre et 80 x 25 mm^2). 80

73 Schéma de principe de la mesure du pouvoir réflecteur d'un miroir sur la ligne FCM du PTB (cas E > 3 keV). 81

74 Réflectivité mesurée à E = 5 keV d'un revêtement en Ni/W/SiC/W en fonction de l'angle 2θ. En noir : réflectivité mesurée à SOLEIL ; en bleu : ajustement de la réflectivité avec Leptos. 82

75 Exemple d'un empilement périodique sous IMD. 83

76 Principe de la voie actuelle 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester. . . 86

77 Réponses des composants de la « voie titane » du spectromètre DMX Rochester. 86

78 Réponse totale (FT) calculée de la voie titane 4 µm du spectromètre DMX Rochester. 87

79 Filtre de polytéréphtalate d'éthylène (Mylar). 87

80 Réponse totale visée pour la nouvelle voie miroir 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester. 88

81 Principe de la voie à miroir multicouche 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester. 89

82 Principe d'une voie de mesure à miroir pour le spectromètre DMX Rochester. Cas de la réflexion sur le miroir avec un couteau placé à 1 mm de hauteur au-dessus du miroir. 89

83 Transmission théorique d'un filtre de 33 µm de polytéréphtalate d'éthylène (courbe obtenue sous IMD). 90

84 Gabarit de la réponse spectrale pour la multicouche non-périodique ; les zones hachurées définissent les zones où la réflectivité doit être minimale, typiquement inférieure à 10 % de la réflectivité moyenne dans la bande passante. 91

85 Mécanique d'une voie de mesure à miroir. 92

86 Réflectivité spectrale des 2 miroirs MP10089 et MP11085 à l'angle de rasance 1,5°. 93

87 Réponses totales (FT) de la voie 2 – 4 keV avec les miroirs (a) MP10089 et (b) MP11085. 94

88 Intégrales courantes de la réponse totale (FT) de la voie miroir 2 – 4 keV avec les miroirs (a) MP10089 et (b) MP11085. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 95

89 Réflectivités calculées de deux revêtements multicouches non-périodiques, pour des angles de rasance de 1,5° (rouge) et de 1,9° (bleu). 95

90 Épaisseur des couches de la formule « nomin1-1,9° », optimisée pour un miroir multicouche à 1,9°. Les couches impaires sont en Cr et les couches paires en Sc. 96

91 Réflectivité visée (en noir) et calculée suivant la formule « nomin1-1,9° » (en rouge) à l'angle 1,9°. 97

92 Réflectivité calculée suivant la formule « nomin1-1,9° » suivant différentes valeurs de l'épaisseur de SiO_2 en surface. 97

93 Nouveau gabarit visé concernant la réponse spectrale du miroir multicouche non-périodique. 98

94 Épaisseur des couches de la formule « nomin2-1,9° », optimisée pour un miroir multicouche à 1,9°. Les couches impaires sont en Cr et les couches paires en Sc. 98

95 Réflectivités calculées à E = 8,048 keV de multicouches périodiques en fonction de l'angle de rasance pour 20 périodes de Sc/Cr. En rouge : d_{Sc} = 0,5 nm ; en bleu : d_{Sc} = 0,7 nm ; en noir : d_{Sc} = 0,9 nm. Pour la clarté de la figure, un offset de 1000 est ajouté entre chaque courbe. 100

96 Résultats des simulations numériques à l'énergie E = 8,048 keV. 101

97 Structure d'une multicouche de type « Fabry-Pérot », consistant à la superposition de deux multicouches périodiques ML1 et ML2, avec la couche Sc à étalonner (LC) entre les deux. 102

98 Réflectivités calculées, à E = 8,048 keV, de multicouches de type « Fabry-Pérot » en fonction de l'angle de rasance. En rouge : d_{LC} = 0,5 nm ; en bleu : d_{LC} = 0,7 nm ; en noir : d_{LC} = 0,9 nm. Pour la clarté de la figure, un offset de 1000 est ajouté entre chaque courbe. 102

99 Résultats des simulations numériques à l'énergie E = 8,048 keV. 103

100 Réflectivité calculée à E = 8,048 keV du facteur d'extinction de la réflectivité $F(n)$ en fonction du nombre de périodes $N1^*$: en rouge avec triangles : d_{LC} = 1,2 nm ($3^{ème}$ ordre) ; en bleu avec étoiles : d_{LC} = 0,9 nm ($4^{ème}$ ordre) ; en noir avec carrés : d_{LC} = 0,6 nm ($6^{ème}$ ordre). (* : N1 est un nombre entier). 104

101 Miroir multicouche composé d'un revêtement multicouche sur un substrat de chez Winlight Optics®. 105

102 Mesures de réflectivité (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 3 keV sur la ligne de Métrologie au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec Leptos puis IMD. Les valeurs sont présentées dans le tableau 4.2. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.2 ont été utilisés pour simuler le spectre de réflectivité à 3 keV (ligne rouge). 106

103 Mesures de la réflectivité avec les barres d'incertitudes obtenues à 3 keV sur la ligne de Métrologie au synchrotron SOLEIL. En bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL avec les barres d'incertitudes ; en rouge : fit de la réflectivité sur IMD. 107

104 Mesures de réflectivité : (a) et (b) : à 8,048 keV au LCF (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs B et C respectivement. Pour les mesures au LCF, la courbe ajustée (ligne rouge) utilise les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (tableau 4.2) pour fixer ML1 et ML2 puis nous avons ajusté l'épaisseur LC avec IMD (les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 4.3). (c) et (d) : à 3 keV au synchrotron SOLEIL (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs B et C respectivement. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.3 ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge). 108

105 Mesures de réflectivité : (a) et (b) : à 8,048 keV au LCF (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs D et E respectivement. Pour les mesures au LCF, la courbe ajustée (ligne rouge) utilise les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (tableau 4.2) pour fixer ML1 et ML2 puis nous avons ajusté l'épaisseur LC avec IMD (les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 4.5). (c) et (d) : à 3 keV au synchrotron SOLEIL (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs D et E respectivement. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.5 ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge). 112

106 Mesures de réflectivité du miroir F (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 3 keV au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec IMD. Les valeurs sont présentées dans le tableau 4.6. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans ce tableau ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge). 113

107 Droite d'étalonnage du silicium (qui s'oxyde en silice) déposé en couche mince au-dessus d'une couche de 14,6 nm de chrome, par pulvérisation cathodique magnétron. 114

108 Substrat de silice superpoli sur lequel a été déposé le revêtement non-périodique. 114

109 Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée au PTB avec le revêtement non-périodique de 121 couches en Cr/Sc + une couche de SiO_2 à l'angle θ = 1,9°, comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin1-1,9° » (ligne rouge). 115

110 Diagramme en multicouche dans le cas d'une multicouche Cr/Sc. Les équations obtenues servent à étalonner les vitesses de passage pour réaliser le dépôt final. 116

111 Mesure de la réflectivité réalisée au PTB (points bleus) et à SOLEIL (points verts) avec le revêtement non-périodique de 115 couches en Cr/Sc + une couche de SiO_2 à l'angle θ = 1,9°, comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin2-1,9° » (ligne rouge). 116

112 Réflectivités simulées à *theta* = 1,9° (lignes rouges) et comparées avec la mesure du miroir MP13018 (points bleus), pour une erreur sur les épaisseurs : de -0,1 nm sur les 30 premières couches (a) en profondeur ou (b) en surface ; de +0,1 nm sur les 30 premières couches (c) en profondeur ou (d) en surface. 117

113 Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP13018 (ligne bleue) et comparée avec la formule optimisée « nomin2-1,9° » (ligne rouge). 118

114 Intégrale courante de la réponse totale (FT) de la voie miroir 2 – 4 keV. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 119

115 Spectre simulé d'émission, en face avant, d'un plasma créé sur une feuille de titane de 8 µm d'épaisseur et les transmissions des filtres Ti, V, Cr et Mn, utilisés dans le spectromètre DMX à Rochester. 122

116 Détecteur coaxial et filtre utilisé pour la nouvelle voie miroir 4 – 6 keV. . . 122

117 Spécifications de la nouvelle voie miroir pour la gamme d'énergie 4 – 6 keV. 123

118 Représentation du tableau périodique de Mendeleïev. En jaune : les éléments de type gazeux ; en bleu : les éléments de type liquide ; en rouge : les éléments qui possèdent au moins un seuil d'absorption dans la gamme d'énergie 4 – 6 keV. 124

119 Détermination du coefficient de réflexion pour une large gamme de matériaux dans la bande 4 keV à 6 keV à θ rasant = 1,3°. Les croix noires représentent la valeur à E = 4 keV. 125

120 Réflectivité simulée de différents couples de matériaux en multicouches périodiques (50 périodes), dont la période est optimisée pour avoir une réflectivité maximale à E = 5 keV. 125

121 Résultats intermédiaires de réflectivités calculées pour 3 couples de matériaux : (a) en noir avec "+" : Co/B_4C ; (b) en bleu avec étoiles : Co/C ; (c) en rose avec triangles : Ni/C. Ici le gabarit visé (ligne rouge) est 1/3 de fois plus élevé que demandé et la rugosité n'est pas prise en compte. 127

122 Réflectivités calculées de revêtements multicouches non-périodiques en W/SiC (olive avec points) et en Ni/SiC (vert avec carrés), à l'angle de rasance 1,3° par rapport au gabarit (ligne rouge). Le gabarit visé prend en compte une rugosité de 0,40 nm (i.e. plus élevée que la forme initiale visée). 128

123 Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni/SiC. . . . 128

124 Mesures de réflectivité (points bleus) du miroir A : (a) à E = 8,048 keV au LCF ; (b) à E = 5 keV et (c) à E = 3 keV sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL. Pour les mesures du LCF et de SOLEIL, les courbes ajustées (lignes rouges) ont été obtenues avec Leptos. Toutes les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 5.2. 130

125 Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni_xSi_y/SiC. . 132

126 Mesure de la réflectivité du miroir Ni/SiC (modèle Ni_5Si_2/SiC) non-périodique constitué de 80 couches (MP13056) à l'angle $\theta = 1{,}3°$. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin1 » ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB. 133

127 Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni/W/SiC/W + SiC. 135

128 Mesures de réflectivité (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 5 keV au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec Leptos. Les valeurs sont présentées dans le tableau 5.4. Pour la mesure à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans ce tableau ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 5 keV (ligne rouge). 136

129 Mesures de la réflectivité du 1er pic de Bragg pour les échantillons B (ligne rouge avec étoiles) et H (ligne bleue avec carrés). Les courbes de réflectivité ont été obtenues à 5 keV sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL. 137

130 Formule d'empilement optimisée (« nomin2 ») sous TFCalc® en Ni/W/SiC/W. 138

131 Mesures de la réflectivité (points bleus) du miroir MP13059 : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 5 keV au synchrotron SOLEIL. Elles sont comparées avec la réflectivité théorique de la formule de l'empilement « nomin2 » obtenue avec IMD à 8,048 keV et à 5 keV (lignes rouges). 138

132 Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13059 à l'angle $\theta = 1{,}3°$. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin2 » ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB. 139

133 Épaisseur des couches de la formule « nomin3 » (Ni/W/SiC/W), optimisée pour un miroir multicouche à 1,3°. Toutes les couches de W sont fixées à 0,60 nm 140

134 Mesure de la réflectivité à 8,048 keV du miroir MP13086 en fonction de l'angle 2θ. En noir : réflectivité mesurée ; en bleu : ajustement de la réflectivité avec Leptos. 140

135 Diagramme d'étalonnage en multicouche dans le cas du Ni/SiC avec des couches barrières en W. Les équations obtenues servent à étalonner les vitesses de passage pour réaliser le dépôt final. 141

136 Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée au LCF à 8,048 keV avec le revêtement non-périodique de 83 couches en Ni/W/SiC/W, comparée avec la réflectivité simulée avec la formule « nomin3 » avec IMD (ligne rouge). . 141

137 Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13090 à l'angle $\theta = 1{,}3°$. En noir : gabarit ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » ; en bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL. . . . 142

138 Réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP13090 ; en rouge : avec la formule optimisée « nomin3 ». . 143

139 Miroir final MP13091 après dépôt du revêtement « nomin3 ». 144

140 Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée à 8,048 keV du miroir final MP13091 : (a) comparée avec la réflectivité simulée avec IMD de la formule « nomin3 » (ligne rouge) ; (b) comparée avec la réflectivité simulée avec IMD de la formule « nomin3 » corrigée (+0,1 nm sur chacune des couches Ni et SiC) (ligne rouge). 144

141 Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13091 à l'angle $\theta = 1{,}27°$. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » ; en bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL.145

142 Réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP13091 ; en rouge : avec la formule optimisée « nomin3 ». . 146

143 Intégrale courante de la réponse totale (FT) de la voie miroir 4 – 6 keV. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 4 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 6 keV. 147

144 Représentation CAO de la cavité rugby utilisée lors du tir n°#71007 de la campagne « Cavité Interaction ». 152

145 Mesures expérimentales des composants de la voie miroir utilisés lors de la campagne « Cavité Interaction » : (a) Transmission expérimentale du filtre de mylar de 36 µm et (b) sensibilité spectrale du détecteur coaxial. 153

146 (a) Mesures expérimentales de la réflectivité réalisée au PTB (points bleus) et à SOLEIL (points verts) du miroir MP13018 à l'angle $\theta = 1{,}9°$ comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin2-1,9° » (ligne rouge) et (b) la réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV obtenue (ligne bleue) comparée avec le gabarit (ligne noire). 154

147 Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP13018 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) sur la voie miroir multicouche apériodique et (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal. 154

148 Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP10089. 155

149 Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP10089 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) (en rouge) et signaux calculés avec la voie miroir multicouche apériodique, parasite (en bleu) et de la bande 2 – 4 keV (en vert) ; (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal mesuré. 156

150 Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP11085. 157

151 Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP11085 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) (en rouge) et signaux calculés avec la voie miroir multicouche apériodique, parasite (en bleu) et de la bande 2 – 4 keV (en vert) ; (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal mesuré. 158

152 Reconstruction du spectre à l'ordre 0 ($P^0(E,t)$) à partir du calcul de la puissance dans chaque bande spectrale ΔE_i, à un instant t donné. 160

153 Températures radiatives T_r déduites des mesures DMX correspondant aux tirs : (a) n°#61484 ; (b) n°#63527 ; (c) n°#71007. 162

154 Résultats expérimentaux obtenus avec la voie titane 4 µm (voie 14) : (a) Accord obtenu entre le signal expérimental mesuré $U_{Ti}(t)$ (points rouges) et le signal reconstitué (courbe bleue). La courbe verte donne le niveau de signal calculé uniquement à partir du spectre de corps noir sans bande M. (b) Loi de puissance 2 – 4 keV restituée à partir du signal mesuré sur la voie titane 4 µm (courbe rouge) et comparée avec celle restituée à partir du signal mesuré sur la voie miroir MP10089 (voie 16) (courbe bleue). . . . 163

155 Lois de puissance 2 – 4 keV restituées à partir des signaux mesurés sur la voie titane (courbes rouges) lors des campagnes (a) « Jalon fusion » et (b) « Cavité interaction », respectivement. Elles sont comparées avec les lois de puissance restituées à partir des signaux mesurés sur les voies miroirs (courbes bleues) (a) MP11085 et (b) MP13018. Sur la figure (b) est aussi représentée la loi de puissance 2 – 4 keV obtenue avec la FT du miroir MP13018 en utilisant la technique de calcul de la voie titane (courbe noire). 165

156 Lois de puissance 2 – 4 keV restituées à partir des signaux mesurés sur la voie titane (courbe rouge) et la voie miroir (courbe bleue). La courbe noire représente la loi de puissance 2 – 4 keV obtenue avec la FT du miroir MP13018 en utilisant la technique de calcul de la voie titane. 166

157 Spectre X simplifié d'un plasma d'or créé par laser. 167

158 Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie titane 4 µm avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de titane ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 167

159 Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie miroir MP11085 avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de Mylar de la voie ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie (2 – 4 keV) ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 168

160 Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie miroir MP13018 avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de Mylar de la voie ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : zone comprenant les énergies entre 2 keV et 3,3 keV ; en bleu : zone où les oscillations du miroirs sont présentes (3,3 – 4 keV) ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV. 169

161 Mesures expérimentales des composants de la voie miroir 4 – 6 keV (miroir MP13091) utilisés lors de la campagne « Source X » : (a) Transmission expérimentale du filtre de fer de 10 µm et (b) sensibilité spectrale du détecteur coaxial. 172

162 (a) Mesure expérimentale de la réflectivité réalisée à SOLEIL (étoiles bleues) du miroir MP13091 à l'angle θ = 1,27° comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » (ligne rouge) et (b) la réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV obtenue (ligne bleue) comparée avec le gabarit (ligne noire). 173

163 Dimensions de la cible de titane correspondant au tir n°#71837. 173

164 Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP13091 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) sur la voie miroir multicouche apériodique et (b) loi de puissance 4 – 6 keV déduite du signal. 174

165 Répartition spectrale des voies de mesure DMX dédiées à l'étude de l'émission des raies K-shell du titane (spectre en face arrière). 175

166 Comparaison entre (a) les prévisions de mesure (en rouge : spectre théorique de titane en face arrière ; en noir : le spectre DMX calculé) et (b) le spectre expérimental « à l'ordre 0 ». 177

167 Spectre initial de titane sans les raies avec fond continu (à t = 1,57 ns, qui correspond au maximum d'émission spectrale), obtenu par interpolation logarithmique. 177

168 Résultats des signaux mesurés (cercles rouges), calculés avec (lignes bleues) et sans raies (lignes vertes) pour (a) la voie 14, (b) la voie 15 et (c) la voie 16. 178

169 Spectre final de titane avec les raies sur fond continu (à t = 1,57 ns, qui correspond au maximum d'émission spectrale). 179

170 Loi de puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV à partir de la méthode de croissance de raies. 180

171 Spectres de titane de la méthode itérative : (a) spectre théorique de simulation de départ et (b) spectre final obtenu par la méthode itérative. 182

172 Loi de puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV à partir de la méthode itérative. 183

173 Emission X multi-keV pour Ti restituée à partir des voies de mesure large bande de DMX : la voie miroir (ligne bleue), par la méthode de croissance de raies (ligne rouge) et par la méthode itérative (ligne verte). 183

174 Détermination du décalage d sur le miroir. 190

175 Procédure de propagation des incertitudes par un algorithme de type Monte-Carlo. Ici le nombre de tirages est fixé à m = 2000. 196

Glossaire

CBF

Acronyme de *Caméra à Balayage de Fente*. 15

CCD

Acronyme de *Charge Coupled Device*. 17

CEMOX

Acronyme de *Centrale d'Elaboration et de Métrologie des Optiques XUV*. 61

CH

Terme générique pour désigner du plastique. 1

CID

Acronyme de *Charge Injection Device*. 15

DANTE

Spectromètre large bande américain, équivalent du DMX français, il en existe actuellement deux versions installées sur OMEGA et le NIF. 43

DC

Acronyme de *Direct Current*. Terme utilisé pour parler du mode de pulvérisation cathodique en courant continu. 59

DMX

Acronyme de *Diagnostic de Mesure du rayonnement X*, c'est un spectromètre X large bande étalonné en absolu et résolu en temps, développé par le CEA-DIF. 4

DMX-LIL

Spectromètre large bande DMX qui était installé sur la LIL. 17, 33

DMX-LMJ

Spectromètre large bande DMX qui sera installé sur le LMJ. 18, 39

DMX-OMEGA

Spectromètre large bande DMX qui est actuellement installé sur OMEGA. 33, 39, 119

GRX

Acronyme de *Goniomètre à Rayons X rasants*. 71, 127

ITELt

Acronyme de *Imagerie du Trou d'Entrée Laser résolue en temps*. 39

LCF

Acronyme de *Laboratoire Charles Fabry*. 61, 81, 90, 121

LIL

Acronyme de *Ligne d'Intégration Laser*. Ligne prototype de la future installation laser LMJ. Elle est située à Bordeaux mais a fermé en début d'année 2014. 15

LMJ

Acronyme de *Laser MégaJoule*. Cette installation est un laser de puissance, de classe mégajoule, qui se situe au CESTA à Bordeaux. 1

MIM

Acronyme de *Miroir Interférentiel Multicouche*. 84, 91

NIF

Acronyme de *National Ignition Facility*. Cette installation est un laser de puissance, de classe mégajoule, en fonctionnement au Lawrence Livermore National Laboratory (CA, États-Unis). 43

OMEGA

Installation laser de puissance du Laboratory for Laser Energetics de l'Université de Rochester (NY, États-Unis). 35, 43

PTB

Acronyme de *Physikalisch-Technische Bundesanstalt*. 78

PXt

Acronyme de *Puissance X très large bande résolue en temps*. 39

RF

Acronyme de *Radio-Frequency*. Terme utilisé pour parler du mode de pulvérisation cathodique en radio-fréquence. 59

rms

Acronyme de *root mean square*. Ce sigle désigne une valeur moyenne quadratique. 103, 121

SOLEIL

Acronyme de *Source Optimisée de Lumière d'Energie Intermédiaire du Lure*. C'est une source de lumière synchrotron, qui produit des photons dans le domaine infrarouge, visible, ultraviolet et dans le domaine des rayons X. 72

SXLBt

Acronyme de *Spectrométrie X Large Bande résolue en temps*. 39

SXMt

Acronyme de *Spectrométrie X Mous résolue en temps*. 39

Chapitre 1

Introduction

Dans les expériences de fusion par confinement inertiel à attaque indirecte, prévues sur l'installation Laser Mégajoule (LMJ), on vient irradier l'intérieur d'une cavité cylindrique (appelée « hohlraum ») avec un laser de puissance, ce qui crée un plasma. Le comportement temporel de la température radiative T_r du plasma et le rayonnement X qu'il émet sont des paramètres clés pour définir les expériences d'implosion d'une microcapsule remplie de deutérium (D) et tritium (T). La température est une grandeur à caractère statistique, elle n'a de sens qu'à l'échelle macroscopique [1]. Le rayonnement qui s'installe dans la cavité est un rayonnement planckien (rayonnement de corps noir), caractérisé par une température radiative correspondant à la température de surface du plasma à l'équilibre thermodynamique local [2] [3]. Dans le principe de la fusion par confinement inertiel à attaque indirecte (figure 2), le rayonnement X provenant du plasma chauffe l'extérieur de l'ablateur (couche externe de la microcapsule, souvent du CH) qui se détend vers l'extérieur à grande vitesse. Par conservation de la quantité de mouvement, le reste du microballon est poussé vers le centre comprimant le mélange DT, on appelle ce phénomène « l'effet fusée ». La microcapsule centrée à l'intérieur d'un hohlraum de Z élevé (le plus souvent de l'or) est donc compressée par ablation. Le spectre X est composé d'une composante thermique et d'une composante X-durs. La température radiative T_r du plasma d'or créé par laser peut donc être déterminée par la mesure du rayonnement X émis dans le hohlraum. Une autre technique existe : l'attaque directe, dans laquelle le laser vient directement délivrer l'énergie au microballon. Cependant, il est difficile d'obtenir une homogénéité du chauffage et de compresser de manière uniforme une cible sphérique par attaque directe d'où la raison du choix de l'attaque indirecte.

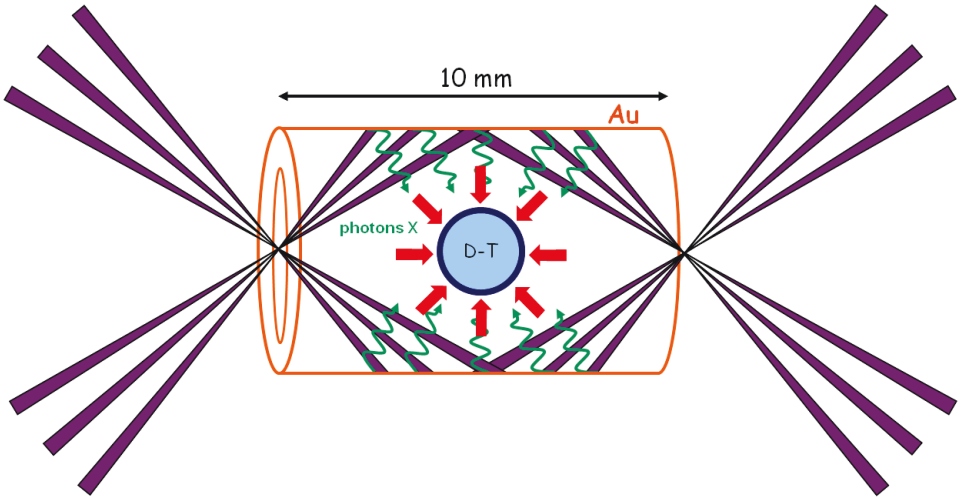


FIGURE 2 – *Schéma d'irradiation laser d'une cible de Deutérium-Tritium, pour les expériences de fusion par confinement inertiel à attaque indirecte.*

Par le passé, de nombreuses expériences ont été menées [4] [5] [6] [7] [8] afin de mesurer le rayonnement X émis. Dans le cas d'un hohlraum en or, le rayonnement de la bande M de l'or, comprise entre 2 et 4 keV, est une source d'informations sur le préchauffage de l'ablateur qui entoure la capsule. Ce préchauffage déforme la cible et la compression n'est donc plus uniforme provoquant une dégradation de la performance de l'implosion. Le préchauffage de la capsule peut être réduit en ajoutant à l'ablateur un dopant (par exemple du Germanium). Une caractérisation expérimentale précise est essentielle pour comprendre les expériences d'implosion. Il est donc très important de connaître les caractéristiques spectrale et temporelle du rayonnement X absolu émis par le plasma.

L'interaction d'un faisceau laser très intense avec une cible solide sous un éclairement élevé ($\geq 10^{13}$ W/cm^2) crée un milieu très chaud (plusieurs dizaines de millions de Kelvins) et dense ($\geq 10^{23}$ électrons/cm^3) constitué entièrement d'ions et d'électrons libres, présentant des propriétés collectives, qui correspond à ce qu'on appelle un **plasma.** Un plasma du point de vue macroscopique est électriquement neutre. Le spectre de rayonnement émis par un plasma provient entre autres de l'émission de photons lors de la désexcitation d'un niveau atomique vers un niveau d'énergie plus faible. Il existe différents processus d'excitation/désexcitation d'un atome selon que l'électron est libre ou lié à l'atome :

- les transitions **lié-lié** : dans ce processus l'atome ayant une lacune sur une couche interne peut soit émettre un photon par désexcitation radiative (fluorescence, figure 3a), soit émettre un électron par désexcitation non radiative (électron d'Auger, figure 3b), depuis un niveau d'énergie supérieure.
- les transitions **libre-lié** : dans ce processus, l'atome peut capter un électron libre possédant une énergie cinétique élevée. La collision entre l'électron et un électron

d'une couche interne provoque l'ionisation de l'atome par la perte de cet électron de la couche interne (ionisation par collision électronique, figure 4a). Mais l'atome peut aussi absorber un photon X assez énergétique pour ioniser un électron de la couche interne (photoionisation, figure 4b).

– les transitions **libre-libre** : dans ce processus, en passant au voisinage d'un ion, un électron libre peut être dévié par le champ créé par la charge de l'ion. Il y a alors émission d'un rayonnement associé au ralentissement de l'électron, c'est le rayonnement de freinage appelé aussi *Bremsstrahlung* (figure 5).

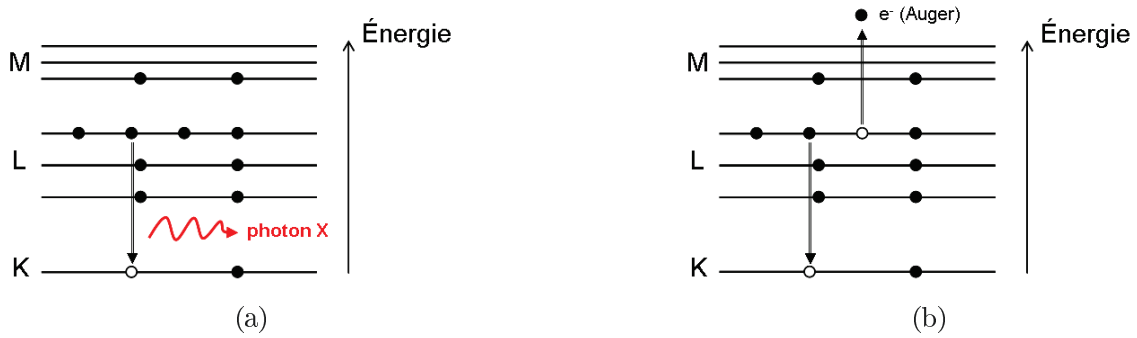


FIGURE 3 – *Principe des transitions lié-lié. Désexcitations (a) radiative (fluorescence) et (b) non radiative (émission d'un électron d'Auger).*

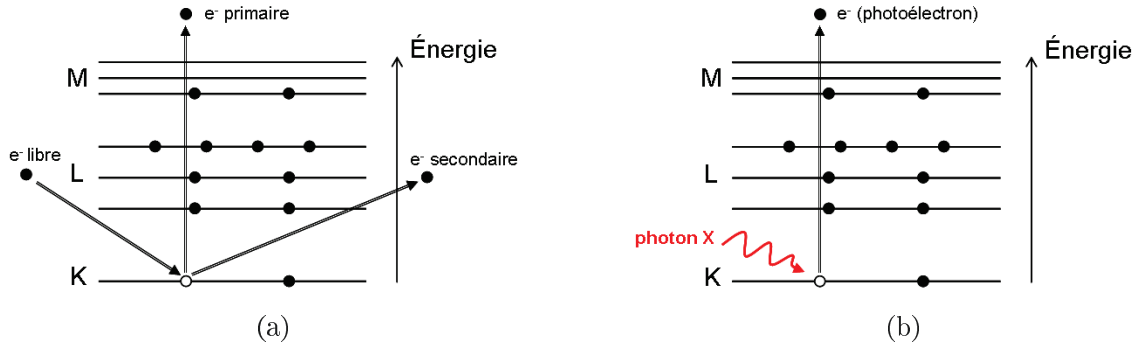


FIGURE 4 – *Principe des transitions libre-lié. Ionisations (a) par collision électronique et (b) par absorption d'un photon X (photoionisation).*

Différents échanges d'énergie ont lieu dans le plasma et le cortège électronique se réorganise en conséquence. Les différentes transitions électroniques ayant lieu dépendent des états initiaux et finaux des atomes. De ce fait, un spectre d'émission X se présente comme étant la superposition d'un spectre thermique continu (« planckien » qui est caractéristique de la température radiative du milieu), d'un spectre de raies (représentant l'ensemble des surintensités observables à des valeurs discrètes d'énergie) et d'un spectre

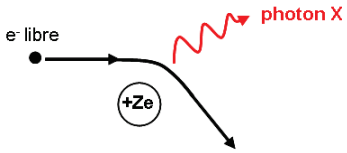


FIGURE 5 – *Principe des transitions libre-libre. Emission d'un rayonnement de freinage (Bremsstrahlung).*

continu (appelé *continuum*) (figure 6). L'émission du fond continu est régie à la fois par l'émission du *Bremsstrahlung* (transition libre-libre) et par l'émission de recombinaison radiative (transition libre-lié). Quelques fois, un pseudo-continuum dû à l'élargissement de raies peut se rajouter. Le spectre de raies est caractéristique des ions émetteurs et des conditions dans lesquelles ils se trouvent (état d'ionisation). Le spectre de raies est régi par les transitions lié-lié, et comme les niveaux d'énergie des ions sont discrétisés, on obtient un spectre discret de raies.

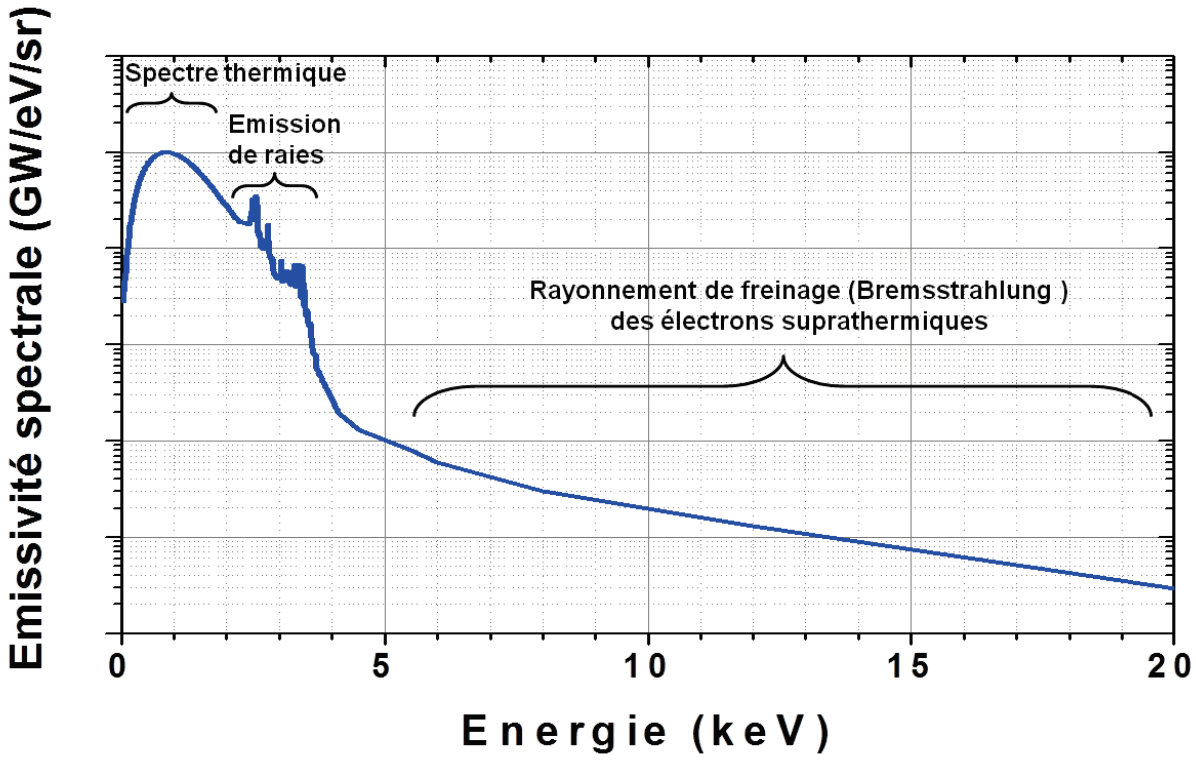


FIGURE 6 – *Représentation schématique de l'allure d'un spectre d'émission X provenant d'un plasma d'or créé par laser ($T_r \approx 280$ eV). (source CEA)*

L'étude des raies atomiques et du continuum s'effectue par l'analyse spectroscopique du rayonnement X provenant des plasmas créés par laser. Ce type d'analyse peut permettre ensuite de remonter à la température et à la densité électronique du milieu étudié (sous réserve d'homogénéité).

Dans le cadre de cette thèse, nous souhaitons améliorer la précision de mesure de l'émissivité spectrale d'un plasma créé par laser, obtenue par un spectromètre large bande, appelé Diagnostic de Mesures X (DMX), en utilisant des miroirs multicouches non-périodiques (appelés aussi *apériodiques*, cf. paragraphe 2.2.4.2). L'intérêt de ces miroirs, qui sont composés de couches d'épaisseurs différentes les unes des autres, est qu'ils permettent d'élargir la bande spectrale de travail, par rapport aux miroirs multicouches périodiques.

Dans le chapitre 2, nous présenterons la spectrométrie large bande, avec les différents composants optiques utilisés dont les miroirs multicouches et les spectromètres large bande existants. Puis, nous décrirons la problématique qui fait l'objet de cette thèse, à savoir, comment améliorer la précision de la mesure du spectromètre DMX.

Le chapitre 3 est dédié à la description des outils théoriques, numériques et expérimentaux mis en œuvre au cours de cette thèse. Nous commencerons par les outils de conception de revêtements multicouches, puis la présentation des moyens de dépôt et procédure d'étalonnage. Enfin, nous présenterons les dispositifs de caractérisation des empilements utilisés durant cette thèse.

Nous présenterons, dans le chapitre 4, l'étude et le développement d'un miroir multicouche apériodique pour la bande spectrale 2 – 4 keV du spectromètre large bande DMX, installé sur l'installation laser OMEGA à Rochester (États-Unis). Nous commencerons par présenter l'optimisation souhaitée, puis le choix des matériaux effectué. Ensuite, nous détaillerons une technique originale d'étalonnage des couches subnanométriques du revêtement optimisé, le tout afin de développer une nouvelle voie de mesure du spectromètre DMX.

Le chapitre 5 est consacré à l'étude et au développement d'un autre miroir multicouche apériodique pour cette fois-ci la bande spectrale 4 – 6 keV du spectromètre DMX. Nous présenterons le contexte lié à cette bande spectrale, les spécifications demandées quant à la voie de mesure. Puis nous montrerons comment nous avons choisi les matériaux à déposer pour réaliser le miroir. L'étude sera découpée en deux parties, tout d'abord une première étude de miroirs multicouches en Ni/SiC, puis une autre étude de miroirs en Ni/SiC avec ajout de couches barrières en W. Nous montrerons notamment l'influence des couches barrières sur la limitation de l'interdiffusion des matériaux et ainsi le meilleur contrôle des épaisseurs des couches. Une dernière partie sera consacrée à la réalisation finale du miroir pour le développement d'une nouvelle voie de mesure du spectromètre

DMX.

Le chapitre 6 présentera l'application à la spectrométrie large bande des deux voies de mesures développées durant cette thèse. Nous montrerons les résultats obtenus quant à la mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV avec la nouvelle voie de mesure et nous comparerons les résultats avec la mesure de la puissance avec la voie de mesure qui existait auparavant. Ensuite, nous présenterons les résultats de la mesure de la puissance rayonnée, cette fois-ci, sur la bande spectrale 4 – 6 keV et nous comparerons les résultats avec ceux obtenus avec les trois voies de mesures nécessaires auparavant pour ce type de mesure.

Enfin, dans le chapitre 7, nous conclurons et donnerons les principales perspectives de ce travail de thèse, en présentant les futurs travaux envisagés pour la bande spectrale 50 eV – 2 keV.

Chapitre 2

La spectrométrie large bande

La spectrométrie du rayonnement X issu de plasmas créés par laser est basée sur l'étude des raies atomiques et du continuum du spectre X. Cette analyse permet de remonter à la température radiative et à la puissance rayonnée par le plasma. Dans l'objectif d'atteindre la fusion par confinement inertiel, cette analyse est donc fondamentale et nécessite des mesures qui doivent permettre de déterminer le plus précisément possible les bilans d'énergie et les taux de conversion X.

2.1 Rappel des propriétés sur les rayons X

Les rayons X, comme la lumière, sont une forme de rayonnement électromagnétique dont la longueur d'onde est comprise approximativement entre 0,01 nm et 10 nm ($\approx$ 100 keV – 100 eV) (figure 7). L'énergie de ces photons est bien plus élevée que celle d'un photon de lumière visible. Ils ont été découverts par le physicien allemand Wilhelm Röntgen en 1895 [9] et ont des propriétés intéressantes pour l'analyse de la matière puisque leur énergie est proche de l'énergie de liaison des couches électroniques internes d'un atome (de l'ordre du keV). La subdivision en rayons X-mous et X-durs n'est pas unique et dépend de la communauté scientifique. Cependant, pour beaucoup la frontière est fixée à E = 1 keV. Suivant les communautés scientifiques, l'unité de l'onde électromagnétique s'exprime soit en longueur d'onde λ exprimée en nanomètre [nm], soit en énergie E exprimée en électronvolt [eV]. La relation qui lie longueur d'onde et énergie des photons est définie comme suit :

$$E = h.\nu = \frac{h.c}{\lambda} = 1239,8\ [nm.eV]\ \frac{1}{\lambda} \tag{2.1}$$

où :
- $h \approx 6,626.10^{-34}\ J.s$ $(= 4,135.10^{-15}\ eV.s)$ est la constante de Planck,
- $c \approx 2,998.10^{8}\ m.s^{-1}$ est la constante de célérité de la lumière.

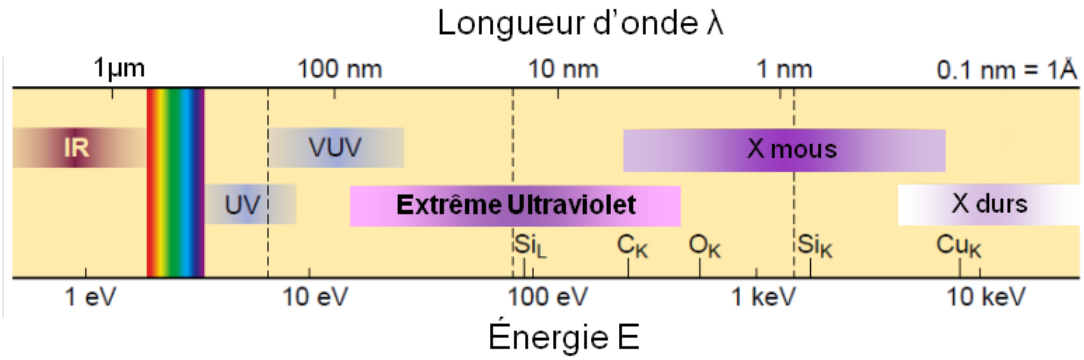


FIGURE 7 – *Représentation du spectre électromagnétique (d'après la référence [10]).*

L'hypothèse de base est que la matière condensée (branche de la physique qui étudie les propriétés macroscopiques de la matière) peut être modélisée comme un ensemble d'atomes sans interaction. Cette supposition est en général bonne pour des énergies suffisamment éloignées des seuils d'absorption du matériau considéré. Dans les régions de seuil, l'état chimique spécifique intervient et des mesures expérimentales des indices optiques doivent être faites. L'indice n des matériaux peut être écrit en fonction du facteur de diffusion atomique f ($f = f_1 + if_2$). La partie imaginaire f_2 représente l'ensemble des processus d'atténuation dans le milieu, qui peut être mesurée par photoabsorption et la partie réelle f_1 correspond au nombre d'électrons libres participant à la déviation de l'onde électromagnétique, qui est déterminé à partir de f_2 en utilisant les relations de Kramers-Kronig [11] [12]. Henke et *al* [13] ont établi une table de données regroupant les valeurs expérimentales et théoriques de f_1 et f_2 pour une large gamme d'énergie (10 eV – 30 keV). L'indice de réfraction n s'écrit sous la forme suivante pour un élément simple :

$$n(E) = 1 - \frac{N_A.r_e.\lambda^2}{2\pi}(f_1(E) + if_2(E)) \tag{2.2}$$

avec :
- r_e le rayon classique de l'électron (= 2,82.10^{-15} m),
- N_A le nombre d'atomes par unité de volume.

Dans le cas d'un corps composé de plusieurs matériaux, il s'écrit :

$$n(E) = 1 - \frac{r_e.\lambda^2}{2\pi}\sum_i N_i[f_{1,i}(E) + if_{2,i}(E)] \tag{2.3}$$

avec N_i le nombre d'atomes de l'espèce i par unité de volume.
En pratique, on utilise les coefficients δ et β :

$$n(E) = 1 - \delta(E) - i\beta(E) \tag{2.4}$$

où :

$$\delta(E) = \frac{N_A.r_e.\lambda^2}{2\pi} f_1(E) \tag{2.5}$$

$$\beta(E) = \frac{N_A.r_e.\lambda^2}{2\pi} f_2(E) \tag{2.6}$$

La partie réelle de l'indice $(1 - \delta)$ est très légèrement inférieure à l'unité ($\delta << 1$), ce qui veut dire que la réfraction est très faible et agit différemment du cas rencontré usuellement dans la traversée d'un dioptre par un rayonnement visible (pour un angle de rasance θ_i donné, l'angle réfractant dans le milieu θ_r est tel que $\theta_i > \theta_r$ alors que dans le visible $\theta_i < \theta_r$) et l'absorption du rayonnement, bien que faible, est non négligeable. Le coefficient d'absorption linéaire κ est défini par la relation $\kappa = 4\pi\beta/\lambda$.

La réflexion totale est un des moyens pour réfléchir les rayons X : ce phénomène se produit seulement pour des angles de rasance très petits ($\theta < \theta_c$, θ_c est appelé l'angle critique). D'après la loi de Snell-Descartes, à l'interface entre deux milieux n_1 et n_2 (figure 8) :

$$n_1.sin\ \alpha_1 = n_2.sin\ \alpha_2 \tag{2.7}$$

avec α_1 l'angle d'incidence et α_2 l'angle de réfraction.
Si on travaille avec les angles en rasance tels que $\theta_1 = \frac{\pi}{2} - \alpha_1$ et $\theta_2 = \frac{\pi}{2} - \alpha_2$, la relation 2.7 devient :

$$n_1.cos\ \theta_1 = n_2.cos\ \theta_2 \tag{2.8}$$

De plus, si $n_1 = 1$ (indice du vide) et si $n_2 = n$ et qu'on se situe à la réflexion totale ($\theta_2 = 0$), on trouve alors un angle critique θ_c tel que :

$$cos\ \theta_c = n \tag{2.9}$$

L'angle critique θ_c vaut dans l'approximation des matériaux faiblement absorbants ($\beta \to 0$ et donc n = 1 - δ) :

$$\theta_c = arcos\ (1 - \delta) \tag{2.10}$$

qui devient pour $\delta << 1$ et après un développement limité de arcos (1 - δ) à l'ordre 1 :

$$\theta_c \approx \sqrt{2\delta} \tag{2.11}$$

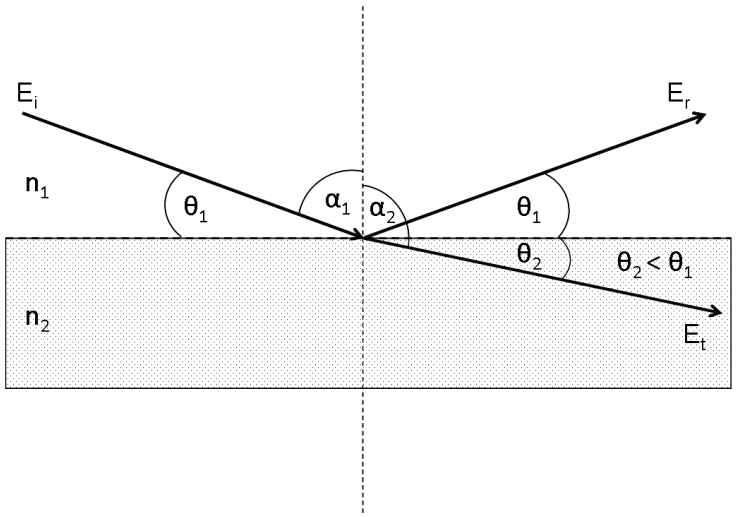


FIGURE 8 – *Représentation de la réflexion et de la transmission d'une onde électromagnétique à l'interface entre deux milieux d'indices n_1 et n_2 ($n_1 > n_2$).*

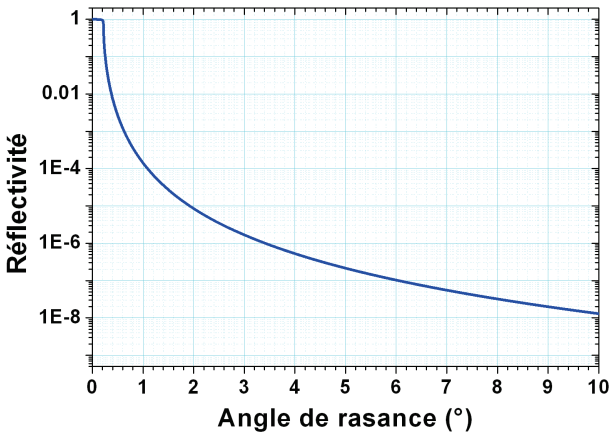


FIGURE 9 – *Réflectivité théorique d'un substrat nu de silice (SiO_2) de rugosité nulle (cas idéal) en fonction de l'angle de rasance, à l'énergie $E = 8{,}048$ keV.*

Lorsque θ augmente et dépasse l'angle critique, une partie du faisceau X pénètre dans l'échantillon et s'il n'y a pas de phénomènes d'interférence dans l'échantillon, l'intensité réfléchie décroît rapidement (cas d'un substrat nu, figure 9).

La description du phénomène de réflexion-réfraction d'une onde électromagnétique à une interface parfaite entre deux milieux d'indices complexes n_1 et n_2 (avec $Re(n_1) > Re(n_2)$) (figure 8) peut être déterminée à partir des coefficients de Fresnel [14]. On définit le coefficient de réflexion en amplitude f et le coefficient de transmission en amplitude t en utilisant les relations de continuité à l'interface des composantes tangentielles des champs électrique et magnétique associés à l'onde considérée :

$$f = \frac{E_r}{E_i} \tag{2.12}$$

$$t = \frac{E_t}{E_i} \tag{2.13}$$

avec E_i, E_r et E_t, les amplitudes associées respectivement au champ électrique incident, réfléchi et transmis (figure 8).

Suivant la polarisation du rayonnement incident (σ pour perpendiculaire et π pour parallèle, au plan d'incidence), les coefficients sont définis comme suit :

- Coefficients de Fresnel en réflexion :

$$f_\sigma = \frac{n_1.sin\theta_1 - n_2.sin\theta_2}{n_1.sin\theta_1 + n_2.sin\theta_2} \tag{2.14}$$

$$f_\pi = \frac{n_1.sin\theta_2 - n_2.sin\theta_1}{n_1.sin\theta_2 + n_2.sin\theta_1} \tag{2.15}$$

- Coefficients de Fresnel en transmission :

$$t_\sigma = \frac{2n_1.sin\theta_1}{n_1.sin\theta_1 + n_2.sin\theta_2} \tag{2.16}$$

$$t_\pi = \frac{2n_1.sin\theta_2}{n_1.sin\theta_2 + n_2.sin\theta_1} \tag{2.17}$$

Les intensités en réflexion (R) et en transmission (T) sont alors définies comme suit :

$$R = |f|^2 \tag{2.18}$$

$$T = \frac{n_2.sin\theta_2}{n_1.sin\theta_1}|t|^2 \tag{2.19}$$

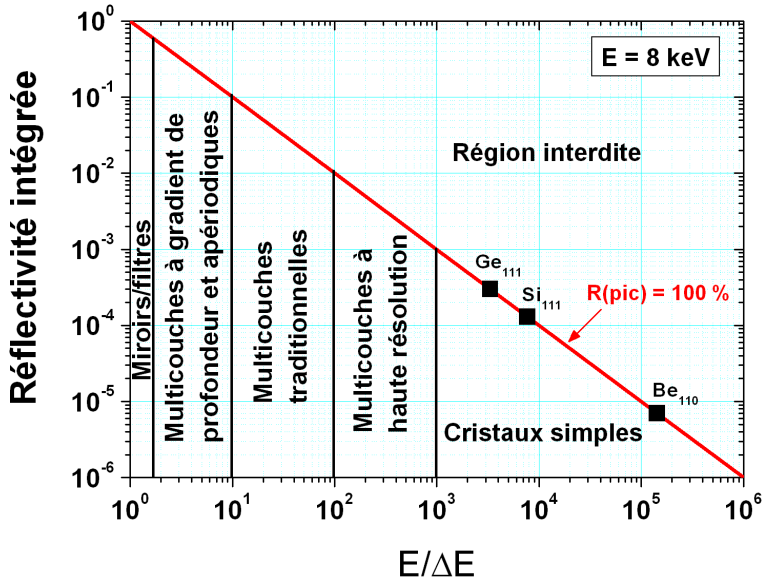


FIGURE *10 – Classification des optiques X en terme de résolution spectrale. L'exemple présenté ici correspond à E = 8 keV (0,154 nm).*

2.2 Les composants optiques pour la spectrométrie X

Je présenterai dans cette section les différents composants utilisés en spectrométrie X. Le choix des composants dépendra principalement du domaine spectral et de la résolution spectrale de type E/ΔE que l'on souhaite obtenir (figure 10).

2.2.1 Les composants dispersifs

La spectrométrie X peut être réalisée en utilisant la diffraction du rayonnement X par un système périodique. Le système périodique peut être soit un cristal, soit un réseau. Le choix du système dispersif dépendra de la résolution que l'on souhaite atteindre.

2.2.1.1 Les cristaux

Les cristaux naturels furent les premiers miroirs utilisés en réflexion pour les rayons X [15]. Ce sont des structures idéales avec leurs plans atomiques structurés périodiquement. Un cristal a la même fonction dans le domaine X que le réseau de diffraction dans le domaine visible ou X-UV. Les cristaux peuvent être utilisés soit en réflexion soit en transmission. Dans le premier cas, on parle de diffraction de Bragg, dans le second cas, c'est la diffraction de Laue. De manière générale, on utilise principalement la diffraction de

Bragg dans le diagnostic des plasmas créés par laser. La relation entre la longueur d'onde du champ incident λ et la distance inter-réticulaire du plan cristallin d de la structure (figure 11) suit la loi de Bragg, énoncée comme suit :

$$2.d.sin(\theta) = m.\lambda \tag{2.20}$$

où θ est l'angle de rasance, appelé « angle de Bragg » et m l'ordre de diffraction (nombre entier).

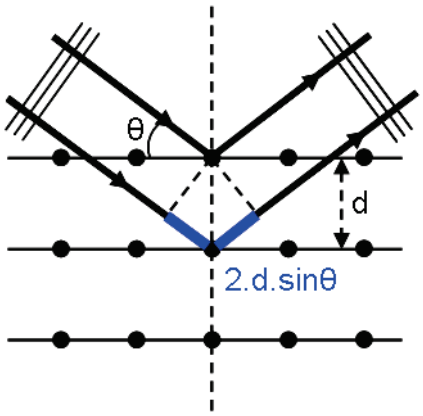


FIGURE *11 – Schéma de principe de la diffraction de Bragg dans un cristal.*

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 peut s'avérer être un élément limitatif en terme d'utilisation. En effet, pour des valeurs de $2d > 2{,}6$ nm, il est difficile de trouver des cristaux à la fois avec une bonne résistance thermique et de bonne qualité. On utilise alors des phtalates, du type biphtalate de potassium (KHP) ou des acides phtaliques, par exemple de potassium (KAP). En utilisant la loi de Bragg, on voit qu'on peut atteindre une longueur d'onde maximum λ_{max} (i.e. énergie minimum E_{min}) qui correspond à l'incidence normale ($\theta = 90°$). Le diagramme de Dumond (figure 12) montre que l'utilisation des cristaux se limite aux énergies supérieures à 450 eV.

De manière générale, le choix d'un cristal s'effectuera selon les critères suivants :
- le domaine spectral à étudier,
- la résolution spectrale souhaitée,
- la robustesse du cristal (résistance au flux),
- la tenue mécanique du cristal,
- la stabilité thermique du cristal.

Les cristaux les plus utilisés en spectrométrie des plasmas sont présentés dans le tableau 2.1.

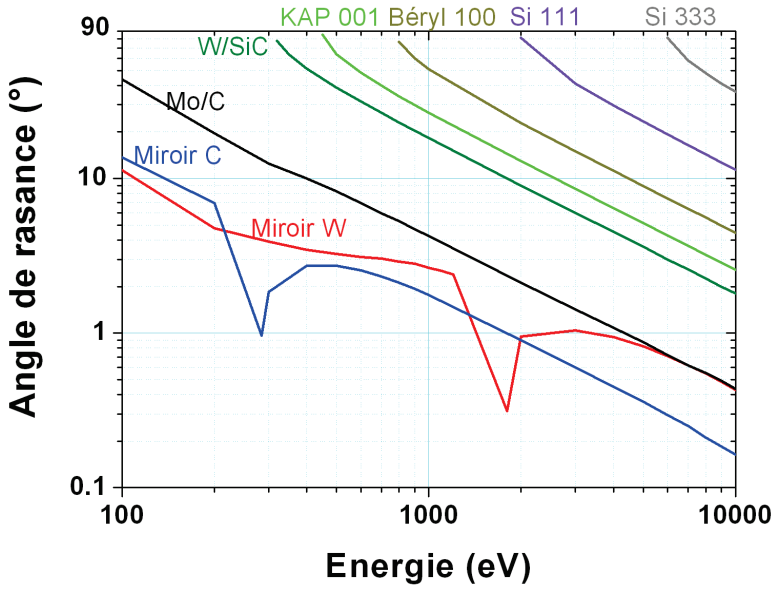


FIGURE 12 – *Diagramme de Dumond : comparaison des angles d'utilisation suivant l'énergie pour les miroirs, les miroirs multicouches et les cristaux.*

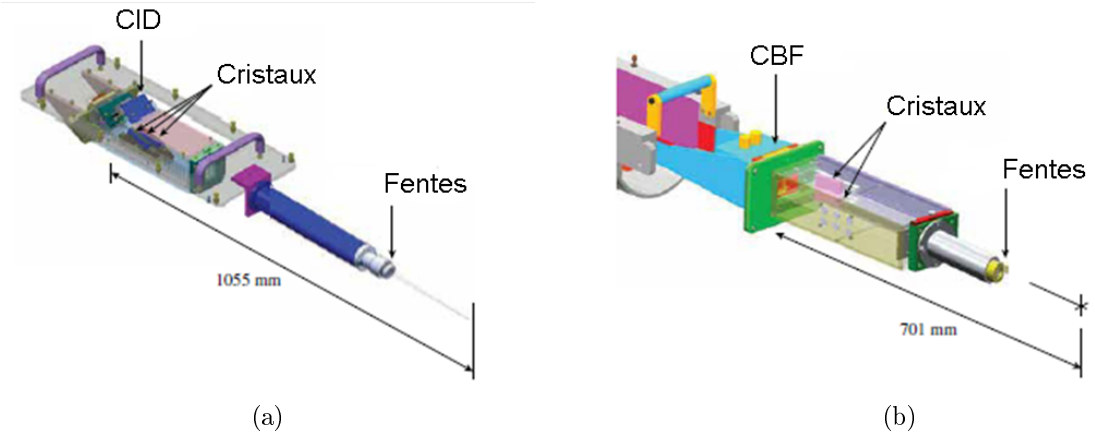
Cristal	Indices de Miller	2d (nm)	Formule chimique	Domaine spectral (eV)	Résolution spectrale maximum E/ΔE
Quartz	(502) (200) (100)	0,162 0,425 0,669	SiO2	8000 – 87000 3000 – 33500 1950 – 21300	~ 250 000 ~ 33 000 ~ 23 000
Germanium	(220) (111)	0,400 0,653	Ge	3250 – 35550 2000 – 21800	~ 9000 ~ 3000
Silicium	(111)	0,627	Si	2050 – 22700	~ 7000
Antimoniure d'Indium	(111)	0,75	InSb	1700 – 19000	~ 2000
PET	(002)	0,874	$C(CH_2OH)_4$	1500 – 16300	~ 8000
Béryl	(100)	1,595	$3BeO, Al_2O_3, 6SiO_2$	800 – 8900	~ 3000
Acide phtalique de thallium	(001)	2,590	$TlHC_8H_4O_4$	500 – 5500	~ 500
Acide phtalique de rubidium	(001)	2,612	$RbHC_8H_4O_4$	500 – 5500	~ 1000
Acide phtalique de potassium	(001)	2,663	$KHC_8H_4O_4$	490 - 5350	~ 1500

TABLE 2.1 – *Paramètres de quelques cristaux utilisés comme éléments dispersifs dans les spectromètres X (données extraites de [16]).*

Dans le tableau 2.1, les limites de domaine spectral sont définies par la gamme angulaire, au moins sur le bord à haute énergie. Plusieurs géométries de cristaux sont présents dans les dispositifs dispersifs [17] :

- cristal plan : montage le plus simple à réaliser, présent surtout sur les monochromateurs ;
- cristal courbe concave : système focalisant d'étendue spectrale faible mais de grande luminosité ;
- cristal courbe convexe : système de large domaine spectral mais de luminosité faible, très utile pour l'étude de sources ponctuelles brillantes ;
- autres : cylindriques [18] [19], toriques [20], elliptiques [21], courbe variable [22].

Pour les cristaux utilisés en transmission, différentes géométries existent. On peut citer les plus connues telles que la géométrie de Cauchois [23] ou la géométrie de DuMont. Concernant les cristaux en réflexion, on peut citer les cristaux courbes de type Johann [24], la géométrie Johansson [25] ou encore celle de Von Hamos [18]. Divers diagnostics ont été conçus par le CEA en utilisant des cristaux, la liste est longue et non-exhaustive mais nous pouvons citer les principaux, qui sont les DP 1.12.1 et 1.12.2 [26] sur l'ancienne ligne laser prototype du LMJ appelée LIL (Ligne Intégration Laser) à Bordeaux ou encore les deux XCCS (X-ray Cea Crystal Spectrometers) sur l'installation OMEGA à Rochester [27]. Le premier est XCCS-CID, composé de trois voies de mesure avec une fente, un bouclier de protection, des filtres et un cristal cylindrique (figure 13a). La détection est assurée par une CID (*Charge Injection Device*). Le deuxième spectromètre est XCCS-FC (figure 13b), composé de quatre voies avec une fente, des filtres, un cristal cylindrique et une caméra à balayage de fente (CBF). Avec ces spectromètres, on peut étudier le domaine 1,5 keV – 15 keV.

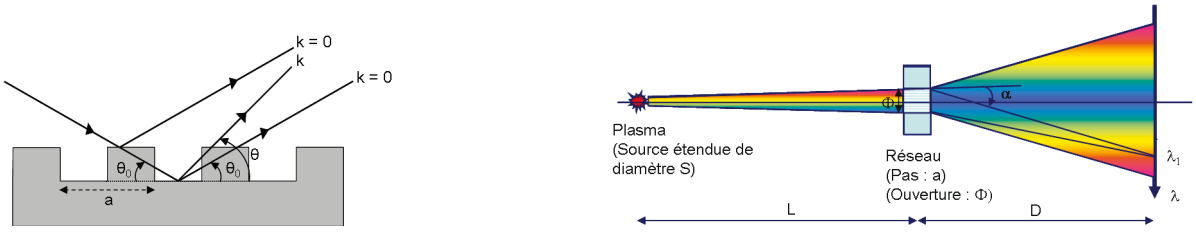


(a) (b)

FIGURE *13 – Représentation CAO des spectromètres (a) XCCS-CID et (b) XCCS-FC, installés sur l'installation laser OMEGA à Rochester (Images extraites de [27]).*

2.2.1.2 Les réseaux

Entre 100 eV et 1500 eV, le spectre peut être analysé en utilisant des réseaux optiques, soit par réflexion (figure 14a), soit par transmission (figure 14b).



(a) (b)

FIGURE *14 – Schéma de principe du fonctionnement d'un réseau (a) en réflexion et (b) en transmission.*

Pour un réseau en réflexion, la loi des réseaux se définit comme suit : pour un angle de rasance incident θ_0 donné, les angles θ correspondant à un maximum de lumière (les interférences entre les ondes issues de deux motifs successifs sont constructives) sont donnés par la relation :

$$a.(cos\ \theta_k - cos\ \theta_0) = k.\lambda \tag{2.21}$$

avec a le pas du réseau et k l'ordre de diffraction du réseau.
Pour un réseau en transmission, on utilisera plutôt les angles par rapport au plan d'incidence, donc on parlera d'angle incident $\alpha_0\Big(=\frac{\pi}{2}-\theta_0\Big)$, la formule 2.21 devient :

$$a.(sin\ \alpha_k - sin\ \alpha_0) = k.\lambda \tag{2.22}$$

Étant donné qu'un réseau en transmission fonctionne la plupart du temps en incidence normale, la formule 2.22 devient :

$$a.sin\ \alpha_k = k.\lambda \tag{2.23}$$

Le réseau en transmission fournit un spectre dispersé en λ en sortie du réseau même si le faisceau incident est collimaté. Sa résolution intrinsèque est $\frac{E}{\Delta E}=\frac{\Phi}{a}$ mais en réalité elle est limitée par le facteur géométrique $\Delta\lambda$ (figure 14b) défini comme suit :

$$\Delta\lambda = \frac{a}{k}\Big(\frac{S+\Phi}{L}+\frac{\Phi}{D}\Big)\ (avec\ \Delta\lambda\ =\ \lambda.\frac{\Delta E}{E}) \tag{2.24}$$

avec :

– a le pas du réseau,

- k l'ordre de diffraction,
- S la taille de la source,
- Φ l'ouverture,
- L la distance source-réseau,
- D la distance réseau-détecteur.

Les premiers dispositifs utilisaient une fente, un réseau en transmission et un système de détection (film ou caméra) [28] [29]. Un exemple de spectromètre utilisant un réseau en transmission (ouverture $\Phi = 150$ µm et pas $a = 0{,}3$ µm) et une caméra à balayage de fente (CBF) est présenté sur la figure 15. Les rayons X provenant de la source passent au travers de la fente de 150 µm de hauteur et après le passage à travers le réseau sont dispersés spectralement sur la photocathode (composée de 10 nm d'or sur un substrat de polypropylène d'épaisseur 1,5 µm) de la CBF. Les distances Source-Réseau et Réseau-CBF sont L = 108 cm et D = 110 cm, respectivement. Si on suppose la source S = 400 µm alors la résolution $\Delta\lambda$ est telle que :

$$\Delta\lambda = \frac{0,3}{k}\left(\frac{400+150}{108.10^4} + \frac{150}{110.10^4}\right) \tag{2.25}$$

$$\Rightarrow \Delta\lambda \approx 0,19\ nm \tag{2.26}$$

La résolution est dépendante de la taille de la source, en effet pour une source S quatre fois plus petite (S = 100 µm) alors $\Delta\lambda \approx 0{,}11$ nm.

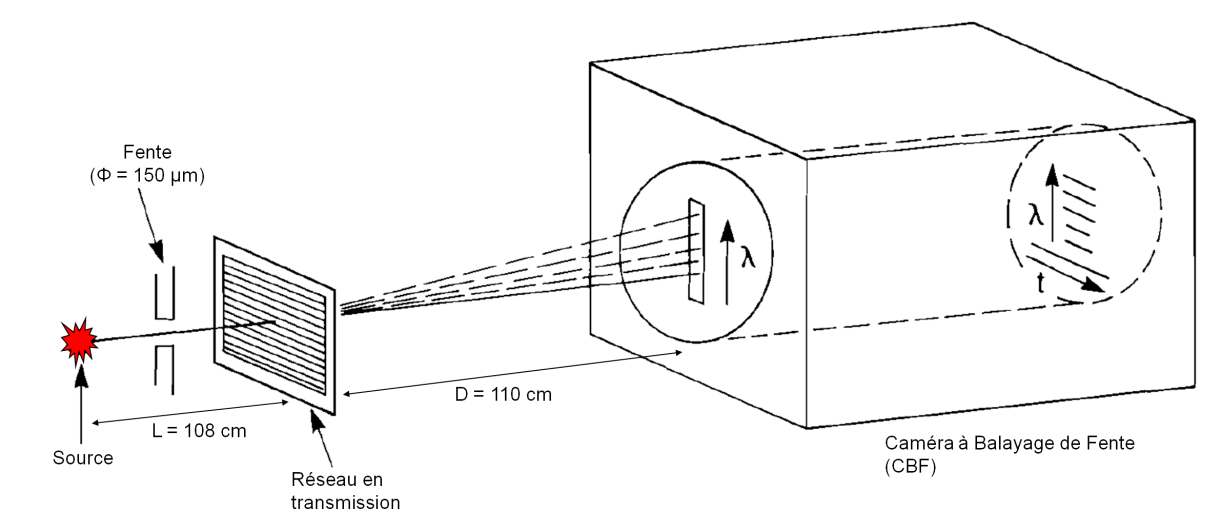


FIGURE *15 – Spectromètre X-mous à réseau en transmission, résolu en temps (d'après la référence [29]).*

Plusieurs spectromètres utilisant ces procédés ont été développés par le CEA sur le centre de Limeil-Valenton (fermé en 1999) : tout d'abord, SPARTUVIX (SPectrographe

À Réseau en Transmission dans le domaine des UV-X) [30] et SPARTUVIX II [31]. Dans ce type de diagnostic, on associait un miroir X sphérique, un réseau en transmission et une caméra à balayage de fente. L'image 1D du plasma se formait sur la fente d'entrée de la caméra à balayage de fente, dont la réponse impulsionnelle était de 30 ps et sa plage d'analyse allait de 10 à 90 nm par pas de 10 nm. La deuxième version du SPARTUVIX remplaçait la caméra à balayage de fente par une caméra à image intégrale. Un troisième spectromètre SMART (Spectrographe X-Mous À Réseau en Transmission) [32] fut aussi conçu pour observer la distribution spectrale du plasma dans le domaine X-UV (40 eV – 1 keV). Plus récemment, le spectromètre DMX-LIL avait la possibilité de réaliser de la spectrométrie à haute résolution intégrée en temps en utilisant deux réseaux en transmission (croisés l'un par rapport à l'autre) et l'acquisition était obtenue soit avec une CCD (*Charge Coupled Device*), soit avec un film X. L'utilisation simultanée de deux réseaux différents permettant de couvrir un plus large domaine spectral. Ci-dessous, est présentée la liste des 3 réseaux qui peuvent être montés par couple :

- 100 eV – 1,5 keV avec un réseau 1000 traits/mm.
- 150 eV – 2 keV avec un réseau 2000 traits/mm.
- 500 eV – 5 keV avec un réseau 5000 traits/mm.

Les réseaux en réflexion sont souvent utilisés en incidence rasante car il est difficile de les utiliser en incidence normale puisque le coefficient de réflexion est très faible (de l'ordre de 10^{-4}). Concernant le futur, le diagnostic compagnon du DMX-LMJ possédera un réseau en réflexion permettant le même type de mesure.

2.2.2 Les filtres en transmission

Pour des analyses où il n'est pas nécessaire d'obtenir une haute résolution, il est usuel d'utiliser des moyens d'analyse dits non dispersifs et qui permettent de mesurer une répartition spectrale dans une large bande telle que le domaine X. L'analyse des plasmas chauds nécessite des mesures spectrales dans le domaine des rayons X durs (énergies supérieures au keV), ce type d'analyse fait partie du contexte de travail de cette thèse. Les méthodes non dispersives sont basées sur l'interaction du rayonnement X avec la matière telle que l'absorption photoélectrique ou la fluorescence.

2.2.2.1 Les filtres

Dans le domaine des rayons X entre 1 et 100 keV, le phénomène dominant l'interaction du rayonnement avec la matière est l'absorption photoélectrique, qui se traduit par des discontinuités à des énergies caractéristiques du matériau utilisé. Ce phénomène suit la loi d'atténuation du rayonnement dans un matériau (loi de Beer-Lambert [33] [34])

(figure 16) : l'intensité I du rayonnement transmis à travers un filtre d'un matériau homogène de densité ρ (en g/cm^3) et d'épaisseur x (en cm) s'écrit :

$$I = I_0.exp[-\mu(E).\rho.x] \tag{2.27}$$

avec I_0 l'intensité incidente et $\mu(E)$ le coefficient spectral d'atténuation massique (en cm^2/g).

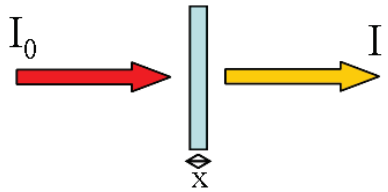
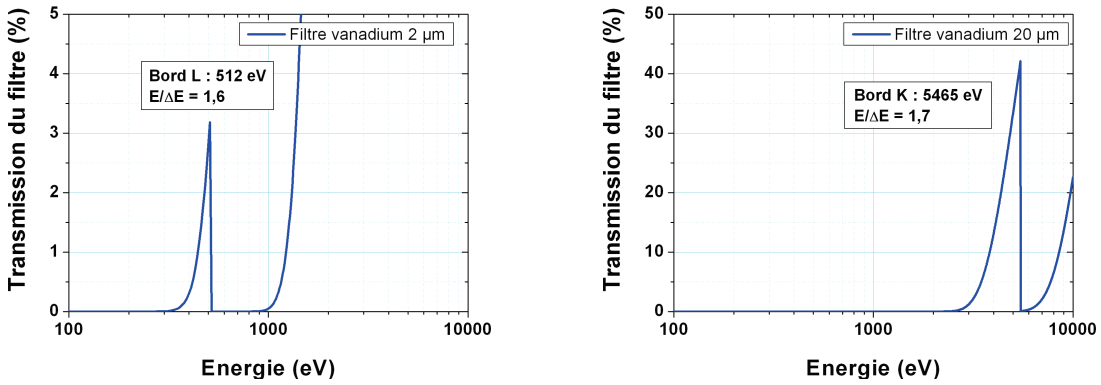


FIGURE *16 – Schéma de principe de l'atténuation de l'intensité d'un rayonnement I_0 au passage à travers un filtre d'épaisseur x.*

La figure 17 présente un exemple de la fonction de transfert (I/I$_0$) d'un filtre de vanadium d'épaisseur 2 µm (figure 17a) et 20 µm (figure 17b), respectivement. Elle fait apparaître les valeurs des seuils K et L du vanadium.



(a) (b)

FIGURE *17 – Transmission théorique d'un filtre de (a) 2* µm *et (b) 20* µm *de vanadium, à 90° d'incidence (obtenues avec IMD [35]).*

Le choix de l'épaisseur du filtre dépend des énergies auxquelles on travaille et des caractéristiques recherchées. Le paramètre limitatif concerne les filtres très fins, qui sont souvent très fragiles et s'abîment vite. L'épaisseur minimum dépend des matériaux, sachant que la limite est de l'ordre du micromètre, en dessous l'utilisation devient critique.

Élément		Énergie des seuils d'absorption (eV)	
		Seuil K	Seuil L_3
Béryllium	Be	111,5	-
Carbone	C	284,2	-
Aluminium	Al	1559,6	72,5
Titane	Ti	4966	453,8
Vanadium	V	5465	512,1
Chrome	Cr	5989	574,1
Manganèse	Mn	6539	638,7
Fer	Fe	7112	706,8
Cobalt	Co	7709	778,1
Nickel	Ni	8333	852,7
Cuivre	Cu	8979	932,7
Zinc	Zn	9659	1021,8
Molybdène	Mo	20000	2520
Argent	Ag	25514	3351
Gadolinium	Gd	50239	7243
Tantale	Ta	67416	9881
Tungstène	W	69525	10207
Or	Au	80725	11919

TABLE *2.2 – Liste des principaux matériaux utilisés en filtration avec leurs seuils principaux K et L_3 (valeurs extraites de [16]).*

Une liste des principaux matériaux utilisés en général en filtration, avec leurs seuils d'absorption K et L, est présentée dans le tableau 2.2. Les filtres sont des filtres passe-haut naturels, principalement utilisés pour supprimer les signaux à basse énergie. Autrement dit, ils permettent de laisser passer les énergies plus élevées que les seuils.

2.2.2.2 Les filtres de Ross

Une autre méthode de filtration a été imaginée par P.A. Ross en 1928 [36] et porte le nom de méthode des filtres de Ross (figure 18). Le principe est le suivant : une bande d'énergie est analysée en utilisant deux voies de mesure, chacune étant constituée d'un filtre et d'un détecteur. Les deux détecteurs ont des sensibilités spectrales identiques et les filtres ont des seuils d'absorption K tels qu'ils définissent la largeur de la bande spectrale analysée. Les épaisseurs des filtres F1 et F2 sont choisies de manière à obtenir la même transmission dans la région spectrale extérieure à cette bande (figure 19a). Ainsi, la différence des signaux enregistrés sur les deux voies est significative de l'énergie contenue dans la bande spectrale analysée (figure 19b).

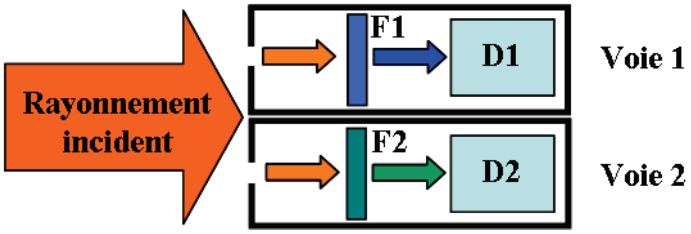
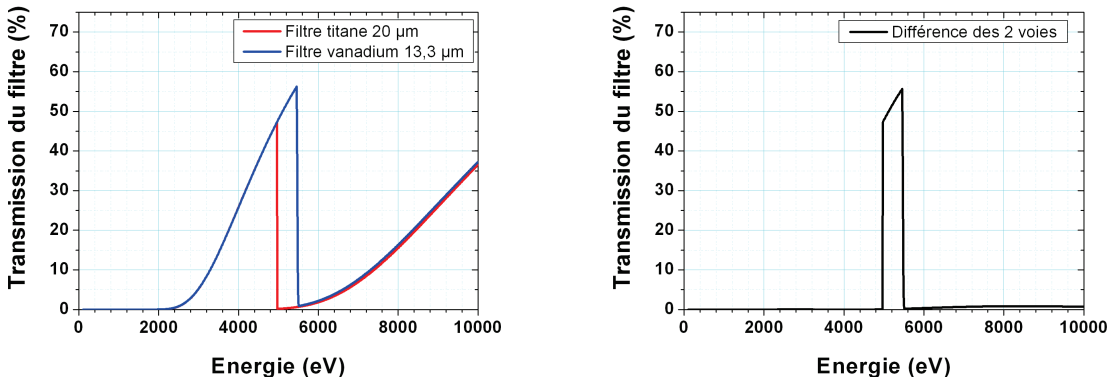


FIGURE *18 – Schéma de principe de la méthode des filtres de Ross.*

La méthode de Ross présente cependant quelques inconvénients :
- elle nécessite de doubler le nombre de voies de mesure ;
- l'équilibrage des filtres (i.e. la maîtrise des épaisseurs afin que les transmissions des deux filtres se recoupent) est assez délicat car cela demande une grande précision sur chaque filtre ;
- le choix des matériaux est limité (en général de numéro atomique Z consécutifs).

2.2.3 Les matériaux fluorescents

Au lieu d'utiliser les propriétés de transmission des matériaux, on peut s'intéresser au rayonnement de fluorescence, engendré par les photons absorbés par le matériau. Dans ce cas là, le matériau sert de cible de fluorescence. Tout photon du spectre incident d'énergie au moins supérieure à celle du seuil d'absorption (K, L ou M) a une probabilité de donner naissance à un photon de fluorescence (figure 20). Cette probabilité décroît quand l'énergie



(a) (b)

FIGURE *19 – Principe de fonctionnement de la méthode des filtres de Ross. Simulations de (a) la bande passante de chaque voie de mesure et de (b) la différence des deux signaux avec l'utilisation de ces deux voies de mesure.*

des photons augmente. La cible de fluorescence agit donc comme un filtre passe-bande. Comme nous l'avons évoqué précédemment, dans les transitions lié-lié, il peut se produire soit une désexcitation radiative (fluorescence), soit une désexcitation non radiative (émission d'électron d'Auger). Ainsi, on peut définir un rendement de fluorescence qui correspond à la probabilité d'obtenir le processus de fluorescence. La figure 21 présente le rendement de fluorescence [16] [37] [38] [39] pour les éléments chimiques au numéro atomique Z suivants : $3 \leq Z \leq 110$.

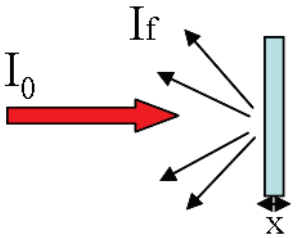


FIGURE *20 – Schéma de principe de la fluorescence.*

Cependant, la fluorescence présente un inconvénient lié au fait que c'est un phénomène non directif, qui donne donc généralement un signal faible qu'il faut extraire du courant d'obscurité (« bruit de fond ») du détecteur. La spectrométrie par fluorescence a été développée par le CEA pour l'ancien laser Phébus avec le diagnostic TRANSFLUIX [40]. Ce diagnostic sera présenté plus en détails dans le paragraphe 2.3. Les méthodes utilisant les matériaux fluorescents sont réservées aux énergies > 10 keV car en dessous la sensibilité

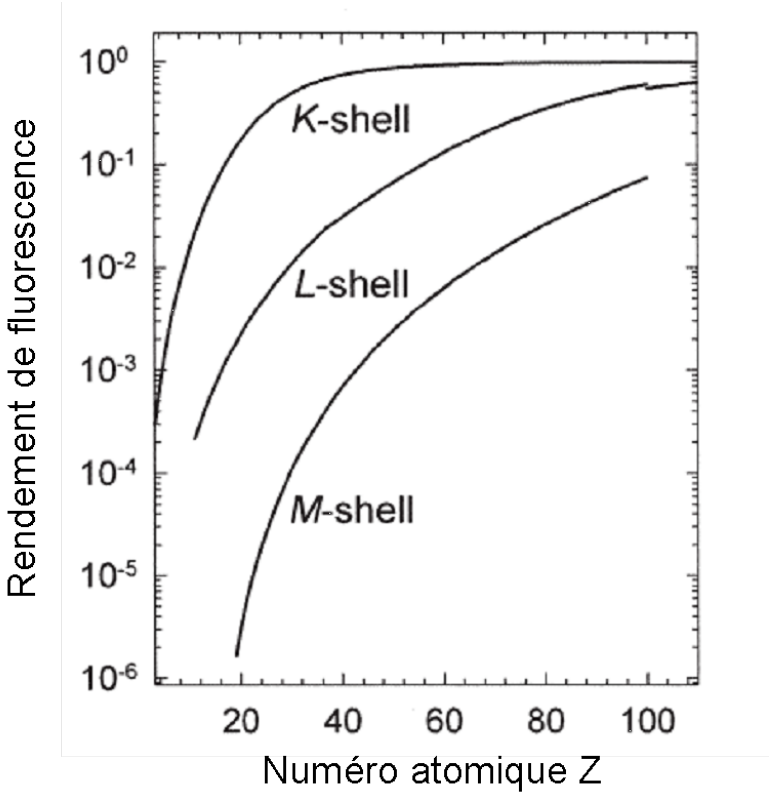


FIGURE *21 – Rendement de fluorescence pour les couches K, L et M pour* $3 \leq Z \leq 110$. *Les courbes concernant les couches L et M sont les moyennes concernant l'ensemble des sous-couches (extrait de [16]).*

d'une voie de mesure est trop faible. Elles permettent d'obtenir un diagnostic avec un pouvoir de résolution correct mais avec une faible sensibilité.

2.2.4 Les miroirs sous incidence rasante

Afin de réfléchir dans le domaine X, en général on utilise des miroirs en incidence très rasante. Je présenterai dans ce paragraphe les deux méthodes d'utilisation.

2.2.4.1 Les miroirs en couche mince

La première méthode consiste à utiliser des miroirs en couche mince (ou appelé aussi à « monocouche ») et exploiter le phénomène de la réflexion totale, caractérisé par l'angle critique θ_c présenté précédemment (cf. paragraphe 2.1), en dessous duquel le rayonnement incident est totalement réfléchi. Pour rappel :

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} \tag{2.28}$$

Pour les rayons X, la théorie électromagnétique appliquée à un modèle d'atome classique permet d'écrire, en supposant l'absorption comme négligeable :

$$\delta = \frac{N.r_e.\rho.\lambda^2.Z}{2\pi.M} \tag{2.29}$$

- r_e : rayon classique de l'électron (= 2,82.10^{-15} cm),
- N : nombre d'Avogadro (= 6,022.10^{23} mol^{-1}),
- Z : nombre d'électrons par molécule,
- M : masse molaire atomique (en g/mol),
- ρ : densité du matériau (en g/cm^3),
- λ : longueur d'onde (en cm), reliée à l'énergie E par la relation 2.1.

Comme le rapport $\frac{Z}{M}$ est toujours proche de 0,45 pour quasiment tous les éléments [41], les formules 2.28 et 2.29 conduisent à :

$$\theta_c \approx 1,6.10^{5}.\sqrt{\rho.\lambda^2} \tag{2.30}$$

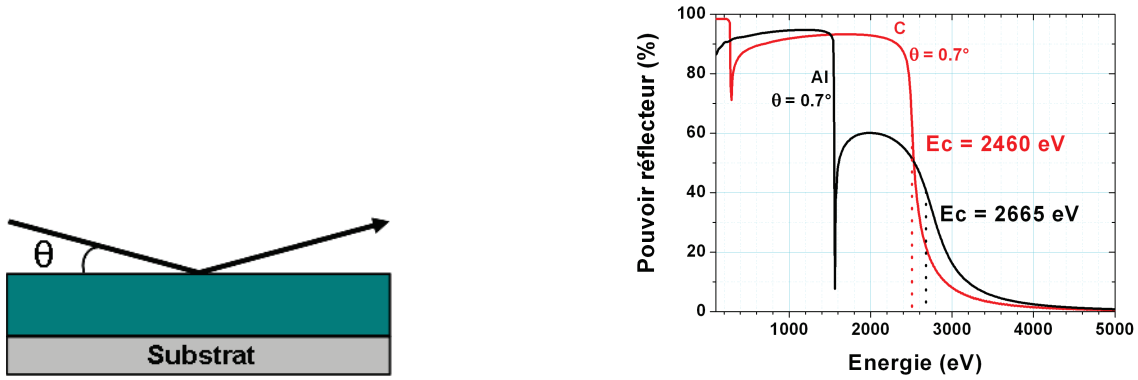
$$\Rightarrow \theta_c \approx 1,6.10^{-2}.\lambda.\sqrt{\rho}\ (avec\ \lambda\ en\ nm) \tag{2.31}$$

$$\Rightarrow \theta_c \approx 1,6.10^{-2}.\frac{1240}{E}.\sqrt{\rho} \tag{2.32}$$

$$\Rightarrow E \approx 19,84.\frac{\sqrt{\rho}}{\theta_c} \tag{2.33}$$

avec E en eV, ρ en g/cm^3 et θ_c en radian.

Il existe alors une valeur seuil de l'énergie (E_c) au dessus de laquelle la réflectivité décroît rapidement (figure 22). Cette énergie de coupure dépend de la densité ρ et de



(a) (b)

FIGURE *22 – Représentation (a) d'un miroir carbone monocouche et (b) de sa courbe de réflectivité en fonction de l'énergie à l'angle de rasance $\theta = 0{,}7°$ (comparée avec celle d'un miroir monocouche en aluminium). L'énergie de coupure E_c est obtenue par la formule 2.34 (courbes obtenues avec IMD).*

l'angle de rasance θ (formule 2.34). Avec ce type de miroir, une énergie de coupure judicieusement choisie permet d'éliminer la composante parasite transmise par un filtre. Par exemple, avec un miroir monocouche de carbone utilisé à un angle de rasance de 1,1°, on supprime la partie transmise par un filtre Al d'épaisseur de 10 µm au-delà de 2,4 keV (figure 23).

$$E_c \approx 19,84.\frac{\sqrt{\rho}}{\theta} \tag{2.34}$$

2.2.4.2 Les miroirs multicouches

La deuxième méthode pour réfléchir le rayonnement X consiste à utiliser des miroirs multicouches. Un miroir multicouche est la superposition de deux couches minces d'épaisseurs nanométriques et généralement répétées périodiquement (cas des miroirs multicouches périodiques).

2.2.4.2.1 Historique des miroirs multicouches

Dans la littérature, les premières études d'empilements multicouches datent des années 1923 [42] et 1930 [43]. H. Koeppe puis W. Deubner tentèrent un dépôt électrolytique de Cd/Ag et Au/Ag, respectivement, mais ce fut un échec. La première réussite d'un dépôt multicouche fut obtenue par J. Dumond et J. P. Youtz en 1935 [44] [45], avec un empilement de Au/Cu préparé par évaporation thermique. L'interdiffusion entre les

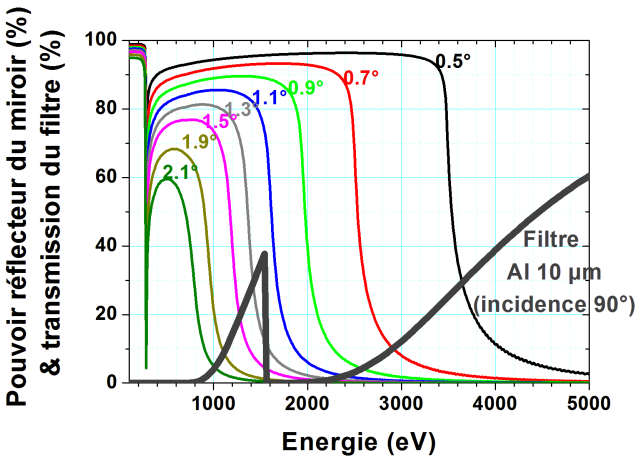


FIGURE *23 – Représentation de la coupure de la transmission des hautes énergies d'un filtre d'aluminium de 10* µm *d'épaisseur suivant le choix de l'angle de rasance d'un miroir carbone monocouche (courbes obtenues avec IMD).*

deux matériaux était telle que la structure ne resta stable que quelques semaines. À la fin des années 40, F. Abelès étudia la propagation des ondes électromagnétiques dans les multicouches et proposa une méthode matricielle afin de calculer la réflectivité théorique d'empilements multicouches [46] [47]. En 1950, A. F. Turner réalisa des miroirs multicouches en Al/MgF_2 pour des applications dans le domaine visible-infrarouge [48]. Dans les années 60, J. B. Dinklage réalisa des multicouches en Fe/Mg, Au/Mg et Pb/Mg par évaporation thermique avec des périodes comprises entre 3 et 5 nm [49]. On pouvait déjà noter l'alternance de métaux lourds et légers. En 1966, A.F. Turner et P. W. Baumeister développèrent des miroirs avec des empilements multidiélectriques afin d'élargir la réflectivité sur une large bande passante dans les domaines ultraviolet, visible et infrarouge [50]. Puis en 1972, E. Spiller utilisa le concept d'utiliser les miroirs interférentiels multicouches pour réfléchir la lumière X-UV en incidence normale [51] [52]. Au milieu des années 70, A. V. Vinogradov *et al.* [53] montrèrent par le calcul les possibilités et performances que les miroirs multicouches pouvaient apporter. On voit apparaître les premières applications utilisant les miroirs multicouches dans les années 80, en microscopie X [54] [55] et pour le développement de lasers X [56] [57]. Un grand intérêt s'est ensuite développé pour des applications en astrophysique [58] avec les premières images du Soleil dans les rayons X-mous (λ = 4,4 nm) et l'imagerie des plasmas denses [59] [57]. Il était alors encore difficile d'atteindre des réflectivités élevées ($>$ 10 %), même si la théorie était bien comprise. Sous l'impulsion de T. W. Barbee [60], il a été pour la première fois possible d'atteindre des réflectivités expérimentales supérieures à 50 %, avec des multicouches en Mo/Si, sous incidence proche de la normale à la surface. Les progrès technologiques en

termes de dépôt ont permis par la suite de dépasser les 70 % de réflectivité. Depuis, les miroirs multicouches ont connu un développement croissant. Ce développement est en grande partie dû à l'amélioration des techniques de dépôt des couches minces ainsi qu'aux études et optimisations de nouvelles combinaisons de matériaux telles que, par exemple, Mo/Be, Cr/Sc, Mg/SiC et Al/Mo/SiC. De nos jours, l'intérêt des miroirs multicouches est grandissant et cela en grande partie par le développement des applications utilisant le rayonnement X qui nécessitent des miroirs à fort pouvoir réflecteur.

Le concept du miroir multicouche non-périodique fut pour la première fois proposé pour des expériences neutroniques, sous le nom de supermiroirs [61] [62]. L'idée était de recouvrir la surface interne des guides de neutrons d'un empilement multicouche afin de transporter par réflexion des faisceaux de neutrons sur une distance pouvant aller du mètre jusqu'à quelques dizaines de mètres. De telles structures sont des multicouches à gradient d'épaisseur en profondeur c'est-à-dire que des couches successives de la multicouche varient du substrat jusqu'à la surface. Ces structures permettent de réfléchir un faisceau incident polychromatique et donc une variation continue de la longueur d'onde de Bragg et ainsi d'obtenir un élargissement de la bande spectrale. Plus tard, la multicouche non-périodique a été utilisée pour des applications sur synchrotron [63], en astrophysique X [64] [65] [66], en imagerie X [67] [68] [69]. L'émergence de nouvelles applications dans le domaine XUV nécessite des progrès toujours plus importants sur la qualité des miroirs multicouches. Il y a un réel besoin concernant les multicouches avec une faible rugosité et des interfaces bien contrôlées pour la conception de composants complexes, tels que les multicouches à très courtes périodes [70] [71] [72], dépôts multicouches alternés [73], miroirs large-bandes EUV [74] et les miroirs à contrôle de phase pour les impulsions attosecondes [75], miroirs apériodiques large bandes pour des optiques X [76] [77] ou les diagnostics plasma [78] [79].

2.2.4.2.2 Principe des miroirs multicouches

Un miroir interférentiel multicouche reprend la structure des cristaux naturels, il est constitué d'un empilement généralement périodique (de période d) de deux matériaux de numéros atomiques différents (figure 24), dont l'un plus absorbant (d'épaisseur d_L) est dit « réflecteur » (souvent un élément métallique lourd, du type W ou Mo), et l'autre (d'épaisseur d_l) est dit « espaceur » (un élément léger du type Si ou C). Comme l'indice est proche de 1 dans le domaine des rayons X, une simple interface ne réfléchit qu'une petite fraction d'un faisceau de lumière incident. Le principe des miroirs multicouches est le suivant : une multicouche ayant un grand nombre d'interfaces pourra accroître de manière significative la réflectivité de l'empilement. À une longueur d'onde λ donnée, l'addition en phase des intensités réfléchies produit un pic maximum de réflectivité pour une période d donnée de l'empilement, à différents angles de rasance correspondant aux différents ordre m. Ces pics sont appelés « pics de Bragg ».

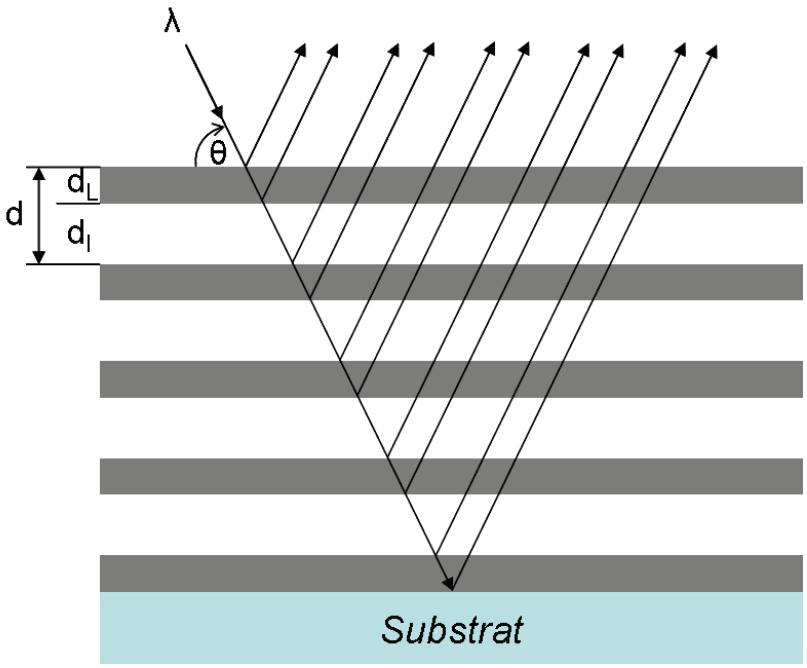


FIGURE 24 – *Représentation de l'interaction d'une onde électromagnétique incidente dans une structure multicouche périodique.*

Ce type de réflecteur fonctionne donc par interférences constructives. La loi de Bragg ne tient pas compte des effets de réfraction aux interfaces. En utilisant la loi de Snell-Descartes dans le calcul de la différence de chemin optique, l'onde résultante obéit à la loi de Bragg corrigée [80] :

$$2.d.sin(\theta)\sqrt{1-\frac{2\delta_{eff}}{sin^2(\theta)}} = m.\lambda \tag{2.35}$$

avec $\delta_{eff} = \gamma\delta_L + (1-\gamma)\delta_l$ où :

- $\gamma = d_L/d$ est appelé rapport cyclique (rapport de l'épaisseur du matériau lourd sur la période de l'empilement),
- δ_L est le δ du matériau lourd,
- δ_l est le δ du matériau léger.

La loi de Bragg corrigée permet de déterminer les conditions pour obtenir une interférence constructive mais ne donne aucune information sur l'intensité réfléchie par l'empilement. La réflectivité peut être calculée par différentes méthodes : matricielle [47] [81], intégro-différentielle [53] [82] ou itérative [83]. Tous ces modèles tiennent compte de l'absorption et de la dispersion du rayonnement dans le milieu considéré. Je ne présenterai que le formalisme de Parratt qui permet de simuler n'importe quel type de structure multicouche, périodique ou non-périodique.

Considérons une structure multicouche constituée de N paires de couches (figure 25). Chaque paire est composée d'un matériau considéré lourd d'épaisseur d_L et d'un matériau léger d'épaisseur d_l.

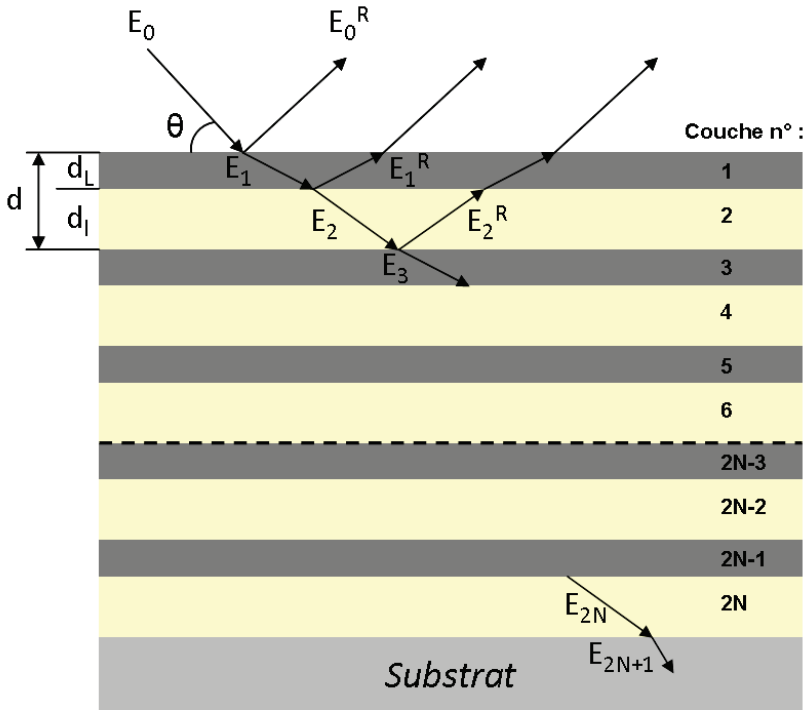


FIGURE *25 – Représentation de l'interaction d'une onde électromagnétique incidente dans les rayons X avec un empilement multicouche périodique (la réfraction à chaque interface a été volontairement exagérée).*

Parratt a défini une relation reliant les coefficients de réflexion à deux interfaces successives en utilisant les relations de continuité aux interfaces des composantes tangentielles des champs électrique et magnétique, associés à l'onde incidente considérée. La formule récursive obtenue (valable pour toute polarisation) associée aux interfaces (j_{-1}, j) et (j, j_{+1}) est :

$$r_{j-1,j} = a_{j-1}^4 \frac{r_{j,j+1} + f_{j-1,j}}{1 + (r_{j,j+1}).(f_{j-1,j})} \tag{2.36}$$

- $f_{j-1,j}$ correspond au coefficient de Fresnel de réflexion en amplitude (cf. paragraphe 2.1) à l'interface (j_{-1}, j).
- a_j, facteur d'amplitude j, correspond au déphasage du rayonnement par la couche j :

$$a_j = e^{-i\frac{\pi}{\lambda}.d_j.\sqrt{n_j^2 - n_0^2.cos^2\theta}} \tag{2.37}$$

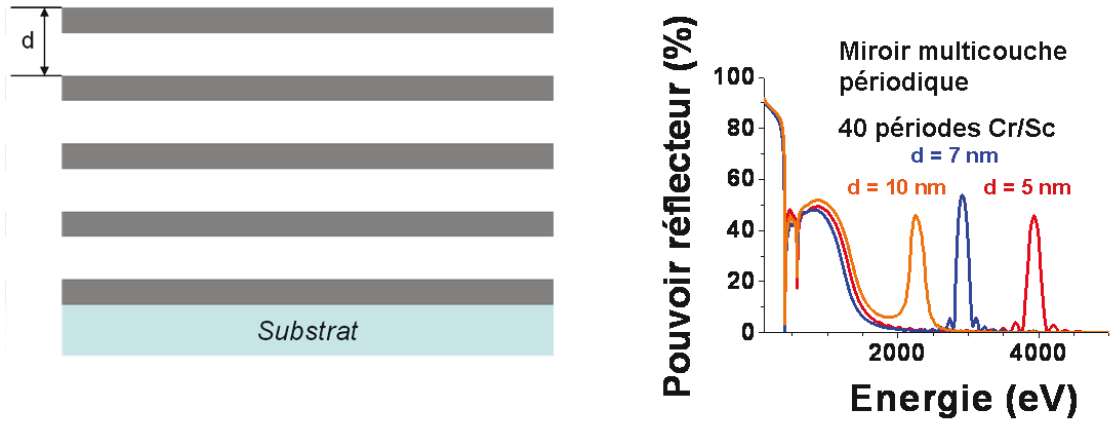
d_j correspond à l'épaisseur de la $j^{\text{ème}}$ couche et n_0 est l'indice du milieu extérieur (dans notre cas c'est le vide donc $n_0 = 1$). La formule est vraie pour toute polarisation de l'onde électromagnétique incidente. La récurrence démarre à partir d'un substrat épais ($r_{2N+2,2N+1} = 0$) et se termine au niveau de la couche de surface (couche n°1) avec $r_{0,1}$. La réflectivité R est obtenue par : $R = |r_{0,1}|^2$.
On peut utiliser soit la réflexion de Bragg monochromatique (figure 26a), qui permet d'obtenir des pics de Bragg caractéristiques intenses (par le choix de l'épaisseur et du nombre de périodes d'un miroir multicouche périodique), soit la réflexion de Bragg polychromatique (figures 26b et 26c), qui permet d'élargir la réflexion sur une plus large gamme d'énergie (par la réflexion large-bande d'un miroir multicouche à gradient d'épaisseur ou apériodique). Avec un miroir multicouche apériodique, on peut définir un gabarit particulier en terme de réflectivité du miroir, ce qui est d'un grand intérêt lorsqu'on souhaite concevoir un profil de réflectivité respectant une forme précise.

2.2.5 Les détecteurs

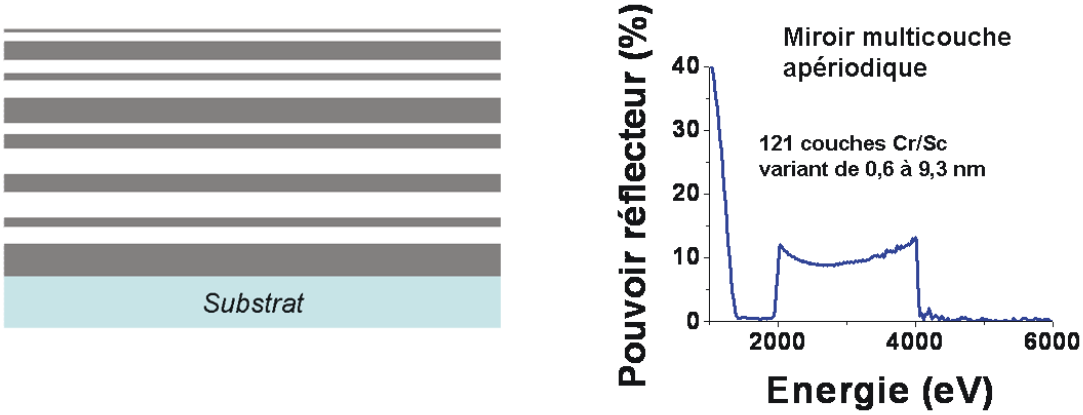
Pour ne détecter que des rayons X ou des ions, l'utilisation des détecteurs métalliques à seuil photoélectrique élevé ou des semi-conducteurs à bande interdite s'est généralisée : ce sont les diodes à vide et les détecteurs solides à semi-conducteurs.

2.2.5.1 Diodes à vide pour rayonnement X

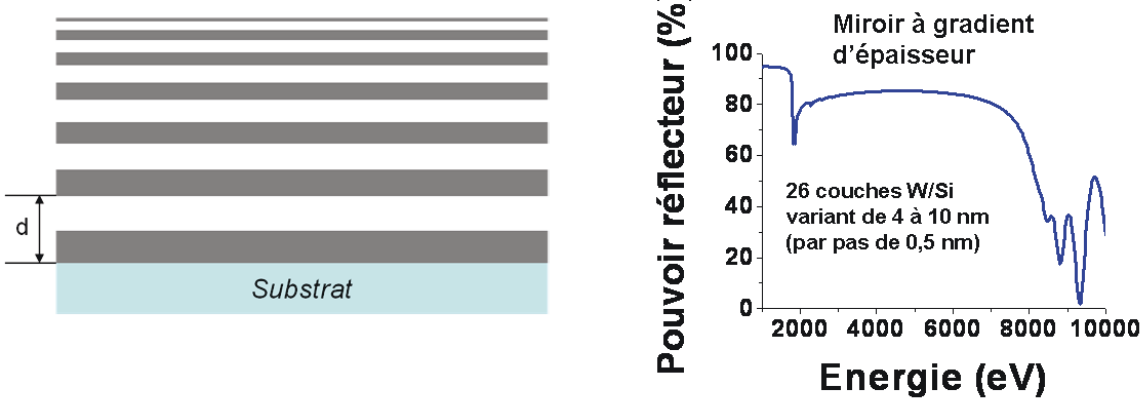
Dans ce type de détecteur, le rayonnement X est transformé par effet photoélectrique dans une photocathode massive (généralement en or ou aluminium) en un flux d'électrons secondaires. L'accélération et la collection des électrons sont obtenues en appliquant une différence de potentiel électrique continue entre la photocathode et l'anode représentée par une grille en nickel. La réception des rayons X crée l'apparition d'un courant proportionnel, qui est ensuite transformé en une tension électrique plus facilement mesurable (figure 27). En effet, le courant $i(t)$ produit, aux bornes d'une résistance R, une tension $U(t)$ (égale au produit R.i(t)). Cette tension se visualise sur un oscilloscope à très grande bande passante d'une dizaine voire une vingtaine de GHz en monocoup. Dans nos configurations de travail, on utilise une structure coaxiale adaptée sur 50Ω. Actuellement, le CEA utilise sur le spectromètre DMX de Rochester des détecteurs coaxiaux avec photocathode en aluminium (figure 28a), dont la résolution temporelle est proche de 100 ps. Ce type de détecteur est utilisé pour le domaine d'énergie 50 eV – 10 keV [84].



(a)



(b)



(c)

FIGURE *26 – Principe des réflexions de Bragg : (a) monochromatique avec le miroir multicouche périodique et (b) (c) polychromatique avec le miroir multicouche apériodique et avec le miroir à gradient d'épaisseur, respectivement.*

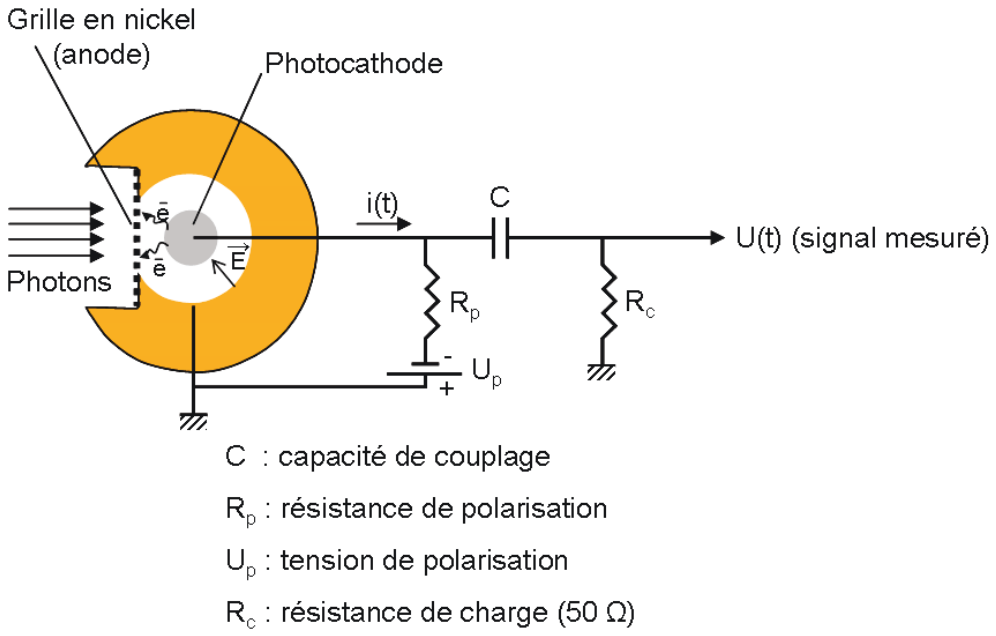
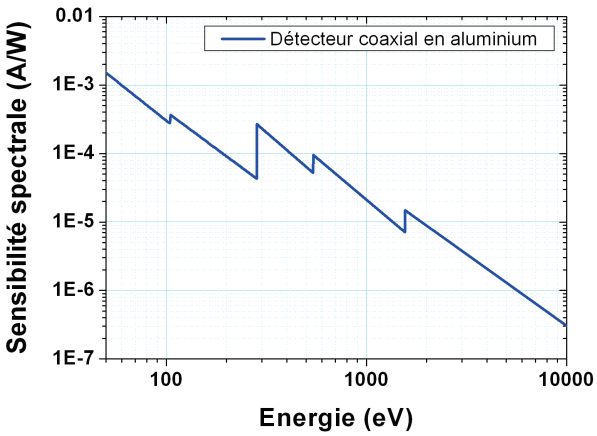


FIGURE *27 – Principe de mise en œuvre d'une diode à vide.*

(a)



(b)

FIGURE *28 – Exemple d'une diode à vide : (a) photo d'un détecteur coaxial avec photocathode en aluminium et (b) sa sensibilité spectrale théorique, utilisé sur la plupart des voies du spectromètre DMX de Rochester.*

2.2.5.2 Détecteurs solides à semi-conducteurs

Un détecteur semi-conducteur [85] [86] [87] [88] se compose d'un cristal (type Si, As, Ga ou Ge) semi-conducteur avec deux zones de dopage, une de type N (électrons majoritaires) et une de type P (« trous » majoritaires), placé entre deux électrodes reliées à une source de tension par l'intermédiaire d'une résistance de charge R_c. La recombinaison des électrons-trous crée une zone sans porteurs de charge, appelée zone intrinsèque. Un champ électrique $\vec{E}$ se forme entre les zones dopées N et P. Exposé à un éclairement, le champ électrique est modifié par l'absorption de photons qui génèrent des paires électron-trou. Les porteurs mobiles se dirigent selon leur nature vers l'une ou l'autre électrode. Ils créent alors une impulsion électrique d'amplitude V_s, proportionnelle à l'énergie perdue par le rayonnement incident dans la zone sensible du détecteur (figure 29). Je ne présenterai ici que le détecteur GaAs (arséniure de gallium) [89], seul détecteur de ce type à être utilisé sur les spectromètres DMX (figure 30a). Il est utilisé sur certaines voies de mesure du DMX pour des énergies supérieures à 7 keV car sa sensibilité est meilleure à haute énergie que le détecteur coaxial. Ce type de détecteur est difficile à étalonner. En effet, c'est un photoconducteur et sa résistance varie en fonction du flux, donc on ne peut pas l'étalonner en continu mais en impulsionnel.

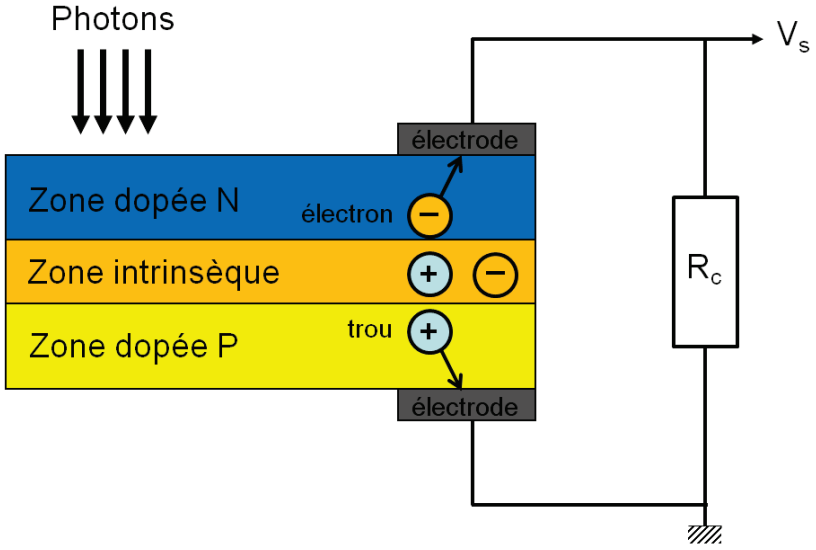
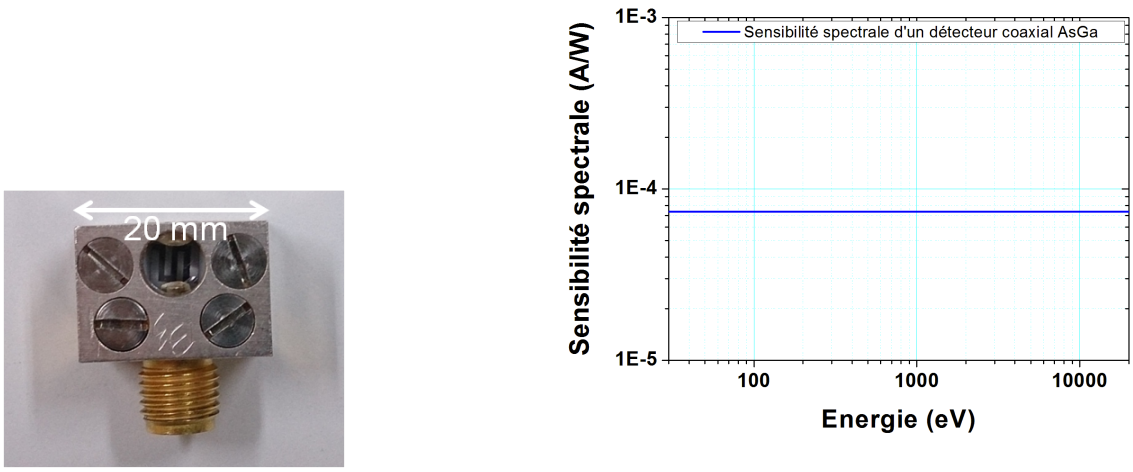


FIGURE *29 – Principe de fonctionnement d'un détecteur solide à semi-conducteurs.*



(a) (b)

FIGURE *30 – Exemple d'un détecteur GaAs : (a) photo d'un détecteur GaAs monté sur SMA et (b) sa sensibilité spectrale.*

2.3 État de l'art des spectromètres large bande existants

Dans le cadre de ses recherches sur les expériences d'interaction laser-matière, le CEA a développé de nombreux spectromètres large bande X mous et X durs :

- DEMIX (Phebus, 1985) [90],
- TRANSFLUIX (Phebus, 1991) [40] puis DP 1.11 (LIL) [26],
- DEMIXART (Phebus, 1998) [84],
- DMX-OMEGA (Rochester, 1999) [91],
- DMX-LIL (DP 1.10) (LIL, 2004),
- μDMX (Rochester, 2006),
- miniDMX (Rochester, 2013).

Dans cette section, je présenterai plus en détails certains de ces diagnostics, qui servent de diagnostics de référence pour la spectrométrie large bande.

2.3.1 DMX : Diagnostic de Mesure du rayonnement X

Dans le cadre de ses recherches menées sur la fusion par confinement inertiel (FCI), le CEA a mis en œuvre un spectromètre X large bande étalonné en absolu et résolu en temps, appelé Diagnostic de Mesure du rayonnement X (DMX). Ce diagnostic a pour but

de mesurer le spectre X émis par un plasma et le taux de conversion de l'énergie laser en rayonnement X. Pour atteindre ce double objectif, le spectromètre doit réaliser une mesure de la puissance spectrale rayonnée par un plasma sur un large domaine spectral (typiquement 50 eV – 20 keV). Il effectue la mesure de l'émissivité spectrale du plasma sur différentes gammes spectrales. L'ensemble de ces mesures permet ainsi de reconstituer le spectre et de déterminer les paramètres macroscopiques. Le spectromètre DMX est la dernière version du spectromètre X large bande résolu en temps, développé pour la mesure de l'émissivité spectrale absolue de plasmas créés par laser. La première version de ce diagnostic s'appelait DEMIX [90] et avait été conçue pour les premières expérimentations d'interaction laser-matière au Centre d'Études de Limeil-Valenton sur l'installation laser Phebus (1985). Il était composé de 22 voies de mesure, utilisant seulement des filtres couplés avec des diodes à vide, afin de mesurer l'émission X entre 100 eV et 100 keV. Il fut ensuite remplacé par une version améliorée en 1996, appelée DEMIXART [84]. Sa résolution temporelle était alors de 150 ps. Il fut utilisé sur Phébus jusqu'à sa fermeture en 1999.

2.3.1.1 DMX-OMEGA, installé à Rochester

Le spectromètre DMX-OMEGA date de 1999 et a été spécialement conçu pour l'installation laser OMEGA du Laboratory for Laser Energetics (LLE) de l'Université de Rochester (figure 31). Il est composé de 20 chaînes de mesure couvrant le domaine spectral 50 eV – 20 keV (tableau 2.3).

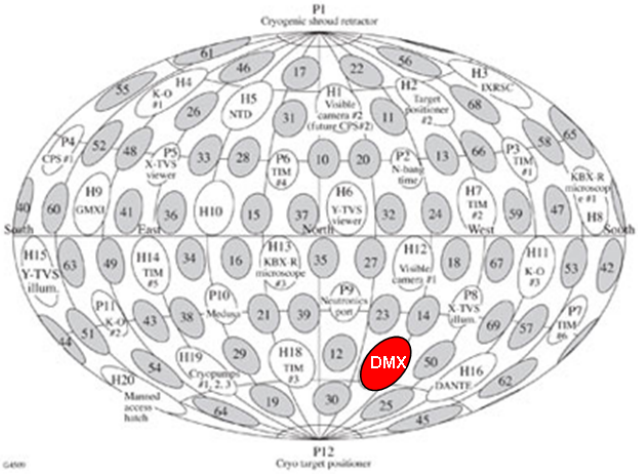


FIGURE *31 – Positionnement du spectromètre DMX sur la chambre de l'installation laser OMEGA.*

Pour les énergies en-dessous de 1,5 keV, les voies combinent une collimation, un miroir, un filtre ainsi qu'un détecteur coaxial avec une photocathode en aluminium (figure 32).

N° Voie	Filtre	Epaisseur (µm)	Miroir	Angle de rasance (°)	Energie médiane E (eV)	Bandes spectrales ΔE (eV)	Résolution spectrale (E/ ΔE)	Détecteur
0/0	Voie de marquage optique (Fiducial OMEGA)							
1/1	Al	2	C	6,0	60	47 – 72	2,38	Coaxial
2/2	B + Ix	2 + 0,2	C	4,5	156	123 – 188	2,39	Coaxial
3/3	Mylar	6	Be	3,0	253	217 – 285	3,69	Coaxial
4/4	Ti	2	B	2,3	385	315 – 455	2,75	Coaxial
5/5	Ti	2	B	2,3	385	315 – 455	2,75	Coaxial
6/6	V	3	B	1,7	465	420 – 512	5,05	Coaxial
7/7	Fe	2	B	1,6	630	541 – 711	3,70	Coaxial
8/8	Ni	2	B	1,4	753	639 – 853	3,52	Coaxial
9/9	Cu	2	B	1,1	810	700 – 932	3,49	Coaxial
10/10	Mg	20	B	0,9	1074	854 – 1303	2,39	Coaxial
11/11	Ti	4	-	-	3276	1560 – 4992	0,95	Coaxial
12/12	Zr	5	-	-	1887	1570 – 2227	2,87	Coaxial
13/13	Ag	5	-	-	3026	2541 – 3298	4,00	Coaxial
14/14	Ti	20	-	-	3720	2640 – 4690	1,80	Coaxial
15/15	V	20	-	-	4348	3027 – 5472	1,77	Coaxial
16/16	Mn	20	-	-	5130	3541 – 6543	1,71	Coaxial
17/17	Fe	30	-	-	6421	5360 – 6993	3,09	Coaxial
18/18	Cu	50	-	-	7701	6144 – 8973	2,72	Coaxial
19/19	Re	25	-	-	10460	8900 – 10500	6,54	GaAs
20/20	Mylar	33	MP10089 (Cr/Sc)	1,5	3000	1840 – 4260	1,24	Coaxial

TABLE *2.3 – Exemple de configuration des 20 voies du diagnostic DMX à Rochester.*

Une voie miroir classique est présentée sur la figure 33. Ce type de voie utilise un miroir monocouche qui permet de supprimer la composante X-durs transmise par le filtre (cf. paragraphe 2.2.4.1). Le choix crucial du matériau déposé sur le miroir et un bon angle de rasance permettent d'atteindre une réflectivité quasi-nulle pour les énergies au-dessus du seuil du filtre. Chaque voie miroir du DMX possède un couteau fixé à une certaine hauteur au dessus du miroir. Le couteau permet à la fois de collimater une taille de faisceau utile de telle manière à éclairer uniformément le détecteur coaxial et de protéger le détecteur des rayons diffusés par les mécaniques et/ou les autres voies de mesure.

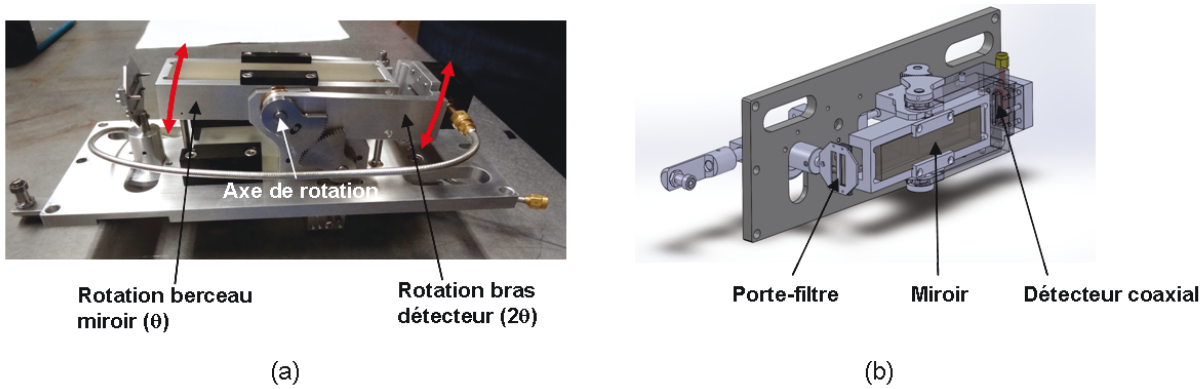


FIGURE *32 – Mécanique d'une voie de mesure à miroir : (a) photo d'une voie avec les axes de rotation ; (b) vue CAO de cette même voie.*

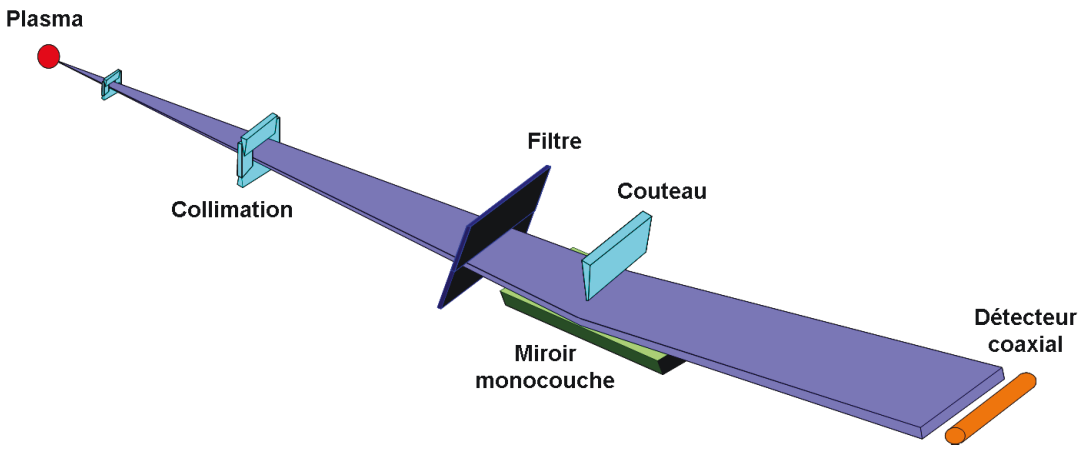
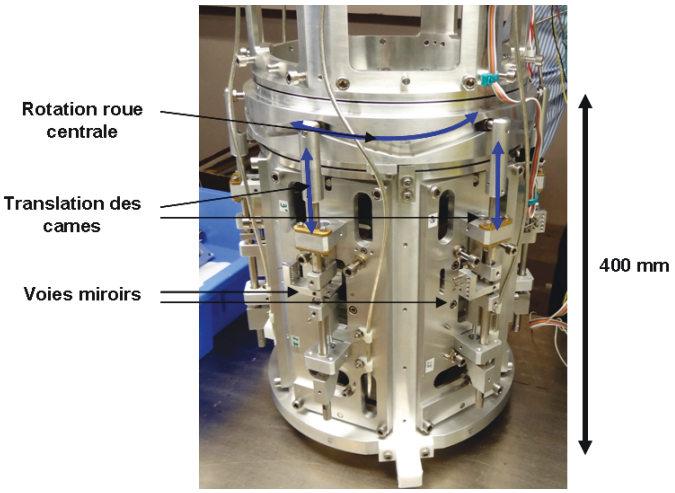


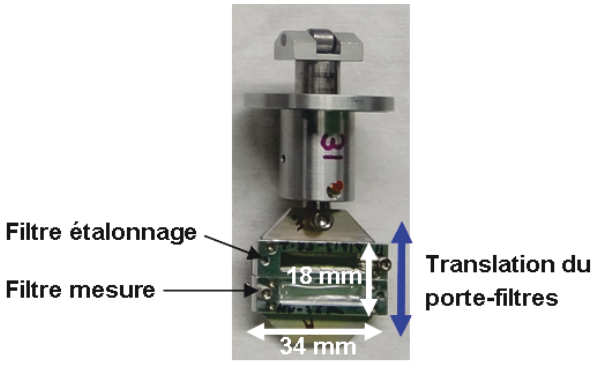
FIGURE *33 – Exemple d'une voie miroir du spectromètre DMX installé à Rochester.*

Les différentes voies de mesure avec miroir sont placées dans un caisson avec 12 emplacements possibles (figure 34a). À chaque campagne de mesures sur l'installation OMEGA à Rochester, le diagnostic est d'abord positionné dans la configuration dite « étalonnage » dans laquelle toutes les voies de mesure à miroir sont calées sur le même domaine spectral (340 eV – 440 eV). Elles sont toutes équipées du même type de filtre (Ti 2 µm) et

les miroirs sont tous positionnés avec le même angle de rasance (2,2°). Ensuite, chaque voie est repositionnée à l'angle de travail du miroir et sur le filtre approprié. La mise en configuration « étalonnage » est automatisée, elle s'effectue sans remise à la pression atmosphérique du diagnostic. Pour cela, un moteur piloté par le commande contrôle vient mettre en rotation une couronne centrale (figure 34a) qui par un système de cames vient, d'une part, faire basculer chaque couple miroir/détecteur sur des butées préréglées en laboratoire pour les positionner sur un angle de rasance de 2,2° et, d'autre part, translater les porte-filtres (figure 34b) pour placer les filtres « étalonnage » (Ti 2 µm) sur l'axe de mesure. Les voies sans miroir, pour les énergies supérieures à 1,5 keV, ne possèdent pas de position dite étalonnage, elles restent donc dans leur configuration nominale de mesure.



(a)



(b)

FIGURE *34 – Photo (a) du caisson des voies de mesure à miroir et (b) exemple de porte-filtre utilisé sur les voies miroirs du spectromètre DMX-OMEGA.*

Pour la détection, les détecteurs coaxiaux (figure 28a) ont plusieurs avantages :

– une résolution temporelle < 130 ps ;

- une saturation au flux plus élevée qu'avec les détecteurs classiques à géométrie plane, du type DPX (Détecteurs Photoélectriques X), qui ont aussi une moins bonne résolution temporelle ;
- une géométrie cylindrique qui convient très bien avec la forme du faisceau réfléchi sur le miroir ;
- un développement simple à réaliser et peu couteux ($\sim$ 1500 euros) par rapport aux détecteurs à géométrie plane ;

Pour des énergies supérieures à 7 keV, ce sont des détecteurs photoconducteurs GaAs (figure 30a) associés à des filtres qui sont utilisés. Concernant, les voies intermédiaires (énergies comprises entre 1,5 keV et 7 keV), elles n'utilisent qu'un filtre couplé avec un détecteur coaxial. Un équivalent du DMX-OMEGA fut aussi développé pour la LIL. On l'appelait DMX-LIL ou DP 1.10. Il possédait aussi 20 voies de mesure.

2.3.1.2 DMX-LMJ, futur spectromètre de référence

Le spectromètre DMX est devenu le diagnostic de référence pour les mesures de température radiative et de conversion X multi-keV. Actuellement, il n'en existe plus que deux versions : DMX-OMEGA et DMX-LMJ (en phase de développement industriel). Il existe aussi deux versions complémentaires au DMX sur l'installation OMEGA, appelés μDMX et miniDMX. Ces deux diagnostics sont plus petits et avec moins de voies de mesure (démontables et avec un fonctionnement en inserteur, c'est-à-dire insérés avec le système d'insertion de diagnostic). Ils permettent de mesurer l'émissivité spectrale suivant un autre axe de visée. Le miniDMX est une évolution du μDMX avec l'ajout de 4 voies miroirs. Le DMX-LMJ (figure 35) possédera 3 zones bien spécifiques :

- un système de collimation télescopique, qui permet de définir le champ de mesure (réglable de 2 à 5 mm de diamètre) ;
- une mécanique spécifique, qui emporte la collimation une fois rétractée, supporte l'ensemble des servitudes (vide, ventilation nucléaire, ...) et soutient l'ensemble des outils d'alignement ;
- un ensemble mesures, qui comporte 4 dispositifs de mesure complémentaires.

L'ensemble de mesures (figure 36) regroupera donc les 4 sous-ensembles suivant :

- SXLBt (mesure de la puissance spectrale) ;
- SXMt (mesure spectrométrique fine résolue en temps) ;
- PXt (mesure de puissance X très large bande) ;
- ITELt (Imagerie X du trou d'entrée laser résolue en temps).

Le sous-ensemble SXLBt permettra de réaliser une spectrométrie X large bande résolue en temps. Elle sera composée de 20 voies de mesure dont 10 peuvent être équipées

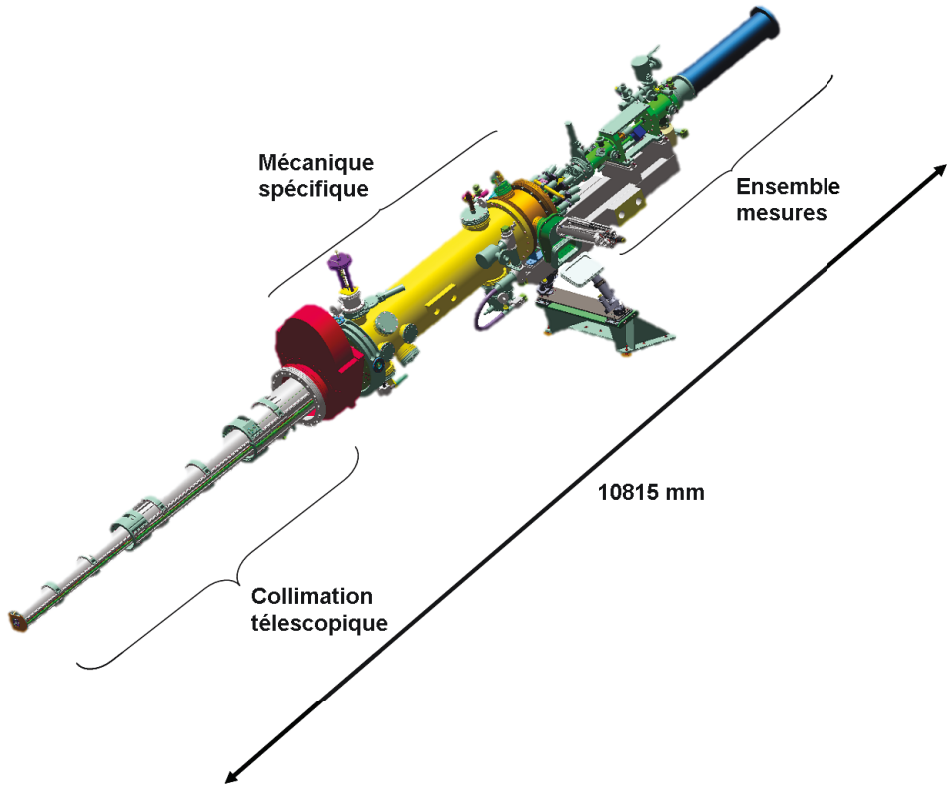


FIGURE 35 – *Architecture générale du futur spectromètre DMX, qui sera installé sur le Laser Mégajoule à Bordeaux (vue CAO).*

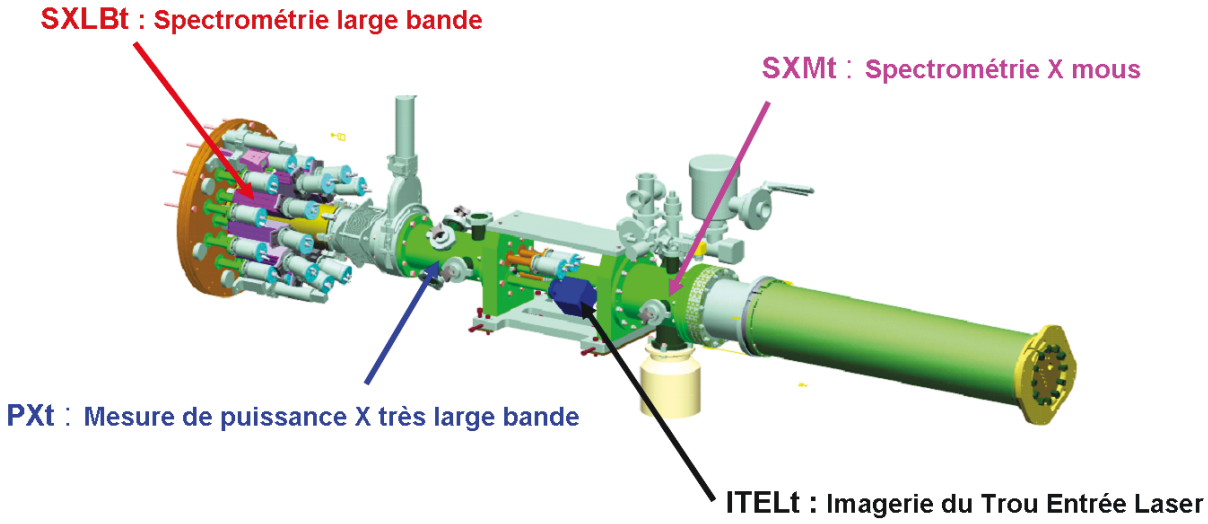


FIGURE 36 – *Représentation CAO de l'ensemble de mesures, regroupant les 4 sous-ensembles SXLBt, SXMt, PXt et ITELt.*

de miroirs. Elles permettront de couvrir un large domaine spectral, compris entre 50 eV et 20 keV. Le pouvoir de résolution sera de $2 < E/\Delta E < 5$. La détection sera obtenue pour chaque voie avec une diode à vide plane, contrairement aux diodes employées sur les autres versions du DMX, qui possèdent une cathode à géométrie coaxiale. Ce changement est principalement motivé par une augmentation du besoin en sensibilité du fait de l'augmentation importante de la distance par rapport à la cible.

Concernant, la spectrométrie X-mous résolue en temps, le SXMt permettra des mesures par dispersion spatiale du rayonnement, en utilisant 2 réseaux en réflexion (Shimadzu) de 1200 et 2400 traits/mm. La détection sera réalisée avec une caméra à balayage de fente. Le domaine spectral couvert sera compris entre 100 eV et 1,5 keV et la résolution spectrale sera $E/\Delta E \sim 100$.

Le sous-ensemble PXt permettra des mesures de puissance X très large bande. Ce sous-ensemble permettra de mesurer la puissance rayonnée par un plasma dans 3 bandes spectrales bien définies :

- une voie pour la mesure de la partie thermique : 100 eV – 2 keV ;
- une voie pour la mesure de la bande M de l'or : 2 – 4 keV ;
- une voie pour la mesure de source X multi-keV (Ti et V) : 4 – 6 keV.

Chaque voie sera configurée afin d'obtenir une réponse totale de la voie (fonction de transfert FT) plate. Ce sous-ensemble pourra intégrer les miroirs réalisés durant cette thèse pour le spectromètre DMX-OMEGA (cf. chapitres 4 et 5).

Enfin, l'imagerie du trou d'entrée laser sera obtenue par le dispositif ITELt. Cette imagerie permettra de mesurer au cours du temps l'évolution du trou d'entrée laser aménagé sur la cavité. L'image 1D (figure 37) ou 2D sera formée par sténopé (grandissement 6) sur, selon les besoins, soit une barrette de photodiodes ou une CBF X (imagerie 1D) ou soit une CCD X (imagerie 2D). Les résolutions temporelle et spatiale seront ~ 300 ps et ~ 150 µm, respectivement.

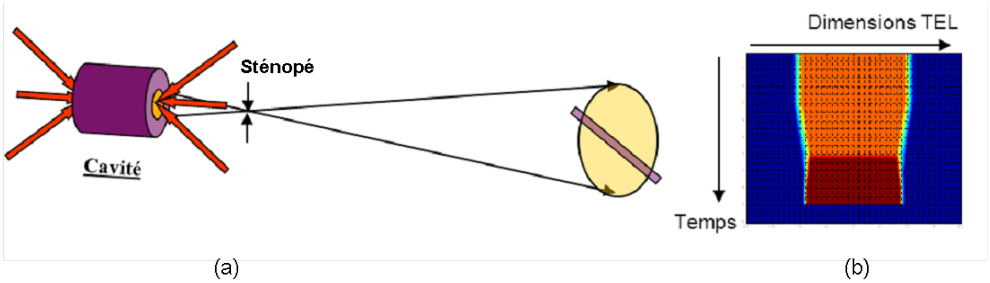


FIGURE *37 – Représentation de l'imagerie 1D résolue en temps du trou d'entrée laser d'une cavité : (a) schéma de principe ; (b) image obtenue sur une caméra à balayage de fente.*

Pour résumer le pourquoi de chacune de ces mesures, on peut dire que le sous-ensemble SXLBt permettra de reconstruire le spectre d'émissivité du plasma, le SXMt sera dédié à une spectrométrie plus fine et mieux résolue que le SXLBt mais sur une bande d'énergie plus étroite (100 eV – 1,5 keV au lieu de 50 eV – 20 keV). Concernant le PXt, cette mesure permettra de définir les lois de puissance dans des gammes spectrales précises avec des voies de mesure miroir, c'est une mesure compagnon du SXLBt. Pour finir, l'imagerie TEL (Trou d'Entrée Laser) évaluera l'évolution spatiale du diamètre du trou d'entrée laser au cours du temps et la taille réelle de la source pour la mesure de l'émissivité spectrale (détermination du bon angle solide).

2.3.2 DP 1.11 et TRANSFLUIX

Concernant la spectrométrie large bande X durs (énergies $>$ 10 keV), le CEA avait développé pour le laser Phébus un diagnostic qui utilisait la spectrométrie par fluorescence (cf. paragraphe 2.2.3). Ce diagnostic s'appelait TRANSFLUIX [40]. Il pouvait combiner 4 voies de mesure en fluorescence et 4 voies en transmission, ce qui permettait de compléter les mesures effectuées par le DEMIX. Le principe expérimental d'une voie de mesure est présenté sur la figure 38. On vient intercaler entre le spectre incident et la cible de fluorescence (de seuil $E_K cible$), un filtre (de seuil $E_K filtre > E_K cible$) (figure 39a). Ainsi, on définit une bande spectrale délimitée par les deux seuils K du filtre et de la cible (figure 39b). Une bande considérée comme parasite peut subsister à plus hautes énergies. Dans ce cas là, on peut la minimiser en jouant sur l'épaisseur du filtre et de la cible. La détection s'effectue avec des photomultiplicateurs (PM) associés avec des scintillateurs (cristaux NaI, NE111, Pilot U), qui convertissent les rayons X en lumière visible.

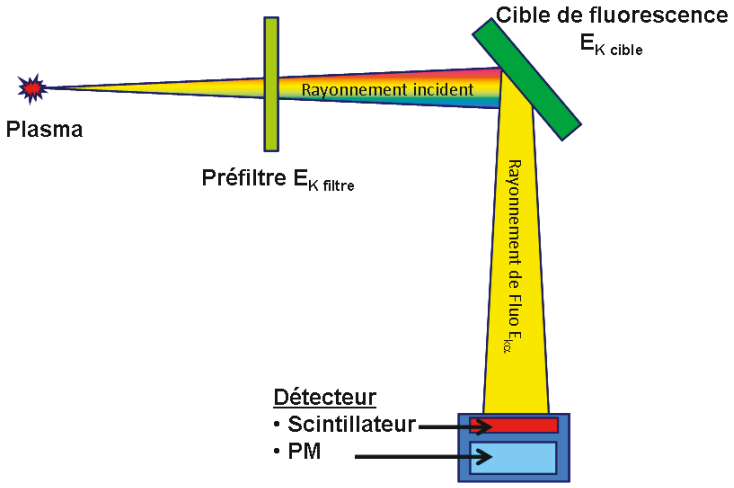
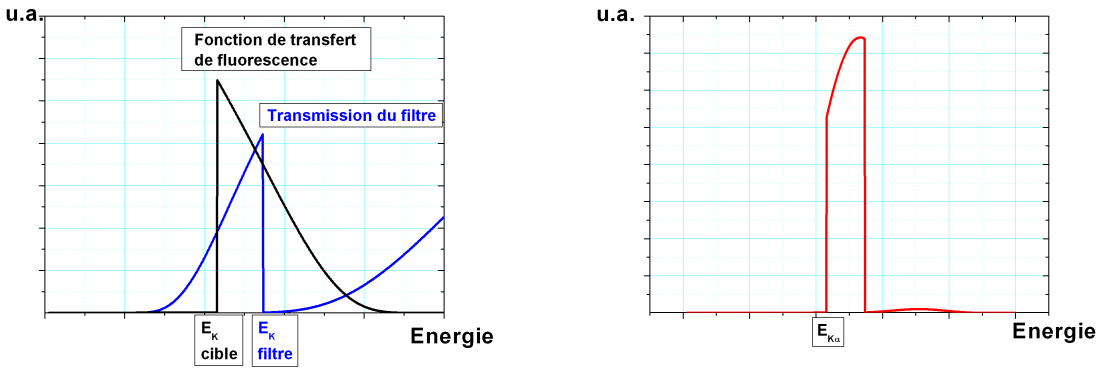


FIGURE 38 – *Principe expérimental d'une voie de mesure utilisant la fluorescence.*



(a) (b)

FIGURE *39 – Fonctions de transfert (a) des différents éléments et (b) totale d'une voie de fluorescence.*

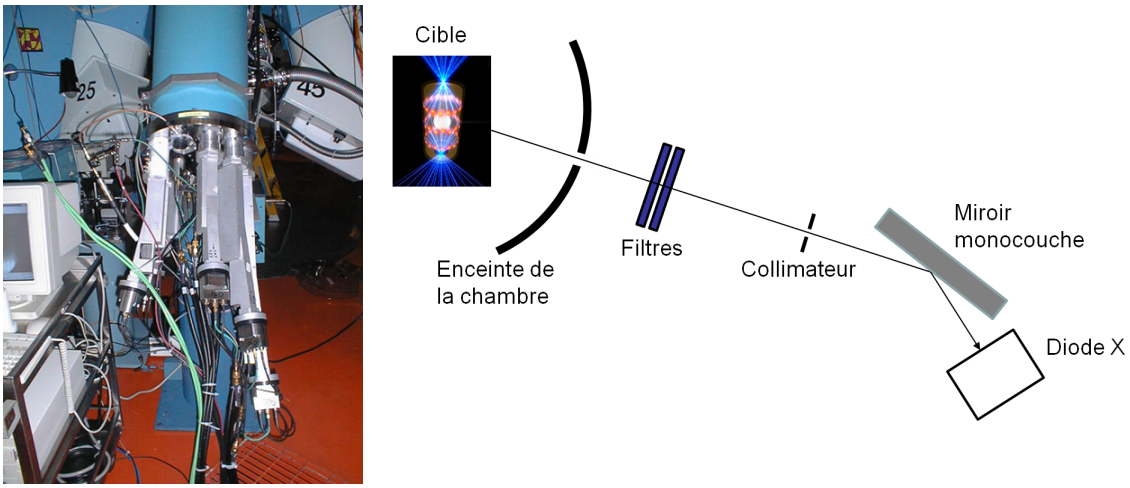
Cette technique de mesure présente l'avantage de définir correctement des fenêtres spectrales avec un bon pouvoir de résolution mais présente deux inconvénients majeurs :

- la réponse parasite des canaux aux hautes énergies doit être prise en compte, ce qui nécessite une méthode de déconvolution spectrale ;
- le terme source et la fluorescence sont des phénomènes non directifs, ce qui donne généralement des signaux très faibles qu'il faut extraire du bruit émanant des différentes sources de rayonnements diffusés.

L'équivalent du diagnostic TRANSFLUIX sur l'installation LIL s'appelait DP 1.11 [26].

2.3.3 DANTE

Le spectromètre appelé DANTE [92] [93] est l'équivalent du DMX, créé par les américains au Lawrence Livermore National Laboratory. Il comportait à l'origine 10 voies de mesure et était utilisé sur les installations lasers Argus et Shiva. Actuellement, il en existe deux versions, une sur OMEGA [94] et une autre sur le NIF [95]. Le DANTE-OMEGA (figure 40a) est composé de 18 voies de mesure couvrant les spectre X entre 50 eV et 20 keV (tableau 2.4). Les 11 premières voies sont traditionnellement utilisées pour déterminer les températures radiatives et les 7 autres pour le spectre X au-dessus de 2 keV. Chaque voie consiste en l'association de collimateurs, de filtres, et d'une diode X (figure 40b). Les 4 voies mesurant les plus basses énergies (< 600 eV) possèdent aussi un miroir monocouche qui travaille à angle très rasant afin de réduire les réponses à hautes énergies des filtres. Les diodes X sont des diodes à vide planes à cathode métallique qui permettent une résolution temporelle inférieure à 200 ps.



(a) (b)

FIGURE *40 – Spectromètre DANTE, installé sur OMEGA à Rochester : (a) photo de son installation sur un hublot de chambre ; (b) configuration d'une voie de mesure (avec miroir).*

Ch. No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Spectral coverage (eV)	50–70	150–180	250–280	450–520	750–820	900–980	980–1050	1200–1300	1300–1500	1600–1800
Filters	Al (0.75)	B (0.2)/LXN (0.4)	LXN (2.0)	V (1.0)	Co (1.0)	Cu (0.6)	Zn (0.6)	Mg (5.5)	Al (5.0)	SI (10.0)
Material thickness (μm)	Al (0.75)	B (0.2)/LXN (0.4)	LXN (2.0)	V (1.0)	Co (0.2)/ LXN (0.4)	Cu (0.6)	Zn (0.6)	Mg (5.5)	Al (5.0)	Si (10.0)
Solid angle (Sr)	4.48E−06	2.76E−06	2.76E−06	2.76E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06
XRD cathode material	Cr	Al	Al	Al	Cr	Cr	Ni	Ni	Al	Al
X-ray mirror	7 °C	5 °C	3.5* Be	2.5 °C	…	…	…	…	…	…
Ch. No.	11	12	13	14	15	16	17	18		PCD
Spectral coverage (eV)	2000–3000	1800–2500	2540–3300	3170–4800	4300–6300	5300–7000	7300–9500	10000–20000		
Filters	PYN (5.0)	Mo (1.3)	Ag (2.5)	Ti (11.0)	Mn (15.0)	Fe (15.0)	Zn (25.0)	Al (250)		Various achromatic filters
Material thickness (μm)	Fe (1.0) Cr (0.8)	Mo (1.3)	Ag (2.5)	Ti (11.0)	Mn (15.0)	Fe (15.0)	Zn (25.0)			
Solid angle (Sr)	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06	7.07E−06			
XRD cathode material	Al	Al	Al	Ni	Ni	Ni	Ni	Ni		
X-ray mirror	…	…	…	…	…	…	…	…		

TABLE *2.4 – Configuration des voies de mesure du spectromètre DANTE, installé sur OMEGA à Rochester (extrait de [94]).*

2.4 Comment améliorer la précision de la mesure du spectromètre DMX ?

Le spectromètre DMX, ainsi que tous ceux de la même famille (autres DMX, DANTE, DP 1.11,...), nécessitent une grande maîtrise métrologique afin de connaître précisément les différentes fonctions de transfert des composants : filtres, miroirs, détecteurs. Cela induit des incertitudes de mesure, plus ou moins importantes. Dans ce paragraphe, je présenterai le concept des voies de mesure actuelles puis un nouveau concept de voie à réponse plate, étudié afin de diminuer les incertitudes de mesure. Pour rappel, actuellement le DMX-OMEGA échantillonne le spectre X entre 50 eV et 20 keV :

- entre 30 eV et 7 keV, en utilisant soit des voies miroirs filtrées associées à des diodes à vide X (50 eV – 1,5 keV), soit des filtres associés à des diodes X (1,5 keV – 7 keV) ;
- entre 7 keV et jusqu'à 20 keV, en utilisant des filtres associés à des détecteurs photoconducteurs GaAs.

Je présenterai le cas de la mesure de la puissance rayonnée par un plasma d'or dans la bande spectrale 2 – 4 keV dans le cas actuel d'une voie par filtration et dans le cas idéal d'une voie à réponse plate.

2.4.1 Cas actuel : voie de mesure par filtration

2.4.1.1 Réponse totale d'une voie de mesure par filtration

Actuellement, pour la mesure de la puissance dans la bande spectrale 2 – 4 keV, le DMX utilise une voie de mesure avec un filtre de titane de 4 µm d'épaisseur, associé à un détecteur coaxial avec photocathode en aluminium. La réponse totale (appelée aussi fonction de transfert) de la voie de mesure est le produit de la transmission du filtre par la sensibilité spectrale du détecteur coaxial (figure 41).

On voit qu'on obtient une bande passante dans le domaine spectral 1,5 keV – 5 keV (définie ici à $\approx$ 20 % du maximum de la sensibilité spectrale) et non pas entre 2 keV et 4 keV. Il est intéressant de calculer l'intégrale courante du produit du spectre X (figure 6) avec la réponse totale de la voie (figure 41).

Pour rappel, la notion d'intégrale courante correspond à dire que si une fonction f est continue et positive sur l'intervalle $[a\,;\,b]$, l'intégrale $\int_a^b f(t)\,\mathrm{d}t$ est égale à l'aire (exprimée en unité d'aire) de la partie du plan comprise entre l'axe des abscisses, les droites d'équations $x = a$ et $x = b$ et la courbe représentative de f. Cette intégrale correspond à « l'aire sous la courbe ». Dans notre cas, cela revient à calculer l'intégrale de la fonction f qui est le produit du spectre X et de la réponse totale de la voie (FT) dans une bande spectrale

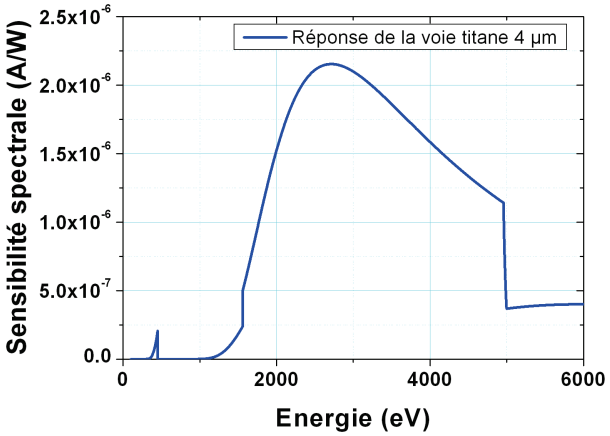


FIGURE *41 – Réponse totale de la voie de la mesure utilisant un filtre de titane 4* µm *du spectromètre DMX-OMEGA.*

donnée (a et b étant des énergies E_1 et E_2). Ainsi, en faisant ce calcul, on s'aperçoit que seulement 66 % du signal mesuré correspond à la zone $2-4$ keV (figure 42) et donc qu'il y a 34 % de signal parasite.

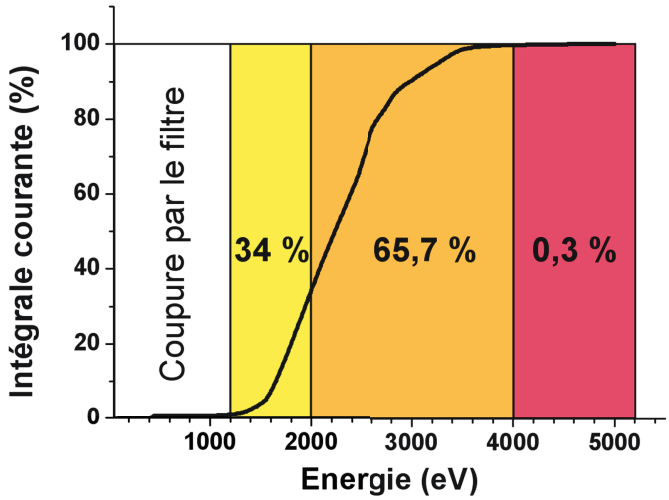


FIGURE *42 – Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie titane 4* µm *avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de titane ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

2.4.1.2 Mesure indirecte de la puissance radiative X émise par le plasma

Avec la voie de mesure utilisant un filtre de titane 4 µm, on mesure une tension $U_{Ti}(t)$ de la voie titane générée par la distribution spectrale de la puissance rayonnée $P(E,t)$:

$$U_{Ti}(t) = R.\Omega. \int_0^\infty P(E,t).FT(E).dE \tag{2.38}$$

où R est l'impédance de charge (typiquement 50 ohms) et Ω l'angle solide de détection. Afin de calculer la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV, il est nécessaire d'effectuer un traitement en convolution. Il consiste à recalculer à chaque instant le spectre de corps noir $P_P(E,t)$ à partir de la loi de température $T_r(t)$ déduite des mesures obtenues avec les voies de mesure à basses énergies du DMX (cf. chapitre 6) puis d'y superposer un spectre théorique de bande M de l'or $P_{BMth}(E)$ dont on ajuste l'amplitude avec un coefficient dépendant du temps $k(t)$, de façon à ce que la somme de ces deux composantes convoluées par la réponse spectrale de la voie de mesure $FT(E)$ restitue au mieux le signal mesuré à chaque instant $U_{Ti}(t)$. Ainsi, on obtient :

$$U_{Ti}(t) = R.\Omega. \int_0^\infty [P_P(E,t) + k(t).P_{BMth}(E)].FT(E).dE \tag{2.39}$$

Dans ce formalisme, nous considérons que la forme théorique de la puissance rayonnée de la bande M, $P_{BMth}(E)$, est constante ou du moins ne varie pas au cours du temps et ne tient pas compte du fait que l'intensité relative des différentes raies d'émission de la bande M de l'or peut varier au cours du temps. Prenant en compte le fait que le coefficient $k(t)$ ne dépend pas de l'énergie des photons, et que la puissance rayonnée dans la bande M est principalement limitée à la bande spectrale entre 2 keV et 4 keV, l'équation 2.39 peut être écrite comme suit :

$$U_{Ti}(t) = R.\Omega. \int_0^\infty P_P(E,t).FT(E).dE + R.\Omega.k(t). \int_{2\ keV}^{4\ keV} P_{BMth}(E).FT(E).dE \tag{2.40}$$

On ajuste le coefficient $k(t)$ de telle manière que $U_{Ti}(t) = U_{Ti}(t)_{mesure}$. Une fois que le signal calculé est égal au signal mesuré, il suffit d'intégrer entre 2 keV et 4 keV les spectres ainsi reconstitués pour en extraire la puissance rayonnée autour de la bande M de l'or :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \int_{2keV}^{4keV} [P_P(E,t) + k(t).P_{BMth}(E)].dE \quad (en\ W/sr) \tag{2.41}$$

Comme nous pouvons le voir, le calcul n'est pas simple et nécessite plusieurs étapes intermédiaires avant d'obtenir la valeur finale de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV. De plus, comme nous le verrons plus en détail dans le chapitre 6, la précision obtenue sur le calcul de la puissance dépend de plusieurs paramètres, ce qui augmente les incertitudes de mesure.

En résumé, pour cette voie de mesure, on fait donc deux hypothèses fortes :

– un découplage de la dépendance en temps et en spectre de la puissance,
– la forme du spectre de la bande M est connue.

2.4.2 Cas idéal : voie à réponse totale constante

2.4.2.1 Réponse totale d'une voie de mesure avec miroir multicouche

Afin de réduire les incertitudes de mesure et de s'affranchir des hypothèses précédentes (spectre théorique de bande M et non variation de l'intensité relative des raies), un nouveau concept de voie à réponse plate a été proposé. En effet, la reconstitution du spectre X nécessite de déconvoluer les mesures par itération en injectant des données a priori (cf. paragraphe précédent). Ainsi, un système dont la réponse serait plate (figure 43) permettrait de s'affranchir de ces itérations.

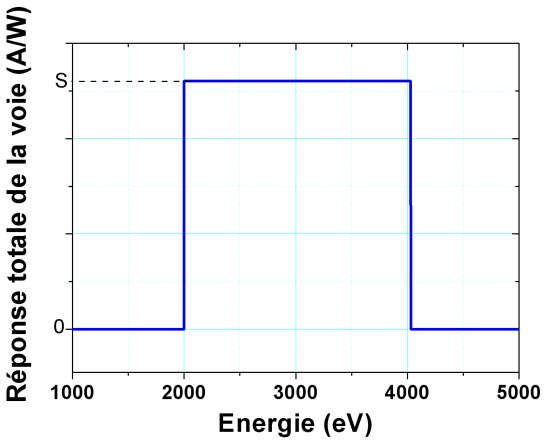


FIGURE *43 – Réponse totale d'une voie de mesure idéale.*

Afin d'obtenir ce type de réponse, l'idée est d'ajouter sur la voie de mesure un miroir multicouche dont le revêtement serait tel que la réponse spectrale (réflectivité) du miroir serait « sculptée » de façon à compenser le produit des deux autres réponses du filtre et du détecteur.

2.4.2.2 Mesure directe de la puissance radiative X émise par le plasma

Avec une voie de mesure à réponse plate, la mesure de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV s'avère beaucoup plus simple. En effet, on obtiendrait directement la mesure de la puissance :

$$U(t) = R.\Omega.\int_0^\infty P(E,t).FT(E).dE \tag{2.42}$$

Or :

- $FT(E) = 0$ pour E $\notin$ [2 keV – 4 keV],
- $FT(E) =$ S pour E $\in$ [2 keV – 4 keV].

Ainsi :

$$U(t) = R.\Omega.S. \int_{2\ keV}^{4\ keV} P(E,t) = R.\Omega.S.P_{2-4\ keV}(t) \tag{2.43}$$

avec S, la valeur de la sensibilité spectrale dans la bande 2 – 4 keV de la réponse totale de la voie (FT(E)). Et donc :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \frac{U(t)}{R.\Omega.S} \ \ (en\ W/sr) \tag{2.44}$$

Ainsi, on n'a pas besoin de faire d'hypothèse sur la forme du spectre de la bande M de l'or. Au final, juste avec la mesure de la tension $U(t)$, on peut connaître la valeur de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV, ce qui simplifie nettement le calcul et met en évidence l'avantage d'une réponse plate pour une voie de mesure.

Chapitre 3

Conception et dépôt de revêtements multicouches

3.1 Conception de revêtements multicouches

3.1.1 Critères de choix des matériaux

Les matériaux sont choisis suivant plusieurs critères à respecter. Premièrement, ils doivent pouvoir être déposés en couche mince et multicouche par la méthode choisie, à savoir ici la pulvérisation cathodique magnétron (cf. paragraphe 3.2.1). Deuxièmement, ils ne doivent pas présenter de bande d'absorption dans le domaine d'énergie de travail considéré. Les meilleures performances de réflexion seront atteintes pour un contraste d'indice élevé entre le matériau « lourd » le plus absorbant et le matériau « léger » le moins absorbant. L'absorption de chaque matériau devra être la plus faible possible. D'après l'équation de Bragg (cf. formule 2.20), pour une longueur d'onde arrivant sur un miroir multicouche de période d, l'onde réfléchie atteint des maxima pour des angles particuliers appelés angles de Bragg et les maxima atteints sont appelés les pics de Bragg. On peut représenter un miroir multicouche comme étant une succession de plans décrits par leurs coefficients de Fresnel de réflexion et de transmission (cf. paragraphe 2.1). En incidence normale, on a :

$$r = \frac{\tilde{n}_1 - \tilde{n}_2}{\tilde{n}_1 + \tilde{n}_2} \tag{3.1}$$

avec $\tilde{n}_i = n_i - i\beta_i = 1 - \delta_i - i\beta_i$

Dans le cas où $\tilde{n}_1 = 1$ et $\tilde{n}_2 = \tilde{n}$, alors :

$$r = \frac{1 - \tilde{n}}{1 + \tilde{n}} \tag{3.2}$$

Donc, on a $r = \dfrac{\delta + i\beta}{2 - \delta - i\beta}$

Au final :

$$r = \frac{2\delta - \delta^2 - \beta^2}{(2-\delta)^2 + \beta^2} + i\frac{2\beta}{(2-\delta)^2 + \beta^2} \tag{3.3}$$

avec :

$$Re(r) = \frac{2\delta - \delta^2 - \beta^2}{(2-\delta)^2 + \beta^2} \qquad \text{et} \qquad Im(r) = \frac{2\beta}{(2-\delta)^2 + \beta^2}$$

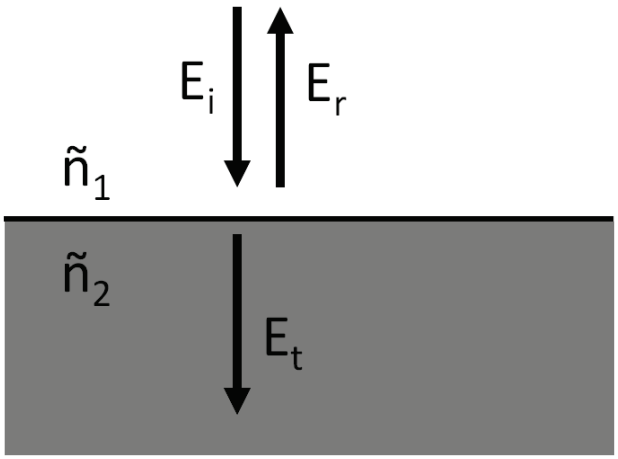


FIGURE *44 – Schéma de réflexion-transmission des champs électriques à l'interface milieu 1/milieu 2.*

Comme déjà dit précédemment (cf. paragraphe 2.1), dans le domaine des rayons X, la partie réelle de l'indice est toujours inférieure à 1 et le coefficient d'absorption diminue lorsque l'énergie augmente. Ainsi, comme $0 < \beta < \delta < 1$, on a : $(2-\delta)^2 + \beta^2 \geq 0$ et $2\delta - \delta^2 - \beta^2 \geq 0$. Au final, $Re(r) \geq 0$ et $Im(r) \geq 0$. Le calcul des parties réelle et imaginaire du coefficient de réflexion en amplitude r permet de déterminer les conditions d'interférences constructives et ainsi de déterminer quels matériaux choisir selon l'énergie de travail. En effet, le meilleur couple de matériaux sera défini par deux matériaux ayant un bon contraste d'indice ($Re(r)_{mat1}$ très différent de $Re(r)_{mat2}$) et n'étant pas trop absorbant ($Im(r)_{mat1}$ et $Im(r)_{mat2}$ proches de 0). A partir d'un code écrit dans le langage

de programmation *Matlab*®, développé durant les travaux de thèse de Christophe Hecquet [96] et que nous avons quelque peu modifié, les coefficients de Fresnel peuvent être calculés pour différents matériaux à une énergie donnée (figure 45). Ce programme nous a permis de choisir les matériaux a priori optimums pour nos études. Sur la figure 45, on peut découper la figure en trois zones distinctes. La première zone (zone 1) regroupe les matériaux légers qui ont un coefficient d'absorption très faible, appelés « espaceurs ». La deuxième zone (zone 2) correspond aux matériaux lourds avec une faible absorption et possédant un bon contraste d'indice avec les matériaux légers. Enfin, une troisième zone (zone 3) comprend les matériaux très lourds avec une forte absorption, ces matériaux ont un fort contraste d'indice avec les matériaux légers.

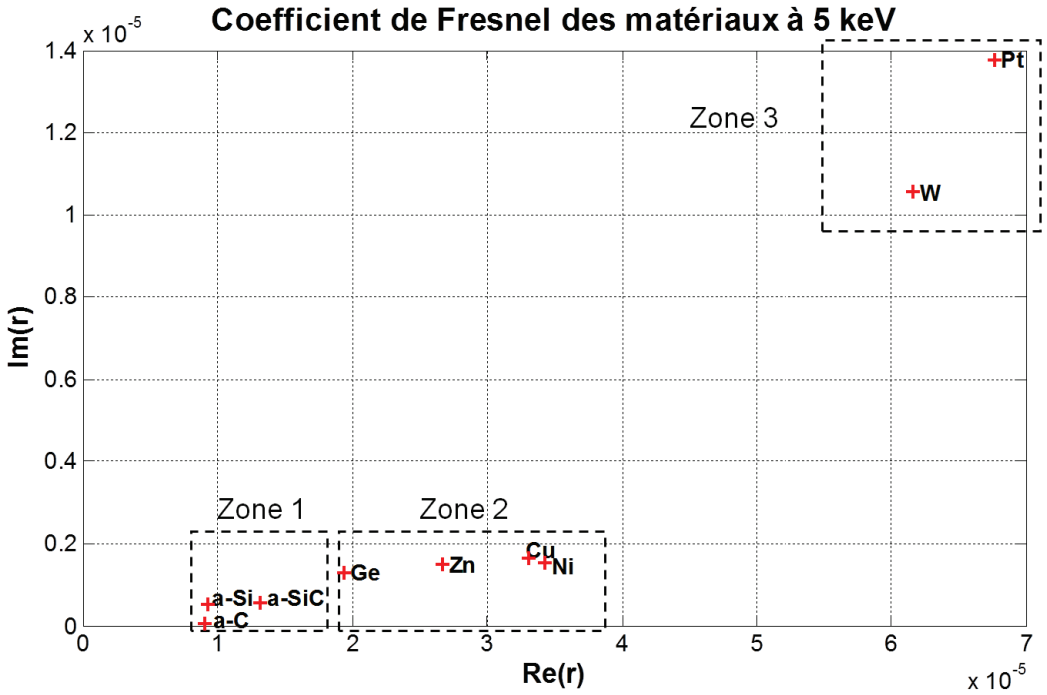


FIGURE *45 – Détermination du coefficient de réflexion pour plusieurs matériaux à l'énergie $E = 5$ keV en incidence normale (θ rasant = 90°).*

Nous avons aussi utilisé un autre programme réalisé sous le langage *Python* par Ludovic Lecherbourg (CEA), qui permet de calculer à nouveau les coefficients de Fresnel non seulement à une énergie mais aussi sur tout un intervalle d'énergie et à différents angles de rasance. Ainsi, il a été possible de déterminer si un matériau avait des seuils dans les différentes bandes passantes de travail. La figure 46 présente les mêmes matériaux que précédemment sur la gamme d'énergie de 4 keV à 6 keV.

Ce n'est pas le seul critère de choix, en effet, il faut aussi que les matériaux puissent être déposés par la machine de dépôt utilisée et prendre en compte le comportement

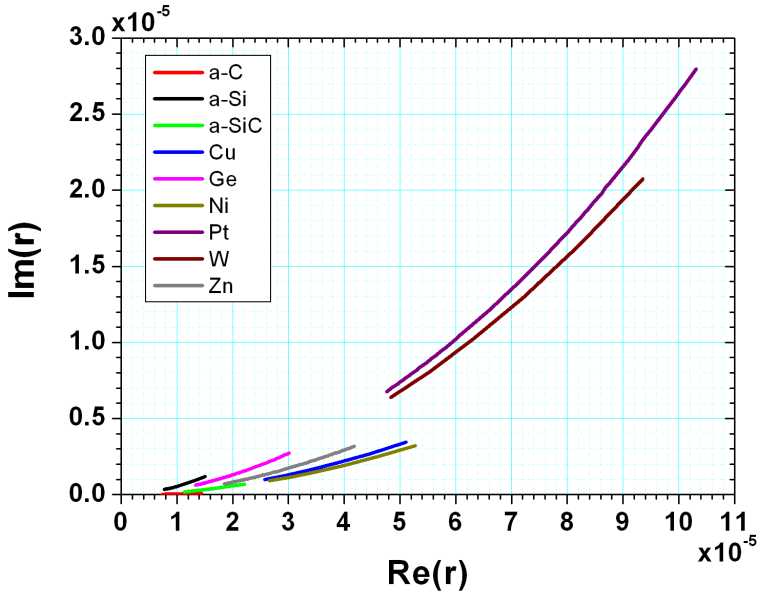


FIGURE *46 – Détermination du coefficient de réflexion pour plusieurs matériaux dans la gamme d'énergie de 4 keV à 6 keV en incidence normale (θ rasant = 90°).*

physico-chimique des matériaux entre eux. De plus, il faut aussi que les interfaces entre matériaux choisis ne soient pas trop rugueuses.

3.1.2 Optimisation de l'empilement

3.1.2.1 Calcul du gabarit

Afin d'obtenir une réponse spectrale répondant à un gabarit spécifique (figure 47), nous avons choisi d'utiliser le logiciel TFCalc® [97]. Ce logiciel, conçu au départ pour le domaine visible, permet d'optimiser un empilement de couches minces pour obtenir un profil de réflectivité suivant plusieurs procédures possibles. Nous avons dû adapter ce logiciel à notre domaine spectral en y rentrant les tables d'indices en rayons X. Nous avons choisi la procédure « needle » (cf. paragraphe 3.1.2.3), qui a la particularité d'ajouter automatiquement les couches nécessaires jusqu'à atteindre le profil de réflectivité désiré. C'est un outil très performant puisque dans nos cas il est nécessaire d'ajouter beaucoup de couches (> 100). L'algorithme d'optimisation utilise une fonction d'erreur à minimiser appelée « fonction de mérite ». L'objectif est de faire en sorte que la différence entre la réflectivité du revêtement obtenu et la réflectivité visée tende vers 0. Plus précisément, pour m cibles visées (une cible étant la valeur de la réflectivité R_j^0 à l'énergie E_j), la fonction de mérite (FM) calcule pour chaque cible la différence entre la réflectivité visée

R_0 et la valeur obtenue en simulation R. Elle est définie comme suit :

$$FM = \left(\frac{1}{m} \sum_{j=1}^{m} \left| \frac{R_j^0 - R_j}{Tol_j} \right|^k \right)^{1/k} \tag{3.4}$$

où :

- m est le nombre de cibles à optimiser,
- Tol est le facteur de poids pour chaque cible,
- k est un entier défini au départ, plus on l'augmente, plus on force la méthode à égaliser les déviations des différentes cibles.

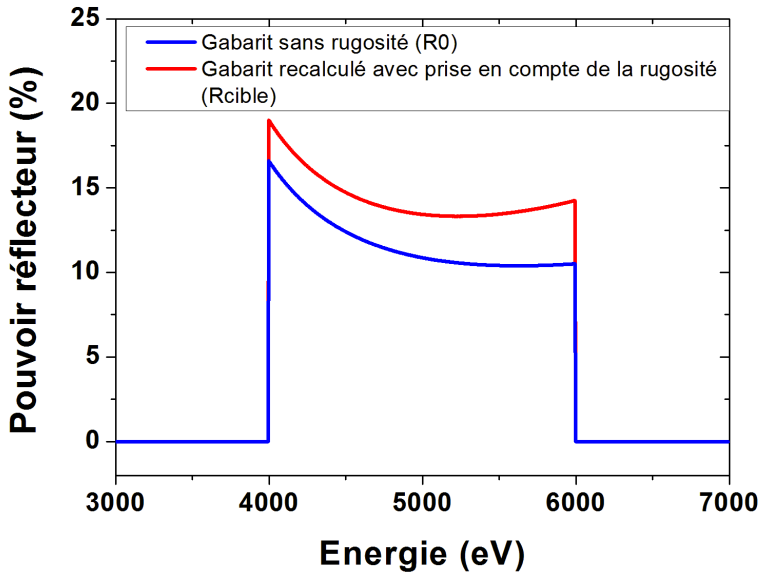


FIGURE *47 – Exemple de gabarit visé (en bleu) et le même gabarit recalculé en prenant en compte une rugosité de 0,40 nm (en rouge).*

3.1.2.2 Prise en compte de la rugosité

Un gros inconvénient du logiciel est que la rugosité des couches n'est pas prise en compte. Ainsi, il est nécessaire de redimensionner le profil souhaité afin de définir les cibles à viser. Pour cela, il est important de connaître a priori la rugosité moyenne aux interfaces des matériaux choisis. Cette rugosité peut être déterminée soit par l'expérience (matériaux déjà utilisés), soit lors des premiers dépôts par réflectométrie rasante de rayons X [98]. Il a donc fallu redéfinir les m cibles en calculant la réflectivité souhaitée, à partir de la formule de Debye-Waller. Si l'on considère une interface rugueuse séparant deux

milieux 1 et 2, une onde réfléchie par l'interface de séparation (cf. paragraphe 3.1.1) sera atténuée par ce facteur défini par :

$$DW_{12} = \exp\left[-2 \times \left(\frac{2\pi \sin(\theta)\sigma_{12}}{\lambda}\right)^2\right] \tag{3.5}$$

avec :

- θ l'angle de rasance,
- λ la longueur d'onde considérée,
- σ_{12} la largeur totale à mi-hauteur de la rugosité (distribution supposée gaussienne).

Il agit comme un simple coefficient multiplicatif, mais il permet d'estimer globalement l'influence des rugosités d'interfaces de l'optique multicouche complète. En prenant en compte ce terme d'atténuation, cela permet de définir la nouvelle réflectivité cible R_{cible} par rapport à la réflectivité visée R_0 de départ :

$$R_{cible} = \frac{R_0}{(DW_{12})^2} \tag{3.6}$$

Ainsi :

$$R_{cible} = R_0 \times \exp\left(\frac{4\pi \sin(\theta)\sigma_{12}}{\lambda}\right)^2 \tag{3.7}$$

A partir de la formule 3.7, toutes les cibles ont été recalculées afin de les importer dans le logiciel TFCalc®. Un exemple est présenté sur la figure 47, avec le gabarit visé et le nouveau gabarit prenant en compte la rugosité. Pour chaque cible (« target »), on définit la longueur d'onde, l'angle de rasance et le pouvoir réflecteur souhaités (figure 48). Le pouvoir réflecteur est soit fixé, soit défini comme étant inférieur ou supérieur à une certaine valeur. De plus, une valeur de tolérance comprise entre 0,1 et 1 indique le poids d'une cible par rapport aux autres.

Targets - Discrete

Options

Target #	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73
Kind	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity	Intensity
Refl/Tran	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl	Refl
Polarization	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave	Ave
Wavelength	0.2	0.201	0.202	0.207	0.208	0.209	0.21	0.211	0.212	0.213	0.214
Angle	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7	88.7
Target Value	< 1.0	< 1.0	< 1.0	14.219	14.156	14.095	14.037	13.984	13.926	13.882	13.831
Tolerance	0.4	0.4	0.4	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Environment	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

FIGURE *48 – Importation des cibles visées en fonction de la longueur d'onde et de l'angle d'incidence.*

Un exemple de la réflectivité obtenue avec une formule optimisée sous TFCalc® est représentée sur la figure 49 (ligne rouge). Les effets de la rugosité sur les performances du revêtement sont présentés sur cette même figure en prenant en compte une rugosité égale à 0,40 nm entre chaque couche (ligne noire sur la figure 49). On s'aperçoit que la réflectivité décline sensiblement par rapport à la réflectivité de l'empilement sans rugosité.

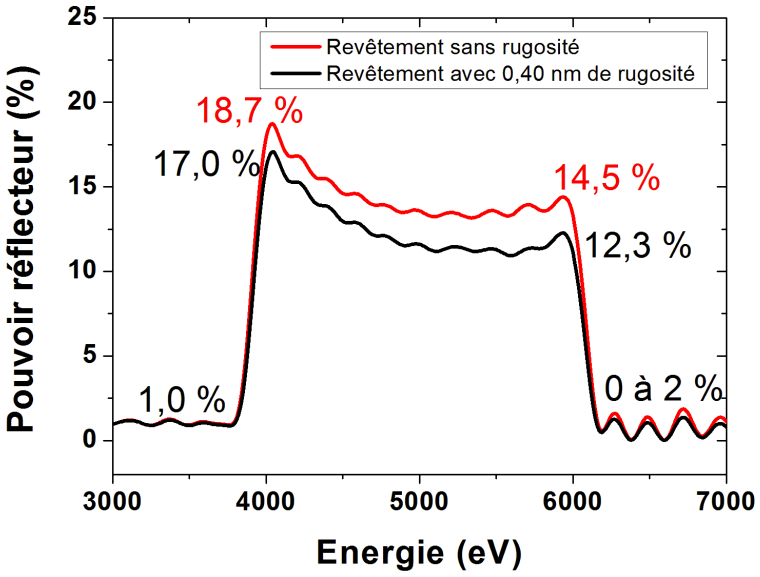


FIGURE *49 – Exemple de réflectivités obtenues avec un revêtement optimisé avec TFCalc® (ligne rouge) et avec le même revêtement en prenant en compte une rugosité de 0,40 nm entre chaque couche (ligne noire).*

3.1.2.3 Méthode d'optimisation

Pour obtenir le meilleur revêtement à déposer, il est nécessaire de définir clairement ce que l'on va optimiser. On optimisera donc le nombre de couches, l'épaisseur de chaque couche pour un nombre de couches donné puis si nécessaire l'épaisseur totale du revêtement. Plusieurs méthodes d'optimisation sont possibles avec TFCalc®, mais l'option la plus intéressante dans nos études s'est avérée être la procédure « needle » ou encore appelée la méthode de « l'aiguille ». Cette procédure avait déjà été choisie au LCF pour une optimisation avec les matériaux Cr/Sc [78]. Elle a été proposée par A. Tikhonravov pour les couches minces optiques dans le visible en 1993 [99]. Le principe est de commencer l'optimisation avec une couche épaisse d'un ou des deux matériaux choisis. Le logiciel

va alors déterminer le meilleur endroit pour insérer une nouvelle couche fine. Le design est optimisé par une méthode locale (« variable metric » ou « gradient »). La procédure réitère le processus jusqu'à atteindre le profil spectral souhaité en réflectivité (figure 50). Le critère d'arrêt est soit un nombre d'itérations défini au départ, soit un écart ϵ égal typiquement à 1.10^{-8}.

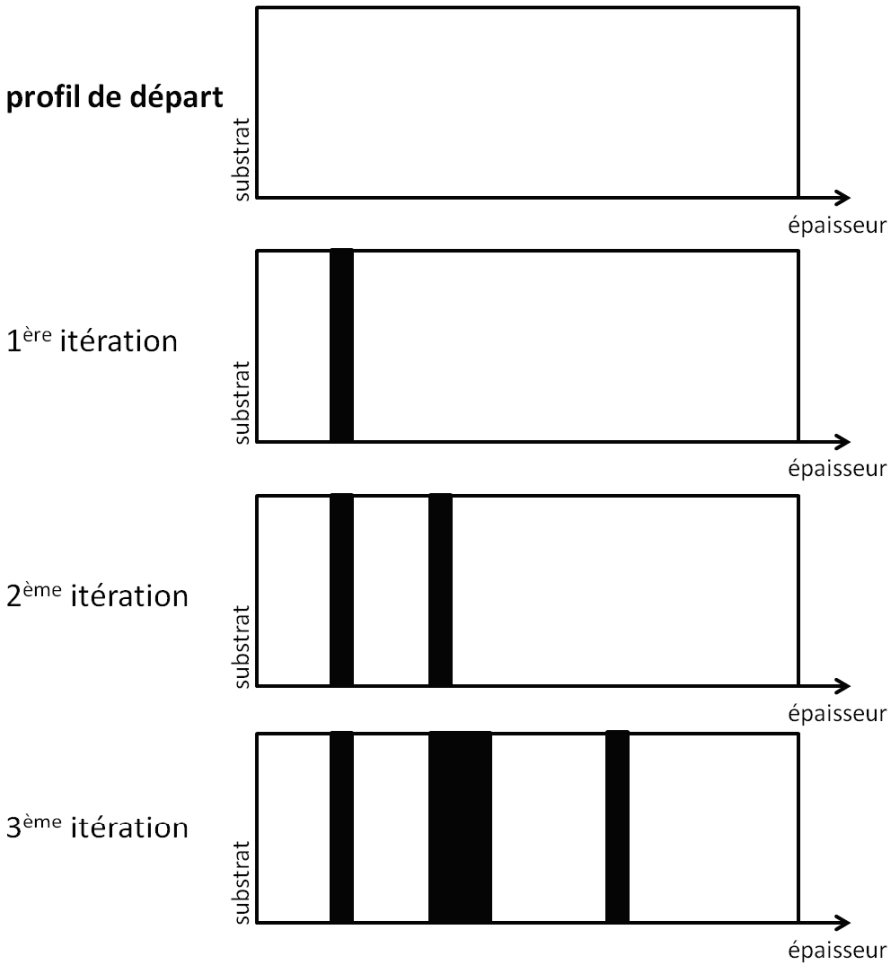


FIGURE *50 – Principe de l'optimisation avec la procédure « needle » sous TFCalc®. A chaque itération le logiciel ajoute une couche fine qu'il fait croître si nécessaire.*

Dans le logiciel, il est nécessaire de définir les matériaux à insérer, qui peuvent être différents des matériaux du design initial, et quelques paramètres afin de guider l'optimisation (figure 51). Une procédure peut être utilisée pour déterminer l'épaisseur totale idéale de départ, elle s'appelle le « tunneling » et elle consiste à faire croître l'épaisseur totale afin d'explorer de nouvelles solutions qui peuvent s'avérer être plus proches du design optimal.

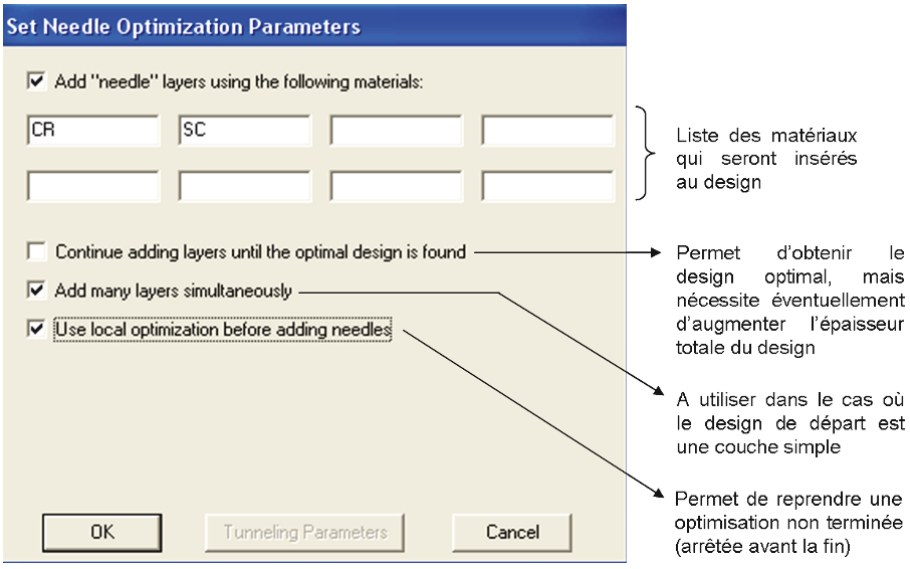


FIGURE *51 – Paramètres d'optimisation avec la procédure « needle ».*

3.2 Dépôt des multicouches par pulvérisation cathodique magnétron

Il existe plusieurs méthodes pour réaliser des miroirs multicouches et la liste n'est pas exhaustive : la pulvérisation cathodique magnétron, la pulvérisation par faisceau d'ions, l'évaporation et l'ablation laser. Je décrirai uniquement la pulvérisation cathodique magnétron, procédé de pulvérisation physique de la matière, que j'ai utilisé pour tous les dépôts durant ma thèse. Cette technique offre un bon compromis par rapport aux critères de qualité recherchés (reproductibilité, contraintes mécaniques, coût, facilité d'utilisation de la méthode).

3.2.1 La pulvérisation cathodique magnétron

La pulvérisation cathodique est une des techniques les plus utilisées pour la fabrication des empilements multicouches X car elle permet la réalisation de dépôts de bonne qualité et reproductibles. Cette technique de dépôt est basée sur la pulvérisation d'un matériau appelé « cible » à l'état solide par l'intermédiaire d'un plasma froid produit dans un gaz rare à basse pression (généralement de l'argon ou du xénon). Dans la plupart des cas, deux types de pulvérisation sont utilisés suivant la nature de la cible. En effet, si la cible est conductrice, on utilisera la pulvérisation cathodique en courant continu (aussi appelée « DC »). Si la cible est isolante, ce sera la pulvérisation cathodique radio-fréquence (encore appelée « RF »).

3.2.1.1 La pulvérisation cathodique DC

Ce type de pulvérisation n'est possible qu'avec des matériaux conducteurs. La cible utilisée est une plaque de quelques millimètres d'épaisseur, qui est fixée sur une électrode (cathode) portée à une tension négative de quelques centaines de volts par rapport au substrat (anode) relié à la masse. Un vide poussé doit d'abord être réalisé à l'intérieur de l'enceinte, de telle manière que la pression soit inférieure à 10^{-5} Pa. Après avoir fait le vide dans l'enceinte, on introduit le gaz rare, par exemple de l'argon (figure 52a). Lorsque la pression du gaz à l'intérieur est comprise entre 0,2 Pa et 1 Pa, la différence de potentiel entre les électrodes entraîne une décharge luminescente. Il y a création d'un plasma froid, composé d'électrons, d'ions et de neutres. Il y a alors ionisation des atomes d'argon. En effet, les électrons attirés vers l'anode viennent frapper les atomes neutres d'argon, ce qui provoque leur ionisation en Ar^+ (figure 52b). Un courant apparaît alors entre les deux électrodes. Les ions positifs sont attirés vers la cathode, de potentiel négatif. Ces mêmes ions vont donc frapper et pulvériser la cible (figure 52c). Les atomes de la cible vont alors être pulvérisés dans toute l'enceinte. Un certain nombre de ces atomes sont recueillis sur le substrat, placé en face de la cible, et vont former une couche mince (figure 52d). Lors de l'impact des ions avec la cible, un petit nombre d'électrons dits primaires va être émis. Ces électrons vont eux-mêmes entrer en collision avec d'autres atomes d'argon et émettre des électrons secondaires. Un phénomène de réaction en chaîne a lieu, ce qui augmente les densités ioniques et électroniques du plasma, on dit que le plasma est auto-entretenu.

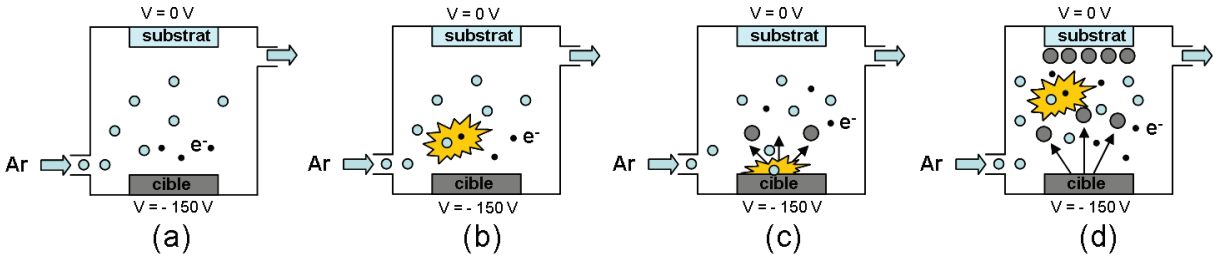


FIGURE 52 – *Schémas de principe de la pulvérisation cathodique DC : (a) introduction du gaz Ar dans l'enceinte sous vide ; (b) création d'un plasma froid : décharge luminescente + ionisation des atomes d'argon en Ar^+ par choc avec les électrons ; (c) pulvérisation de la cible par les ions Ar^+ attirés sous l'effet du champ électrique ; déposition sur le substrat des atomes pulvérisés de la cible : une couche mince se forme.*

3.2.1.2 La pulvérisation cathodique RF

Dans le cas des matériaux diélectriques, il devient compliqué voire impossible d'utiliser la pulvérisation cathodique en mode DC. En effet, l'accumulation des ions argon sur

la cible isolante empêche la formation du courant nécessaire au maintien du plasma. L'utilisation de la pulvérisation radio-fréquence permet de contourner ce phénomène. Pour cela, le signe de la polarisation anode-cathode est changé à grande vitesse (13,56 MHz). Au niveau de la cathode, lors des alternances positives, un grand nombre d'électrons sont attirés alors que lors des alternances négatives, peu d'ions argon sont présents. Ce phénomène s'explique par la différence de masse et donc de mobilité entre les électrons et les ions argon. Les électrons étant plus légers et beaucoup plus mobiles, il y a une accumulation de charges électroniques à la cathode. La conséquence est l'apparition d'un potentiel continu et négatif V_0 à la cathode, la tension résultante est appelée tension d'auto-polarisation. Cette tension permet l'accélération des ions argon vers la cible afin de la pulvériser.

3.2.1.3 Source magnétron

Les machines de pulvérisation sont souvent équipées d'une source magnétron. Cette source est représentée par un ensemble d'aimants placés sous la cible à pulvériser, qui produit un champ magnétique parallèle au plan de la cible. Cela permet aux électrons de rester proches de la cible. Ils suivent alors des trajectoires hélicoïdales autour des lignes de champ magnétique. Ils subissent donc plus de collisions ionisantes près de la cible. La cible sera pulvérisée préférentiellement suivant ces lignes de champs. Cette source magnétron permet donc d'augmenter la présence des ions argon dans une zone proche de la cible et ainsi de réduire la pression de travail dans l'enceinte. Par conséquent, pour une même pression, cela permet d'augmenter la vitesse de dépôt. Par contre, la cible n'est pas consommée de manière homogène suite à la localisation du plasma, ce qui entraîne un usage limité de la cible (de l'ordre de 30 à 35 % de la cible de matériau) (figure 53). Ainsi, la cible doit être changée avant d'avoir été entièrement consommée. Dans un deuxième temps, dans la zone proche du substrat, cela permet de réduire le bombardement électronique et donc l'échauffement du substrat. En travaillant donc à pression plus faible, cela permet d'éviter les risques de contamination par des atomes d'argon dans les films déposés.

3.2.2 Bâti de pulvérisation MP800

La machine utilisée pour tous les dépôts réalisés durant ma thèse est le bâti de pulvérisation cathodique magnétron MP800 [100], fabriqué par la société Plassys® (figure 54). Ce dispositif est installé en salle blanche (ISO classe 6) au Laboratoire Charles Fabry (LCF), de l'Institut d'Optique, dans le cadre de la centrale CEMOX (Centrale d'Elaboration et de Métrologie des Optiques XUV). La machine est une enceinte cylindrique de 800 mm de diamètre, qui possède quatre cathodes sur lesquelles quatre cibles de 200 mm × 80 mm

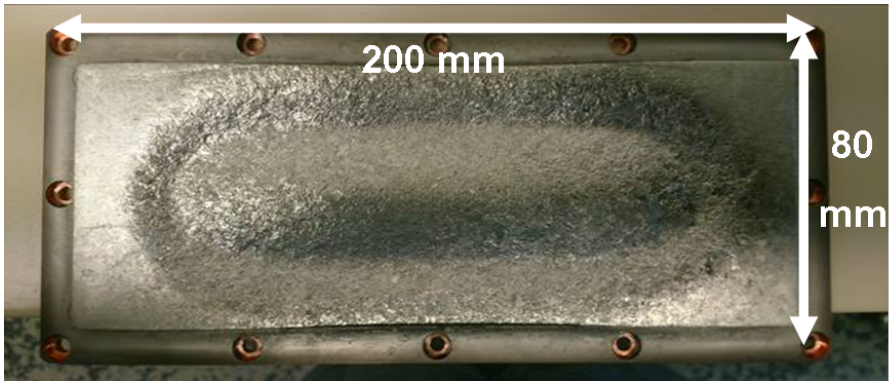


FIGURE 53 – *Cible de scandium du bâti de pulvérisation MP800.*

peuvent être installées. Deux des cathodes fonctionnent en courant continu (pulvérisation DC) et les deux autres en radio-fréquence (pulvérisation RF à 13,56 MHz) (figure 55a). Les valeurs typiques de puissance sont comprises entre 65 et 150 W en mode RF. Les valeurs d'intensité étant comprises entre 0,05 et 0,2 A en mode DC. Le tableau 3.1 récapitule l'ensemble des paramètres et les vitesses de dépôt pour l'ensemble des matériaux utilisés durant la thèse.

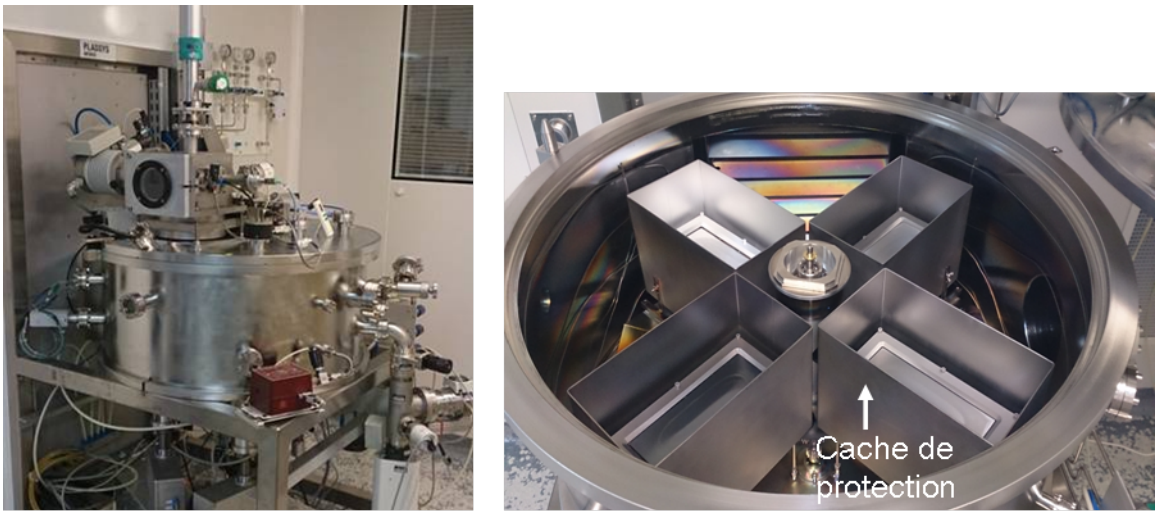


FIGURE 54 – *Machine MP800 vue de face (à gauche) et les cibles en vue de dessus lors d'une ouverture de l'enceinte (à droite).*

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 dans l'enceinte pour générer le plasma est généralement de 0,27 Pa (2 mTorr) et le débit de gaz total est fixé à 50 sccm [1] (tableau 3.2). Afin de confiner

1. sccm = Standard Cubic Centimeters per Minute est une unité de débit massique (= centimètre cube par minute dans les conditions standard de température et de pression, $1sccm = 4,48 \times 10^{17}$

le plasma à la zone au dessus de chaque cible et éviter la contamination inter-cible, chaque cathode possède un cache de protection. Le bâti est équipé d'un sas de transfert, pour éviter de remettre à l'air l'enceinte à chaque dépôt qui permet le transfert d'échantillon de taille inférieure à 128 mm. Le substrat est placé sur un porte-échantillon, situé à 10 cm des cibles (figure 55b), qui possède un mouvement de rotation sur lui-même généralement fixé à 50 tours/min.

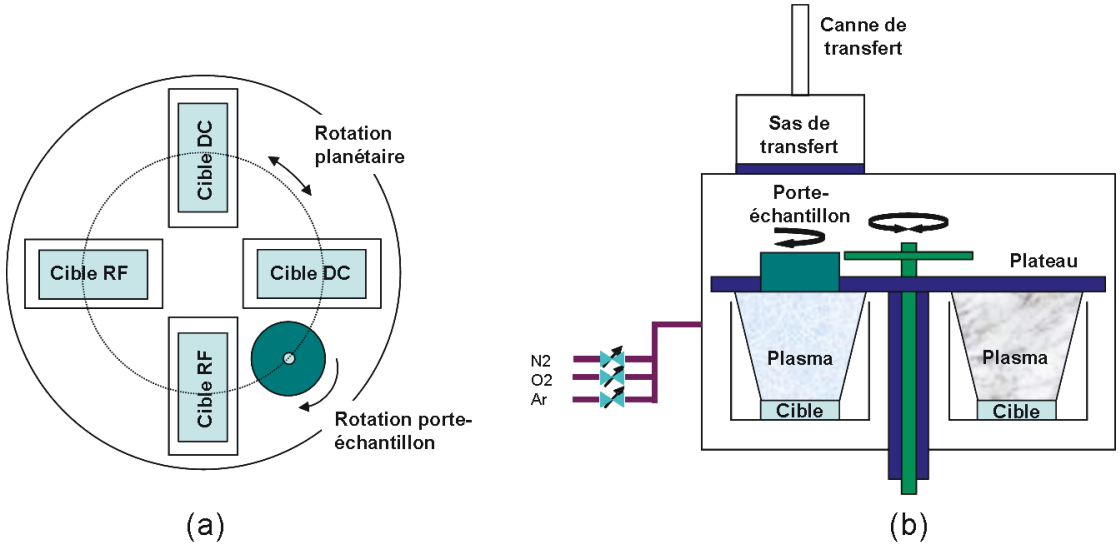


FIGURE *55 – Schéma simplifié de la machine MP800 de pulvérisation cathodique magnétron : (a) vue de dessus ; (b) vue de côté.*

Cette rotation permet de contrôler l'homogénéité de dépôt au niveau azimutal. L'ensemble est placé sur un grand plateau, de taille légèrement inférieure au diamètre de l'enceinte, qui tourne au-dessus des quatre cibles avec une vitesse de rotation qui peut être comprise entre 0,2°/s et 3°/s. L'épaisseur des couches déposées est contrôlée par cette vitesse, appelée « vitesse de passage » [101]. Généralement, on définit la vitesse pour un balayage complet au-dessus d'une cible. Un balayage complet correspond à une rotation planétaire de 90°. Le vide à l'intérieur de l'enceinte est obtenu par deux pompes : une pompe primaire pour atteindre une pression de 1 Pa avec une vitesse de pompage de 80 m^3/h et une pompe cryogénique pour obtenir une pression résiduelle inférieure à 10^{-5} Pa, par piégeage des molécules sur une grille absorbante maintenue à basse température (11 K). Cette température est obtenue par détente d'hélium. Afin de permettre un transfert rapide entre le moment où l'on place l'échantillon dans le sas et son transfert dans l'enceinte de dépôt, une pompe turbomoléculaire associée à une pompe primaire, permet de passer d'une pression atmosphérique à un vide inférieur à 10^{-4} Pa en trente minutes environ. Les programmes de dépôt sont contrôlés par ordinateur. Les dépôts

atomes/seconde).

étant réalisés en mode automatique, il est nécessaire de réaliser un programme de dépôt où doivent apparaître tous les paramètres de contrôle de pression, puissance, courant et les vitesses de passage (tableau 3.3).

Matériaux	Pureté des cibles (%)	Densité ($g.cm^{-3}$)	Puissance (W)	Courant (mA)	Pression (mTorr)
Chrome (Cr)	99,990	7,190	-	50	0,7
Scandium (Sc)	99,950	3,000	50	-	0,7
Silicium (Si)	99,999	2,329	150	-	2,0
Silice (SiO_2)	cible Si + oxydation naturelle	2,200	150	-	2,0
Nickel (Ni)	99,950	8,902	65	-	2,0
Carbure de Silicium (SiC)	99,995	3,217	150	-	2,0
Tungstène (W)	99,950	18,633	-	70	2,0

TABLE *3.1 – Valeurs typiques de pureté des cibles, densité, courant, puissance et pression pour les matériaux utilisés lors des dépôts.*

Paramètres	Valeur
Dimension cible	200 x 80 mm^2 et 6 mm d'épaisseur
Dimension maximale du substrat	127 mm (long) et 35 mm (hauteur)
Vide résiduel de l'enceinte	$5,10^{-6}$ Pa ($3,7.10^{-8}$ Torr)
Vide résiduel du sas	$8,10^{-6}$ Pa ($6,0.10^{-8}$ Torr)
Gaz ionisé	Ar
Débit nominal total	50 sccm
Pression de travail	0,27 Pa (2 mTorr)
Puissance RF1	0 à 1000 W
Puissance RF2	0 à 300 W
Courant DC3	0 à 1000 mA
Courant DC4	0 à 1000 mA
Rotation porte-échantillon	50 tours/min
Vitesse de passage	0°/s à ± 3°/s à ± 0,01°/s
Position absolue du plateau	0 à 359,9° à ± 0,1°

TABLE *3.2 – Principaux paramètres de la machine de dépôt MP800.*

Différentes étapes lors du dépôt	Commentaires
Position RF1 -45 / DC4 +45	Position du porte-échantillon au départ.
Porte-échantillon 50pm	Mise en rotation du porte-échantillon à 50 tours/minute.
Prepulv RF1 DC4 80W / 0.1A 0.7mT 2mn	Prépulvérisation durant 2 minutes des cibles pour nettoyer leur surface avec une pression d'argon de 0,7 mTorr.
Repos RF1 (50W)	Baisse de la puissance sur la cible RF1 (Sc).
Repos DC4 (0.05A)	Baisse du courant sur la cible DC4 (Cr).
Wait 30sec	Pause de 30 secondes.
Loop Start (17)	Début de boucle, avec une répétition fixée à 17 fois.
Depot -90 0.90°/s 1scan (Cr)	1 balayage de -90° avec une vitesse de passage fixée à 0,90°/sec.
Depot +90 0.90°/s 1scan (Cr)	1 balayage de +90° avec une vitesse de passage fixée à 0,90°/sec.
Depot +90 1.13°/s 1scan (Sc)	1 balayage de +90° avec une vitesse de passage fixée à 1,13°/sec.
Depot -90 1.13°/s 1scan (Sc)	1 balayage de -90° avec une vitesse de passage fixée à 1,13°/sec.
Loop End	Fin de la boucle (après les 17 répétitions).
Stop DC4	Remise à 0 du courant au niveau de la cible DC4 : arrêt du plasma
Stop RF1	Remise à 0 de la puissance au niveau de la cible DC4 : arrêt du plasma
Position RF2 -45 / RF1 +45	Position du porte-échantillon à 0° (face au SAS de transfert).
Fin de procédé	Arrêt du débit d'argon.
Pompage 3E-7	Pompage dans l'enceinte jusqu'à atteindre $3{,}10^{-7}$ Torr.

TABLE *3.3 – Exemple de programme de dépôt en mode automatique sur le bâti MP800.*

3.2.3 Procédure d'étalonnage des épaisseurs

L'étalonnage des épaisseurs des matériaux a lieu en plusieurs étapes, d'abord un étalonnage en couche mince puis en multicouche. Ces étalonnages nous permettent de définir les vitesses de passage au-dessus des cibles lors des dépôts.

3.2.3.1 Étalonnage de matériaux en couche mince

La détermination de la vitesse de dépôt (nm/balayage) d'un matériau en couche mince est obtenue par la caractérisation en réflectométrie X rasants (cf. paragraphe 3.3.1) de deux dépôts de ce matériau, réalisés à deux vitesses de passage différentes. Ce type de mesure permet de déterminer l'épaisseur déposée pour chaque dépôt. L'objectif est d'obtenir la droite d'étalonnage « épaisseur par balayage en fonction de l'inverse de la vitesse de passage ». A partir de cette droite, nous pouvons alors définir le coefficient directeur de la droite passant par 0 du type $y = a \times x$. Ce coefficient a que nous appellerons « coefficient de dépôt » (tableau 3.4) permet par la suite de définir quelle vitesse de passage il faut choisir suivant l'épaisseur par balayage souhaitée. Il sera nécessaire de redéfinir assez régulièrement ce coefficient. En effet, celui-ci risque de changer avec la consommation et l'âge de la cible. La figure 56 présente un exemple de cet étalonnage avec du scandium pulvérisé avec une puissance de 50 W à une pression d'argon de 0,7 mTorr. Dans cet exemple, on en déduit que le coefficient de dépôt est égal à 2,469 nm.°/s. Un balayage correspond à un passage au-dessus de la cible de 90°, mais en réalité le substrat n'est au-dessus de la cible que sur 40°. Ainsi, la vitesse de dépôt résultante est le rapport du coefficient de dépôt par 40°. La vitesse de dépôt est donc de 0,062 nm/s. L'ensemble des étalonnages qui ont été réalisés en couche mince est présenté dans le tableau 3.4.

Matériaux	Coefficient de dépôt (nm.°/s)	Vitesse de dépôt (nm/s)
Chrome (Cr)	1,470	0,037
Scandium (Sc)	2,469	0,062
Silicium (Si)	3,490	0,087
Nickel (Ni)	0,439	0,011
Carbure de Silicium (SiC)	2,041	0,051
Tungstène (W)	1,558	0,039

TABLE *3.4 – Vitesses de dépôt des matériaux utilisés sur le bâti MP800.*

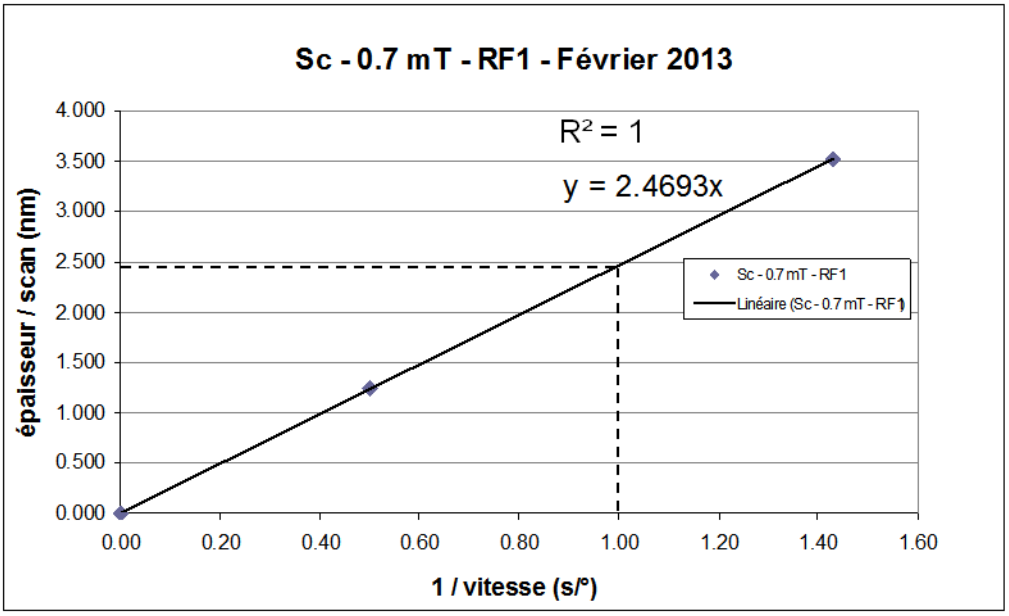


FIGURE *56 – Droite d'étalonnage d'un matériau déposé en couche mince par pulvérisation cathodique magnétron.*

3.2.3.2 Étalonnage de matériaux en multicouche

L'étalonnage de matériaux en multicouches (généralement à deux matériaux) permet de déterminer les vitesses de passage de chaque matériau en prenant en compte les effets d'interface (diffusion, réactions physico-chimiques,...). Cette étape est très importante pour bien appréhender les éventuelles réactions physico-chimiques entre matériaux. En effet, dans la plupart des cas, une couche interfaciale se crée à la jonction entre deux matériaux. Dans la plupart des cas, cette couche sera stable dans le temps. Durant les différentes études, afin de simplifier l'analyse des multicouches, la plupart du temps nous avons utilisé un modèle à deux couches pour effectuer les simulations du pouvoir réflecteur. Pour mener à bien ce type d'étude, il faut réaliser un certain nombre de dépôts dont les épaisseurs sont caractéristiques de celles utilisées dans la formule finale du miroir non-périodique souhaité. Après caractérisation, les épaisseurs ajustées (« fittées ») sont souvent différentes de celles attendues et obtenues en couches minces. Cela permet ensuite d'effectuer les corrections sur les vitesses en prenant donc en compte les effets d'interfaces.

3.2.3.3 Calcul des vitesses de dépôt

Les effets d'interface sont pris en compte par l'intermédiaire d'équations, appelées « équations en multicouches » (figure 57). L'épaisseur ajustée correspond à celle obtenue en multicouches par rapport à celle qui était visée en couche mince. Elles sont valables

pour un couple de matériaux donnés et permettent de corriger la vitesse de passage pour obtenir l'épaisseur souhaitée.

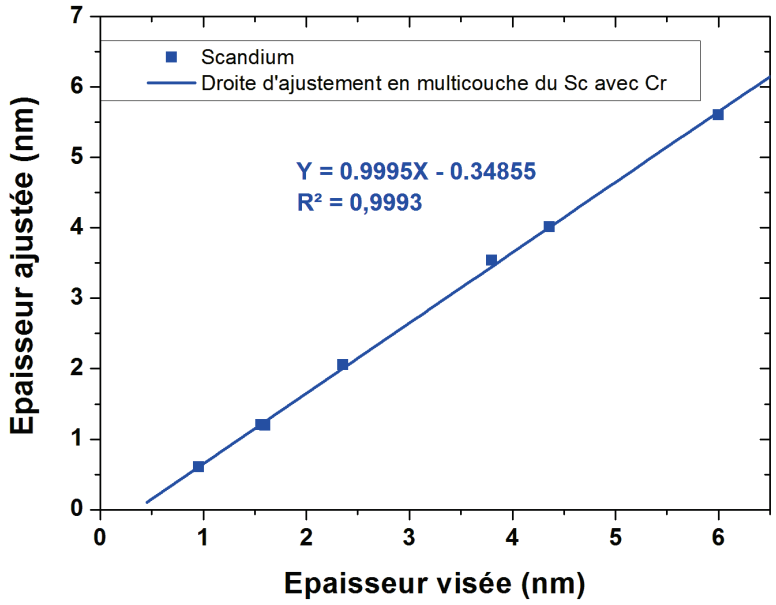


FIGURE 57 – *Équation en multicouche du Sc, dans le cas du Cr/Sc.*

Un extrait d'un fichier Excel, permettant d'obtenir les vitesses de passage lors d'un dépôt, est présenté dans le tableau 3.5. La vitesse de passage correspond à la vitesse obtenue dans le cas de « l'épaisseur visée » en couche mince. Cependant, l'épaisseur réellement obtenue est « l'épaisseur voulue », qui prend en compte les équations en multicouche.

épaisseur voulue Cr = épaisseur visée * 1,06787 - 0,057573
épaisseur voulue Sc = épaisseur visée * 0,99946 - 0,348555

numéro	matériau	épaisseur voulue (nm)	épaisseur visée (nm)	nombre de balayages	**vitesse de passage vp (°/s)**
1	*Cr*	*1,95*	*1,88*	*1*	***0,78***
2	Sc	2,11	2,46	1	**1,00**
3	*Cr*	*1,95*	*1,88*	*2*	***1,56***
4	Sc	2,11	2,46	2	**2,00**

TABLE *3.5 – Détermination de la vitesse de passage* v_p.

La figure 58 représente le synoptique simplifié de la procédure à suivre pour la détermination des vitesses de passage pour chaque matériau dans le cadre de dépôts multicouches.

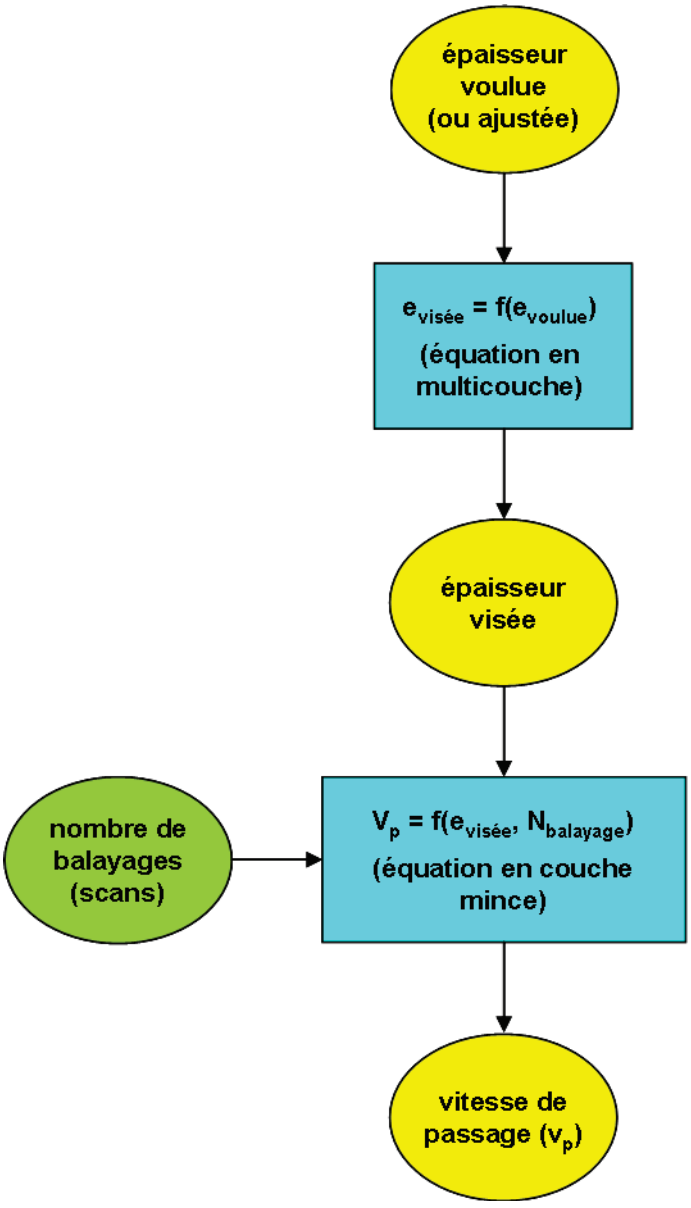


FIGURE *58 – Synoptique de détermination des vitesses de passage.*

3.2.4 Profilomètre hétérodyne Zygo 5500

Dans le cadre de nos études, nous avons souhaité vérifier à plusieurs reprises la rugosité de nos substrats nus. Pour cela, nous avons utilisé le profilomètre de chez Zygo®, modèle 5500, disponible au Laboratoire Charles Fabry (figure 59), qui permet une mesure rapide et sans contact de la rugosité de surface. Il mesure le profil de la surface par interférométrie hétérodyne. L'échantillon à mesurer est posé sur un plateau en rotation. La surface mesurée est illuminée par deux faisceaux lasers HeNe de fréquences légèrement différentes. Un des deux faisceaux est focalisé sur l'axe de rotation de la zone de surface testée, qui sert de référence, et fournit le premier profil. Ensuite, le deuxième faisceau légèrement décalé fournit un deuxième profil de surface et permet de déterminer précisément les variations de hauteur le long du cercle balayé par le faisceau lors de la mesure. Quand les deux faisceaux réfléchis interfèrent, la différence de phase des deux faisceaux est directement liée à la différence de hauteur entre les deux points éclairés sur la surface. Comme l'un des points est fixe (référence), l'autre point représente le profil. Les spécifications du profilomètre sont présentées dans le tableau 3.6.

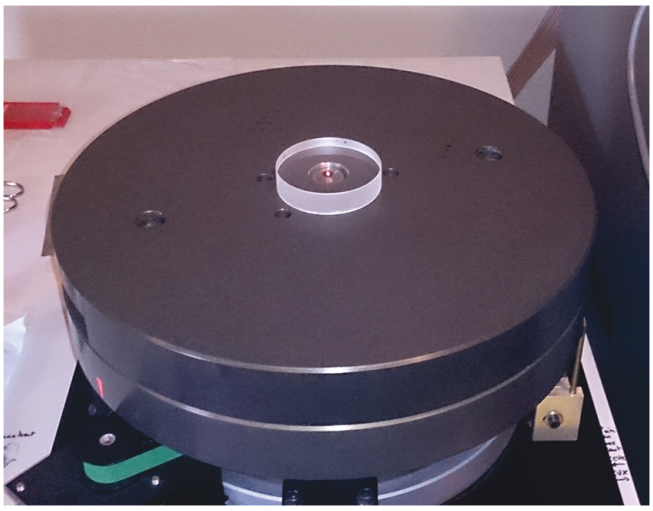


FIGURE *59 – Échantillon sur le plateau du profilomètre hétérodyne Zygo 5500.*

Plage de mesure verticale	De 0,01 nm à 150 nm P.V. en rugosité
Bruit statique de mesure	Environ 5 pm
Taille faisceau	Environ ø 2,0 µm
Echantillonnage	1,0 µm (équivalent à 1024 points)
Répétabilité verticale	Moins ou égale à 0,01 nm rms ou 2% de la valeur rms
Longueur de balayage	1,0 mm de circonférence
Vitesse de balayage	30 sec/ tour (soit une séquence de 1024 points)

TABLE *3.6 – Spécifications et performances du profilomètre Zygo 5500.*

3.3 Caractérisation des miroirs par réflectométrie

Durant la thèse, les différents miroirs ont nécessité d'être caractérisés avec différents instruments. J'ai eu accès à un réflectomètre à rayons X rasants à énergie fixe au Laboratoire Charles Fabry, qui permet de réaliser des balayages en angle. Grâce à cette technique, nous avons obtenu des informations concernant les épaisseurs des couches et les effets d'interfaces des revêtements multicouches des miroirs. Pour comparer les épaisseurs ajustées et les valider, j'ai aussi eu accès au rayonnement synchrotron, afin de réaliser d'autres balayages en angle à d'autres énergies de travail. Ce type d'installation nous a aussi permis de réaliser des spectres en énergie à angle fixe, très important dans nos études pour valider les spectres de nos miroirs définitifs.

3.3.1 Réflectométrie à rayons X rasants avec une source Cu Kα

Chaque échantillon a été mesuré sur le goniomètre à rayons X rasants (GRX) du Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique. Ce réflectomètre appelé « Discover D8 » est une machine fabriquée par la société BRUKER® (figure 60). Dans un tube cathodique, comportant un filament, circule un courant de 40 mA fournit par un générateur à haute tension de 40 kV. Les électrons circulant dans le filament sont accélérés et bombardent une anode en cuivre, sous l'effet de la différence de potentiel de 40 kV. Or, lorsqu'une cible solide est bombardée par un faisceau d'électrons, ceux-ci sont freinés par répulsion coulombienne et déviés par le champ électrique des noyaux de la cible. Cela crée un flux de photons dont le spectre en énergie est quasiment continu, ce rayonnement est appelé rayonnement continu de freinage ou *Bremsstrahlung*. De plus, certains électrons expulsent des électrons de cœur des atomes de la cible, créant des lacunes dans les couches internes. Les atomes se trouvent alors dans un état excité instable et tendent à retourner dans leur état fondamental : les lacunes sont comblées par des électrons des niveaux de cœur supérieurs et de la bande de valence. Dans le cas de l'émission Kα du cuivre, il s'agit d'une transition électronique entre deux niveaux de cœur. L'excès d'énergie est émis sous forme de photons. L'énergie des photons émis est égale à la différence des couches concernées. Le spectre des photons est un spectre discret de raies superposé au rayonnement de freinage (*Bremsstrahlung*). C'est la raie $K\alpha$ du cuivre à E = 8,048 keV, ayant le maximum d'intensité, qui est ensuite utilisée lors de nos mesures. Elle est filtrée par un miroir multicouche collimateur de Göbel [102] en Ni/C, localisé à la sortie du tube à rayons X et qui permet aussi de collimater le faisceau incident. Un absorbeur rotatif, combiné à un scintillateur, fournit une détection linéaire de plus de sept décades. Des fentes de Soller permettent de limiter la divergence axiale (ce sont des lames de cuivre parallèles, qui absorbent les rayons qui ne sont pas parfaitement parallèles à l'axe optique du goniomètre).

Des fentes horizontales, de 0,1 mm et 0,8 mm, permettent de limiter la divergence radiale et déterminent l'intensité atteignant le détecteur. La courbe de réflectivité est obtenue en mesurant le faisceau réfléchi en faisant varier l'angle d'incidence rasant du faisceau incident sur le miroir (configuration en balayage $\theta - \theta$). La précision mécanique angulaire est meilleure que 0,01°.

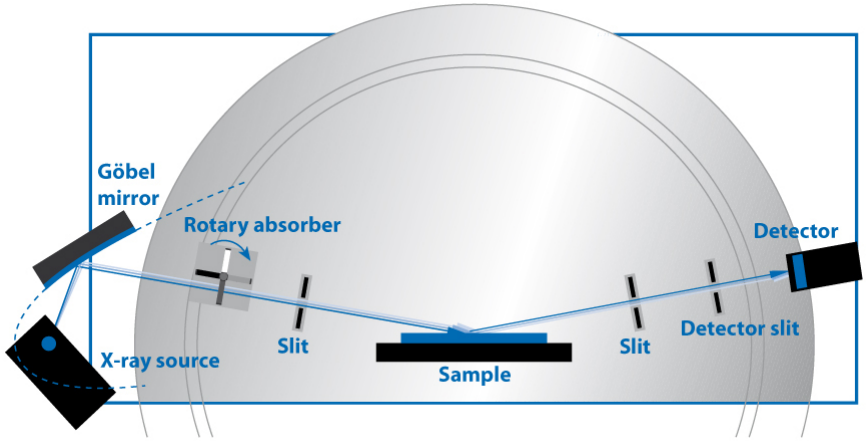


FIGURE *60 – Principe de fonctionnement du réflectomètre à rayons X rasants Discover D8 (source : site internet BRUKER®).*

3.3.2 Rayonnement synchrotron

Le rayonnement synchrotron est une source de lumière qui permet d'explorer la matière. La théorie classique du rayonnement a été établie à la fin du 19ème siècle [103], alors que la théorie électrodynamique n'a été obtenue qu'en 1949 [104] [105]. Le rayonnement synchrotron est l'émission d'ondes électromagnétiques par des particules chargées qui, accélérées à des vitesses voisines de celle de la lumière, perdent de l'énergie lorsqu'elles sont déviées. Les premières machines avaient des circonférences de quelques mètres et des énergies de quelques millions d'électronvolts. Actuellement, les synchrotrons de dernière génération font quelques centaines de mètres voire un kilomètre de circonférence. Par exemple le synchrotron SOLEIL (Saclay, France), synchrotron de 3ème génération (figure 61), a une circonférence de 354 m et l'énergie de la machine a été définie (E = 2,75 GeV) pour obtenir un large domaine d'énergie allant de l'infrarouge (1 eV) aux rayons X durs (50 keV). Pour caractériser la performance de la source, on utilise la notion de brillance, qui correspond à un nombre de photons par seconde, par unité d'angle de divergence, de surface de source et de largeur spectrale. A SOLEIL, elle peut atteindre la valeur 10^{20} photons/s/mm^2/mrad^2/0,1 % de $\Delta\lambda/\lambda$. Le faisceau est de très faible ouverture (environ

0,5 mrad), ce qui implique une très faible divergence verticale. Le rayonnement est pulsé car les particules (ici des électrons) sont émises par paquets à intervalle régulier, avec des bouffées de 50 ps toutes les 3 ns. Le faisceau issu de l'anneau est « blanc » (i.e. contient toutes les longueurs d'onde de l'infrarouge aux rayons X durs), une énergie est ensuite sélectionnée en entrée de ligne par l'intermédiaire de différentes optiques.

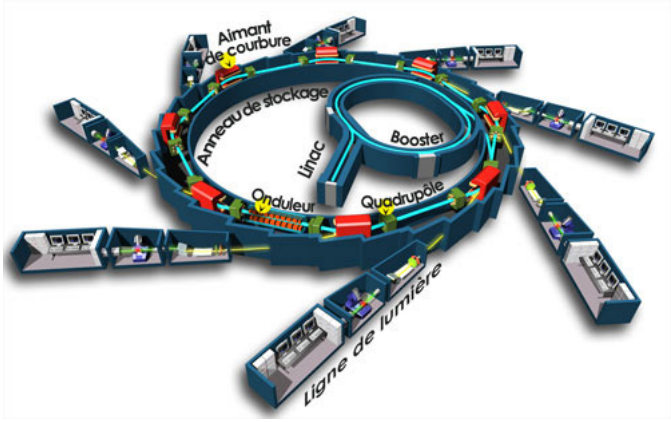


FIGURE *61 – Schéma de principe d'un synchrotron (source : site internet du synchrotron SOLEIL).*

3.3.2.1 Ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL

Certaines mesures du pouvoir réflecteur de mes miroirs furent aussi réalisées sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL [106] (figure 62). Cette ligne est composée de deux branches couvrant des énergies comprises entre 30 eV et 40 keV et offrant un accès possible à la lumière blanche provenant de l'anneau. Ces deux branches, présentées par la suite, sont respectivement nommées les branches XUV et X-durs.

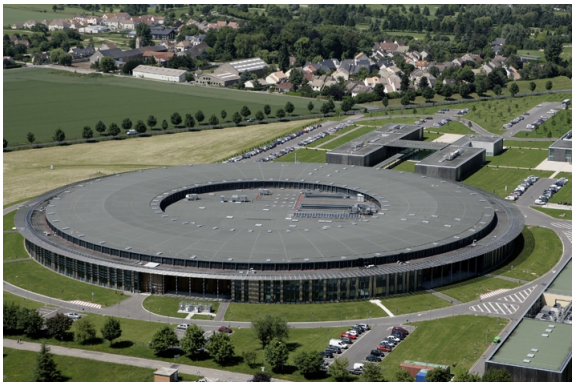


FIGURE *62 – Synchrotron SOLEIL vu du ciel (source : site internet du synchrotron SOLEIL).*

3.3.2.1.1 Branche X-durs

La branche X-durs de la ligne « Métrologie » du synchrotron SOLEIL (figure 63) est équipée d'un monochromateur composé de trois pistes :

- deux cristaux de silicium Si (111) qui permettent de travailler sur une plage d'énergie comprise entre 3 et 28 keV.
- un miroir multicouche Ni (1,94 nm)/C (1,94 nm) associé à un réseau multicouche « Variable Line Spacing » (VLS) plan lamellaire avec gravure à pas variable, permettant l'accès à une gamme d'énergie comprise entre 0,5 et 3 keV.
- un miroir en nickel (60 nm) associé à un réseau VLS plan lamellaire avec gravure à pas variable pour la gamme comprise entre 0,1 et 0,8 keV.

Il y a trois jeux de fentes qui permettent d'ajuster la taille du faisceau et de réduire le flux en différents points de la ligne. Dans chaque cas, elles sont constituées de deux lèvres que l'on peut déplacer indépendamment. La première fente (FV1) est uniquement verticale et se trouve avant le monochromateur. Les deux autres fentes sont à la fois verticales et horizontales et se trouvent respectivement après le monochromateur (FV2 et FH2) et devant le goniomètre (FV3 et FH3). Un miroir elliptique M1 et un miroir plan courbable M2 permettent de focaliser le faisceau. Dans mes études, nous n'avons jamais utilisé les miroirs M1 et M2 puisque nous travaillions toujours en faisceau monochromatique non focalisé. Le pompage différentiel permet une différence de vide entre la chambre expérimentale (10^{-6} mbar) et la partie de ligne située en amont (10^{-9} mbar).

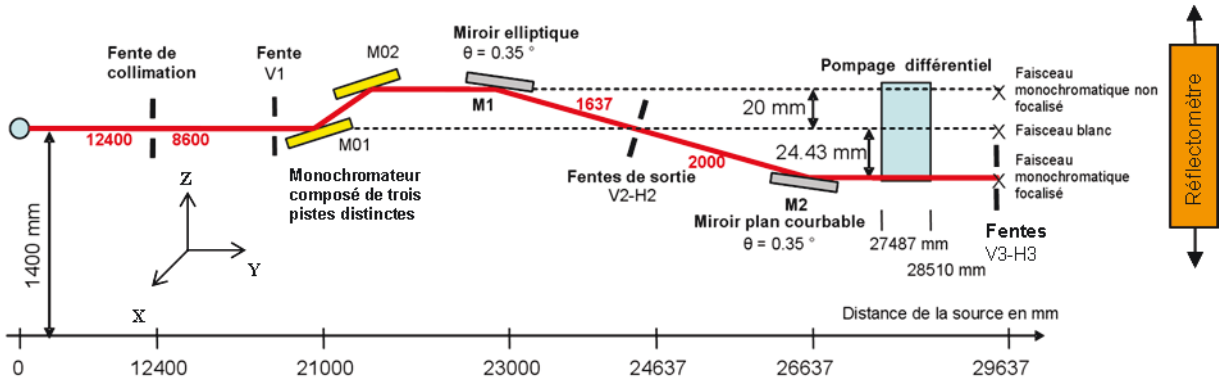


FIGURE *63 – Branche X-durs de la ligne « Métrologie ».*

Les miroirs à caractériser sont placés sur un support (figure 64) et insérés dans un réflectomètre à vide très poussé (ultra-high vacuum reflectometer) (figure 65), qui se trouve derrière le pompage différentiel. D'après sa fiche technique, ce réflectomètre fournit une résolution angulaire de 0,005°, avec une précision de 0,0003°. Cependant, en pratique dans la configuration de nos mesures, il est difficile d'avoir une résolution angulaire mieux que le millième de degré. La platine se trouvant à l'intérieur et où est fixé le support se

déplace de 80 mm en X (± 40 mm) et de 150 mm selon les axes Y et Z (± 75 mm selon chaque direction) (figure 63).

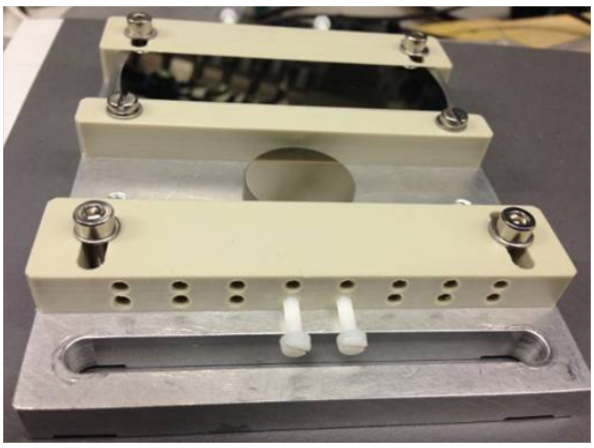


FIGURE *64 – Support universel avec 2 miroirs, avant installation dans l'enceinte de mesure.*

FIGURE *65 – Réflectomètre (à gauche) et platine à l'intérieur de celui-ci (à droite) sur la ligne X-durs.*

Pour les mesures, nous avons généralement utilisé une fenêtre de béryllium de 25 µm d'épaisseur, installée en entrée du réflectomètre, et une photodiode en silicium AXUV100 GAl (surface de 1 cm^2, avec un dépôt de quelques dizaines de nanomètres en aluminium), équipée d'une fente de collimation de 1 × 5 mm^2 (figure 66). Ces deux composants permettent de supprimer le signal parasite induit par le visible et l'infrarouge provenant de

la source et des codeurs gérant les moteurs à l'intérieur du réflectomètre, respectivement. L'intensité du courant était mesurée par un ampèremètre de type KEITHLEY 6517B. La mesure de réflectivité est obtenue en mesurant tout d'abord le courant de référence (faisceau direct) de la diode (i_{d0}) en soustrayant le courant d'obscurité (i_b). Ensuite, le miroir est placé dans le faisceau et on mesure à nouveau le courant de la diode (id_{d1}) en soustrayant à nouveau le courant d'obscurité. La réflectivité est donc donnée par le rapport :

$$R = \frac{i_{d1} - i_b}{i_{d0} - i_b} \tag{3.8}$$

Le principe est décrit sur la figure 67.

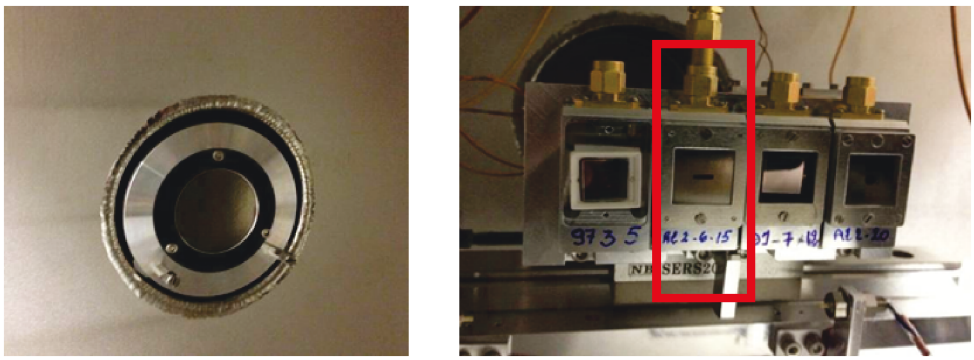


FIGURE 66 – *Fenêtre de béryllium (à gauche) et diode de référence (à droite en rouge).*

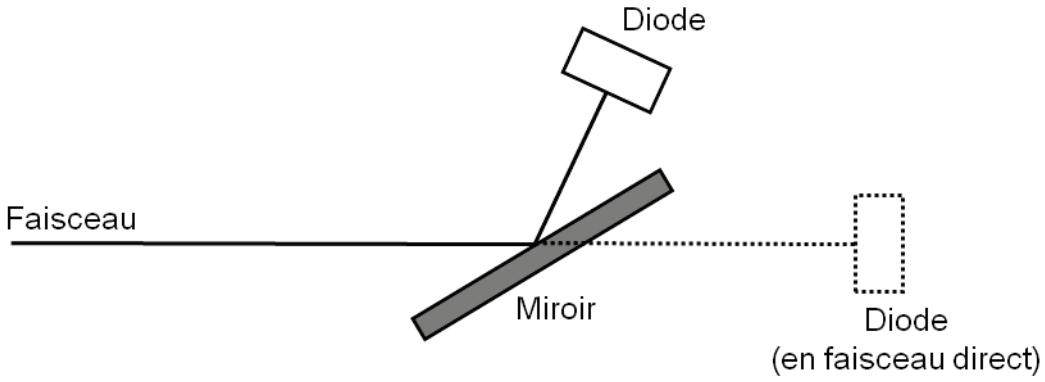


FIGURE 67 – *Schéma de principe de la mesure du pouvoir réflecteur d'un miroir.*

3.3.2.1.2 Branche XUV

La branche XUV de la ligne « Métrologie » est présentée sur la figure 68. Un premier miroir sphérique M1 dévie le faisceau provenant de la source et le focalise horizontalement.

Un second miroir M2 focalise la lumière sur le monochromateur composé d'un réseau plan VLS à pas variable. Trois réseaux sont disponibles : 75, 300 ou 1200 traits/mm. Un troisième miroir plan courbable M3 permet de faire varier la focalisation verticale. Un ensemble de filtres et un coupeur d'ordres permettent de sélectionner l'énergie souhaitée avec la bonne pureté spectrale au niveau du réflectomètre (figure 69). Plus précisément :

- le *réseau plan VLS dispersif* : son choix est lié à la gamme spectrale à étudier (75 traits/mm de 45 eV à 600 eV, 300 traits/mm de 300 eV à 1,6 keV et 1200 traits/mm de 600 eV à 1,8 keV). Son angle détermine l'énergie réfléchie vers la voie de mesure.
- le *coupeur d'ordres* (appelé aussi *filtre passe-bas*) : il est constitué de trois miroirs dont on peut choisir l'angle et la nature du revêtement (Ni, Cr, Si ou C) : son insertion dans le faisceau limite les ordres supérieurs, mais réduit le flux disponible.
- le(s) *filtre(s)* : c'est un film mince choisi pour ses propriétés d'absorption et de transmission dans le domaine spectral d'intérêt, qui permet aussi d'éliminer le faisceau visible-UV résiduel.

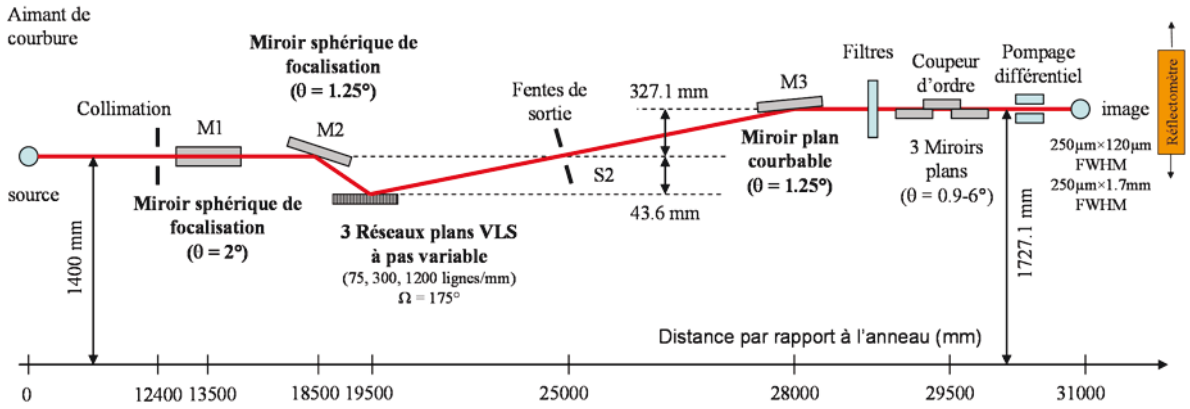


FIGURE *68 – Branche XUV de la ligne « Métrologie ».*

Les miroirs sont installés sur le support universel puis dans le réflectomètre à vide très poussé (ultra-high vacuum reflectometer). Ce réflectomètre fournit le même type de résolution angulaire que sur la ligne X-durs à savoir 0,001°. Pour les mesures, il a fallu utiliser une photodiode en silicium flashée aluminium AXUV100 GAl (identique à celle utilisée sur la branche X-durs), équipée d'une fente de collimation de 1×5 mm^2 (figure 70). Nous travaillions sur cette branche en configuration « faisceau monochromatique focalisé ». La mesure du courant de la diode est effectuée par un électromètre KEITHLEY 6517B. La mesure de réflectivité est obtenue de la même manière que sur la branche X-durs (paragraphe 3.3.2.1.1, formule 3.8).

Les conditions d'utilisation de la ligne lors de mes mesures sont présentées dans le tableau ci-dessous :

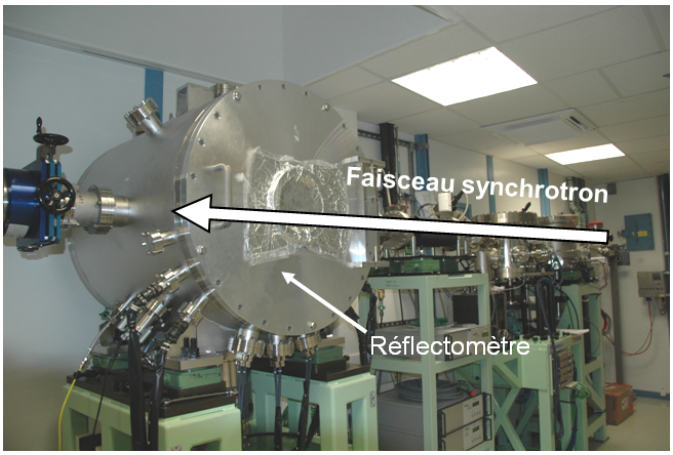


FIGURE *69 – Cabine d'expérience de la branche XUV.*

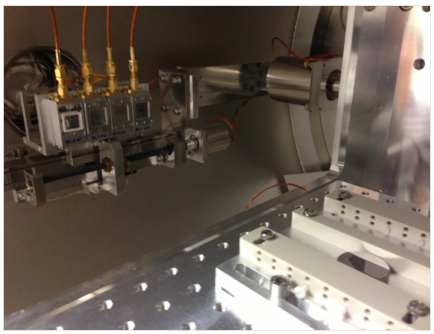


FIGURE *70 – Installation des diodes dans les boitiers (à gauche) et montage dans le réflectomètre (à droite).*

Domaine	Domaine (eV)	E (eV) alignement	Réseau	Filtre passe-bas	Filtre ligne
D6	450 - 560	500	R 300	Si 1,1°	Co 0,5 µm
D7	580 - 900	700		Si 1,1°	Cu 0,9 µm
D8	910 - 1090	1000	R 1200	Si 1,1°	B 0,4 µm
D9	1100 -1800	1400		-	B 0,4 µm

TABLE *3.7 – Domaines d'énergie utilisés pour les caractérisations.*

3.3.2.2 Ligne de métrologie X du Physikalisch-Technische Bundesanstalt

La ligne de métrologie FCM (Four Crystal Monochromator) du laboratoire Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) du synchrotron BESSY II [107] est équipée d'un monochromateur à quatre cristaux (InSb pour la gamme 1,75 keV – 3,1 keV et Si pour la gamme 3,0 keV – 10 keV) (figure 71), qui couvre le domaine spectral [1,75 keV – 10 keV]. Les miroirs sont fixés sur un support fourni par le PTB (figure 72), et le tout est inséré dans un goniomètre qui possède des mouvements de rotation pour l'échantillon et le détecteur ($\theta - 2\theta$), dont les résolutions angulaires sont de 0,001°. La taille de faisceau typique en entrée du réflectomètre est 0,3 mm (vertical) × 0,5 mm (horizontal) et la divergence du faisceau est de 0,02° en vertical et horizontal.

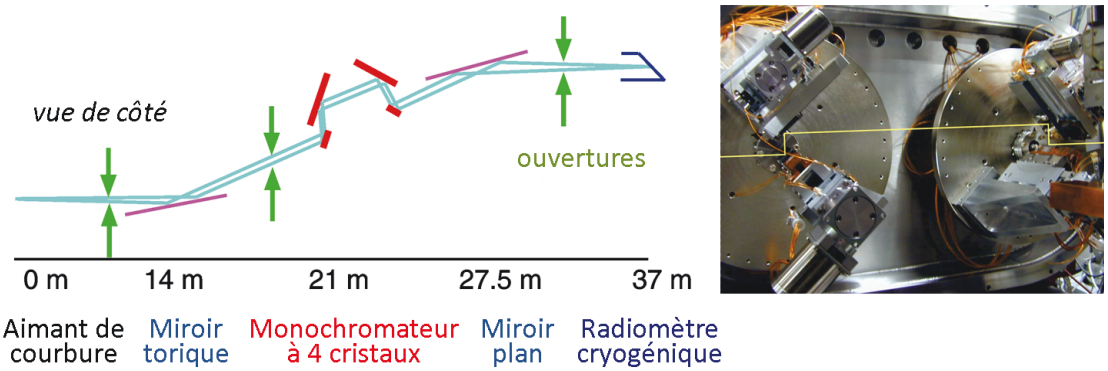


FIGURE *71 – Ligne FCM équipée d'un monochromateur 4 cristaux (source : PTB).*

Dans le cadre de nos mesures, deux procédures différentes ont été utilisées selon que les mesures étaient effectuées en dessous ou au-dessus de 3 keV. En effet, pour les énergies supérieures à 3 keV, on intercalait une photodiode en silicium en transmission entre le monochromateur et le goniomètre, qui mesure le courant de normalisation proportionnel au courant synchrotron. Dans les deux cas, le courant d'obscurité était considéré comme négligeable.

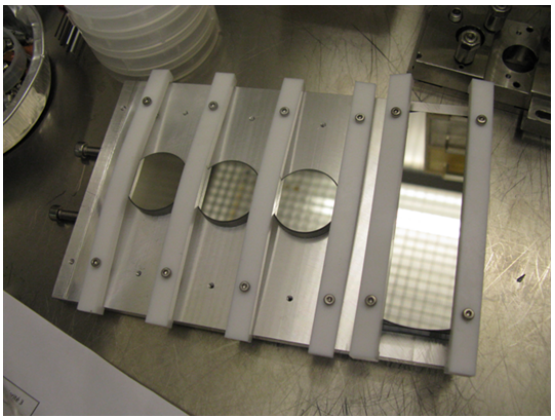


FIGURE 72 – *Miroirs assemblés sur le support (taille des miroirs : 25,4 mm de diamètre et 80 x 25 mm²).*

3.3.2.2.1 Métrologie en dessous de 3 keV

La mesure de réflectivité est obtenue en mesurant tout d'abord le courant de référence d'une diode en silicium (i_{d0}) et le courant synchrotron (i_{s0}) (aussi appelé « courant machine »). Ensuite, le miroir est placé dans le faisceau et on mesure à nouveau le courant de la diode (i_{d1}) et le courant synchrotron (i_{s1}). Le pouvoir réflecteur est donné par le rapport :

$$R = \frac{i_{d1}/i_{s1}}{i_{d0}/i_{s0}} \tag{3.9}$$

3.3.2.2.2 Métrologie au dessus de 3 keV

La mesure de réflectivité s'effectue là aussi en deux temps : on mesure le courant correspondant au faisceau incident sur une diode en silicium (i_{d0}) et le courant sur une photodiode en silicium (i_{t0}) placée en amont opérant en transmission. Ensuite, le miroir est placé dans le faisceau et on enregistre le faisceau réfléchi (i_{d1}) ainsi que le courant de normalisation de la photodiode (i_{t1}). Le principe est décrit ci-après sur la figure 73 :

La réflectivité absolue est alors calculée comme le rapport du faisceau réfléchi sur le faisceau direct, tous deux normalisés par le courant mesuré par la photodiode :

$$R = \frac{i_{d1}/i_{t1}}{i_{d0}/i_{t0}} \tag{3.10}$$

La dimension du faisceau est mesurée sur une caméra CCD (aussi utilisée pour l'alignement) située derrière le miroir mesuré.

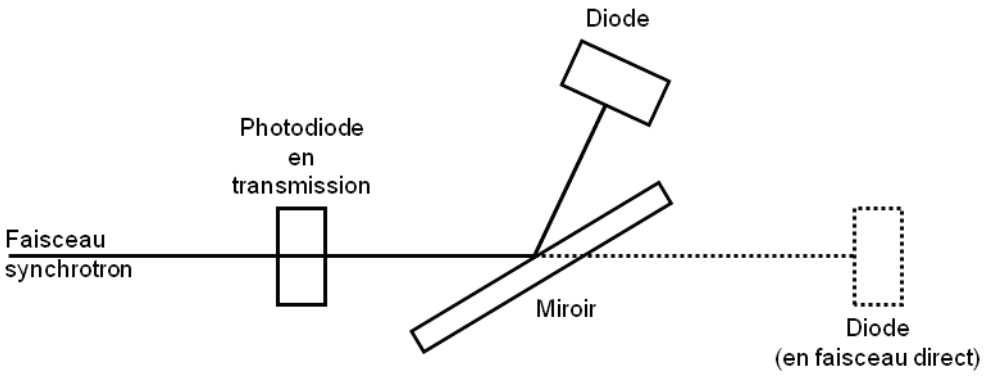


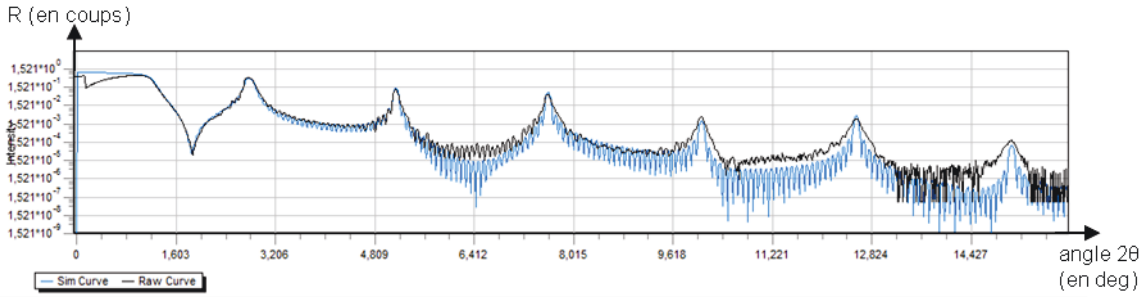
FIGURE *73 – Schéma de principe de la mesure du pouvoir réflecteur d'un miroir sur la ligne FCM du PTB (cas $E > 3$ keV).*

3.3.3 Analyse des courbes de réflectivité

3.3.3.1 Détermination des épaisseurs et ajustement des vitesses de dépôt

Pour ajuster les épaisseurs déterminées par les mesures, j'ai utilisé le logiciel de simulation Leptos® [108], disponible au Laboratoire Charles Fabry. Ce logiciel permet de calculer le pouvoir réflecteur théorique d'une structure multicouche et d'ajuster les épaisseurs en utilisant l'algorithme Genetic (figure 74). Pour corroborer les ajustements, j'ai aussi utilisé le logiciel libre IMD [35], qui permet de calculer le pouvoir réflecteur théorique d'une structure multicouche arbitraire i.e. composée d'un nombre quelconque de couches, d'épaisseurs différentes et de matériaux divers. Son calcul utilise les indices optiques des différents matériaux. Ce dernier contient plusieurs tables d'indices mesurés expérimentalement, en particulier celles d'Henke [13], et certains éléments extrapolés par la formule de Kramer.

Dans mes différentes études, j'ai souvent utilisé le goniomètre à rayons X fonctionnant à 8,048 keV du LCF car il était accessible et très souvent disponible juste après avoir réalisé les dépôts. Ainsi, les différents étalonnages ont pu être menés assez rapidement. Dans la plupart des cas, les miroirs ont été mesurés a posteriori sur les autres installations et à différentes énergies (3 keV et 5 keV) afin de confirmer les ajustements des épaisseurs. Une fois les épaisseurs ajustées, j'ai donc corrigé le fichier Excel permettant de déterminer les vitesses de passage (cf. paragraphe 3.2.3.3, tableau 3.5), afin de prendre en compte les effets d'interface en multicouche.



N	R	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Profile	Grading	Density T	Density B	Density N	SLPeriod
1	1	SiC	density	3.6000	0.4000	No Gradient	10	3.21700	3.21700	3.21700	3,6000
2	30	W-am	density	0.6000	0.4500	No Gradient	10	18.63340	18.63340	18.63340	5,6900
3	30	SiC	density	2.8200	0.2500	No Gradient	10	3.21700	3.21700	3.21700	5,6900
4	30	W-am	density	0.6000	0.4500	No Gradient	10	18.63340	18.63340	18.63340	5,6900
5	30	Ni	density	1.6700	0.2500	No Gradient	10	8.90200	8.90200	8.90200	5,6900
SUB	1	SiO2-am	density	0.0000	0.3000	No Gradient	0	2.20000	2.20000	2.20000	0.0000

FIGURE 74 – *Réflectivité mesurée à $E = 5$ keV d'un revêtement en Ni/W/SiC/W en fonction de l'angle 2θ. En noir : réflectivité mesurée à SOLEIL ; en bleu : ajustement de la réflectivité avec Leptos.*

3.3.3.2 Détermination de la rugosité moyenne et de l'oxydation de surface

Dans les différentes analyses, deux éléments importants sont à prendre en compte en plus des épaisseurs des couches : il y a la rugosité interfaciale et la couche de surface de la multicouche qui a tendance à réagir avec l'air ambiant, par exemple à s'oxyder. Dans le cas des multicouches périodiques, il est plus facile de déterminer la rugosité entre deux matériaux même si celle-ci n'est pas forcément la même à chaque interface. En effet, dans le cas par exemple d'une multicouche périodique de 30 périodes de Ni/W/SiC/W (figure 75), mesurée au synchrotron SOLEIL et au LCF, la rugosité estimée est de 0,45 nm aux interfaces SiC/W et 0,25 nm aux interfaces Ni/W.

L'autre élément important est donc la couche de surface de l'empilement, en effet, elle aura tendance à être différente des épaisseurs des autres couches du matériau considéré. Deux possibilités s'offrent à nous, soit on peut modéliser cette couche par deux couches (une du matériau d'épaisseur plus fine que prévu et une autre par un oxyde du matériau), soit on considère cette couche plus épaisse que les autres et toute la difficulté du problème est d'ajuster l'épaisseur de la couche avec précision. D'autre part, la rugosité de la couche de surface sera toujours plus élevée que celle du reste de l'empilement à cause de cet effet de surface.

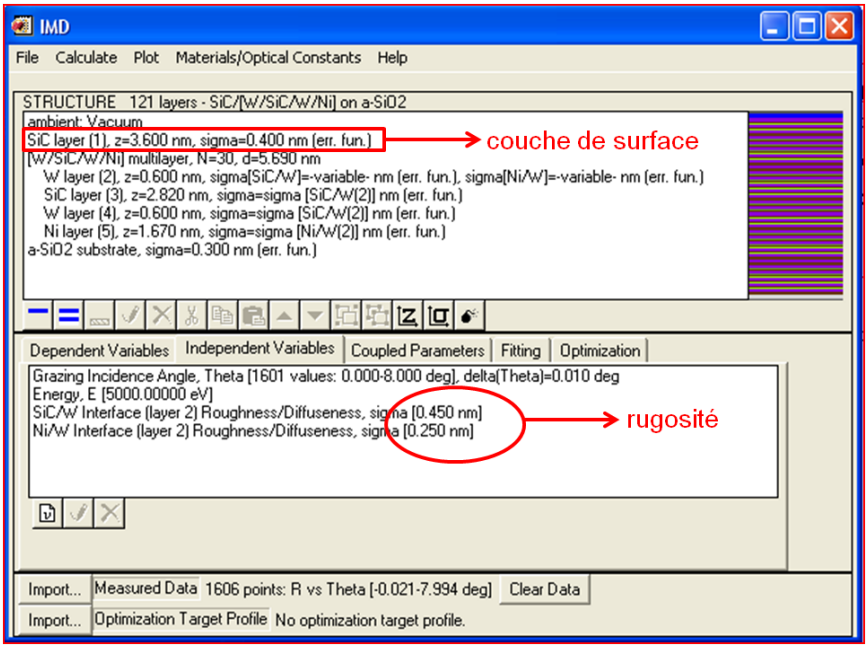


FIGURE 75 – *Exemple d'un empilement périodique sous IMD.*

Chapitre 4

Étude et développement d'un miroir pour la voie spectrale 2 – 4 keV

Cette étude est associée à la mesure de la puissance X rayonnée dans la bande M de l'or. L'objectif de cette étude est de développer une nouvelle voie de mesure dans la bande 2 – 4 keV afin d'améliorer la précision de mesure de la puissance rayonnée dans cette gamme d'énergie.

4.1 Optimisation de la mesure dans la bande spectrale 2 – 4 keV

4.1.1 Présentation de la voie 2 – 4 keV actuelle (DMX Rochester)

La voie actuellement utilisée dans le spectromètre DMX installé sur l'installation laser OMEGA à Rochester (États-Unis) pour la mesure de la bande spectrale entre 2 et 4 keV consiste en l'association d'un filtre de titane d'épaisseur 4 µm avec un détecteur coaxial photoélectrique. La figure 76 présente le principe de cette voie de mesure. Le spectromètre DMX (cf. paragraphe 2.3.1) est utilisé en routine à chaque tir de campagne CEA, avec cette voie appelée « voie titane ». La figure 77 présente la transmission du filtre de titane $T(E)$ utilisé (77a) ainsi que la sensibilité spectrale de la photocathode en aluminium $S(E)$ du détecteur (77b). Dans le cas de la voie titane, la réponse totale FT(E) de la voie de mesure est du type :

$$FT(E) = T(E) \times S(E) \tag{4.1}$$

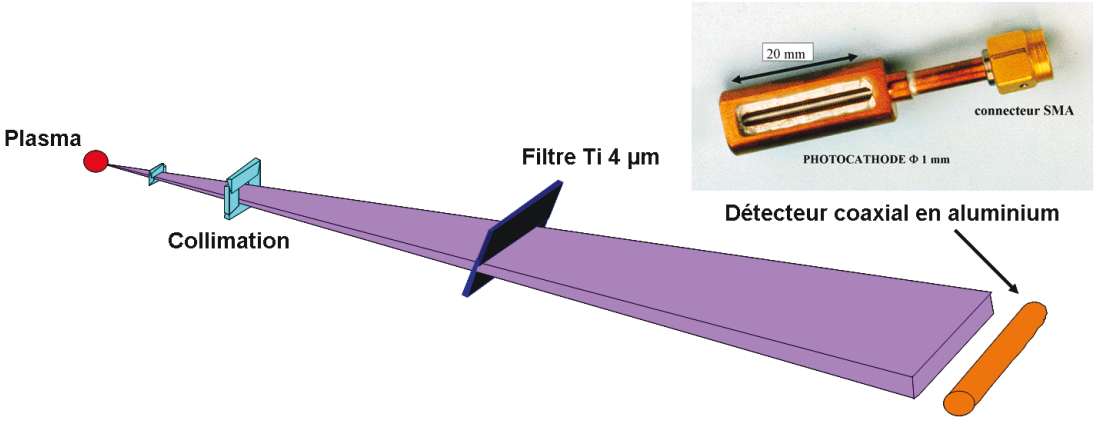
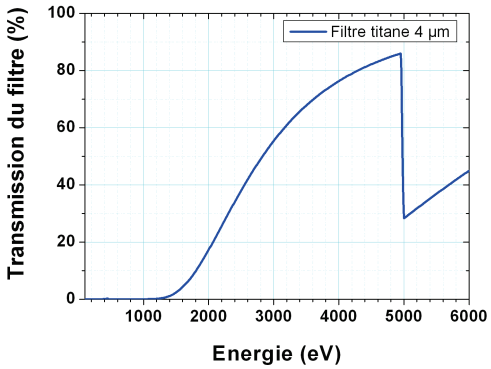
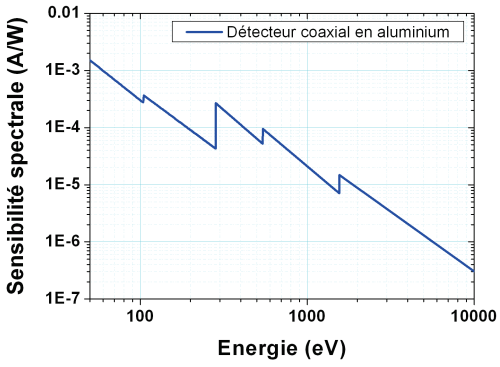


FIGURE 76 – *Principe de la voie actuelle 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester.*

La réponse totale de la voie est présentée en figure 78. On voit que la réponse totale varie dans la bande passante et qu'elle est plutôt définie entre 1,5 keV et 5 keV. De plus, il faut utiliser une méthode par itération en appliquant certaines hypothèses (cf. paragraphe 2.4.1.2) pour mesurer le spectre rayonné par le plasma dans la bande 2 – 4 keV. Le calcul n'est donc pas direct et on s'aperçoit que l'intégrale courante ne représente que 65,7 % du signal total dans la bande 2 – 4 keV (figure 42).



(a) Transmission d'un filtre de titane de 4 µm d'épaisseur.



(b) Sensibilité spectrale du détecteur coaxial.

FIGURE 77 – *Réponses des composants de la « voie titane » du spectromètre DMX Rochester.*

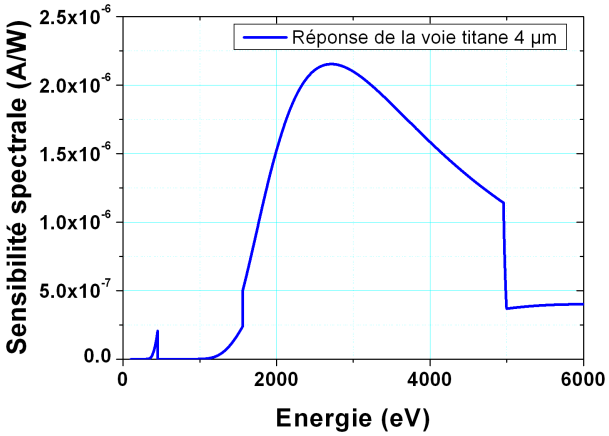


FIGURE *78 – Réponse totale (FT) calculée de la voie titane 4* µm *du spectromètre DMX Rochester.*

4.1.2 Développement d'une nouvelle voie avec miroir multicouche

Afin de diminuer l'incertitude sur cette bande d'énergie, nous avons développé un nouveau dispositif d'optiques X sélectionnant une fenêtre spectrale donnée avec un profil défini lors de la conception [109]. Cette optique consiste en l'association d'un miroir interférentiel multicouche X non-périodique doté d'un design spécifique, et d'un filtre approprié. L'intérêt de ce système est de réfléchir une fenêtre spectrale large bande et de permettre au système qui l'intègre (dans notre cas un spectromètre) d'avoir une réponse spectrale constante (c'est notre cas) ou répondant à un profil souhaité. Cette voie de mesure complémentaire que nous avons développée dans la bande d'énergie 2 – 4 keV utilise un filtrage spectral réalisé par un miroir interférentiel multicouche (MIM), un filtre de Mylar ($C_{10}H_8O_4$) et un détecteur coaxial avec photocathode en aluminium. Le filtre de Mylar provient du commerce (Goodfellow Limited®) avec une surface de 5 mm × 20 mm (figure 79). Le filtre est obtenu par l'empilement de feuilles de Mylar de 3 µm d'épaisseur. Sa densité est de 1,4 g/cm^3 et son épaisseur totale est de 33 µm.

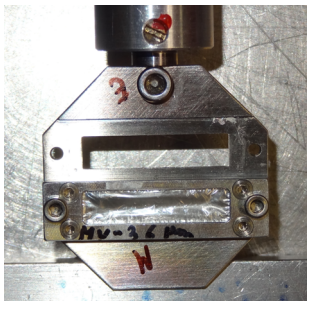


FIGURE *79 – Filtre de polytéréphtalate d'éthylène (Mylar).*

Sur le même principe, une équipe chinoise a proposé une idée intéressante afin d'obtenir un détecteur X à réponse plate [110] dans le domaine spectral 100 eV – 4 keV, et l'a utilisé sur l'installation laser Shenguang-III. Ce détecteur consiste en l'association d'une diode X avec une cathode en or, couplée avec un filtre en transmission composé de deux feuilles d'or de 0,05 et 0,40 µm d'épaisseur. Ce dispositif permet d'obtenir le profil plat souhaité dans la bande passante. Cependant, il n'y a pas d'élément qui permette la réjection des hautes énergies. Notre idée est d'utiliser un miroir multicouche non-périodique avec un pouvoir réflecteur calculé de telle manière à obtenir un instrument avec une réponse spectrale constante dans la bande d'énergie 2 – 4 keV et aussi basse que possible en dehors de cette bande passante (figure 80). La réponse du miroir doit permettre de compenser les réponses spectrales du filtre et du détecteur. Le principe de cette voie appelée « voie miroir » est présenté sur la figure 81.

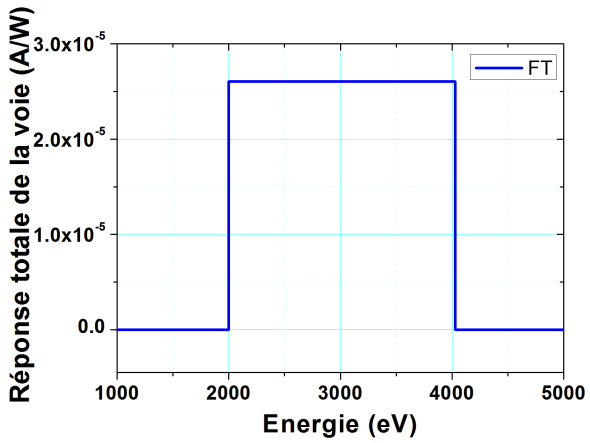


FIGURE *80 – Réponse totale visée pour la nouvelle voie miroir 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester.*

Cette technique de mesure permettrait de recomposer directement la puissance rayonnée dans la fenêtre spectrale de la bande $\Delta E = E_{max} - E_{min}$. Le fait de rajouter un MIM n'influence pas la détection du faisceau réfléchi. En effet, de part sa géométrie rectangulaire (figure 76), le détecteur coaxial est parfaitement adapté à la forme du faisceau réfléchi. Un couteau sera fixé à une hauteur de 1 mm au dessus du miroir (figure 82) afin de collimater une taille de faisceau utile, de façon à éclairer uniformément la photocathode du détecteur coaxial. L'émission X du plasma est en fait anisotrope, mais le spectromètre DMX ne mesure pas la puissance totale mais la puissance rayonnée (W/sr) suivant un angle solide Ω, laquelle est comparée à un calcul obtenu dans la même configuration. Les MIMs présentent l'avantage d'être parfaitement adaptés à travailler sous angle rasant avec un flux X provenant d'un plasma à haute température. Des essais de robustesse et

de tenue aux flux ont été réalisés par le passé afin de valider leur utilisation [82] [111].

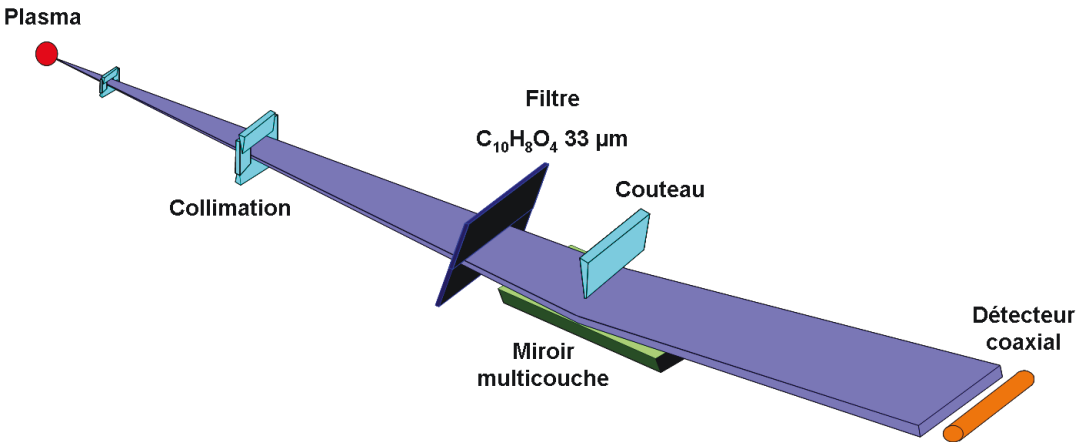


FIGURE *81 – Principe de la voie à miroir multicouche 2 – 4 keV du spectromètre DMX Rochester.*

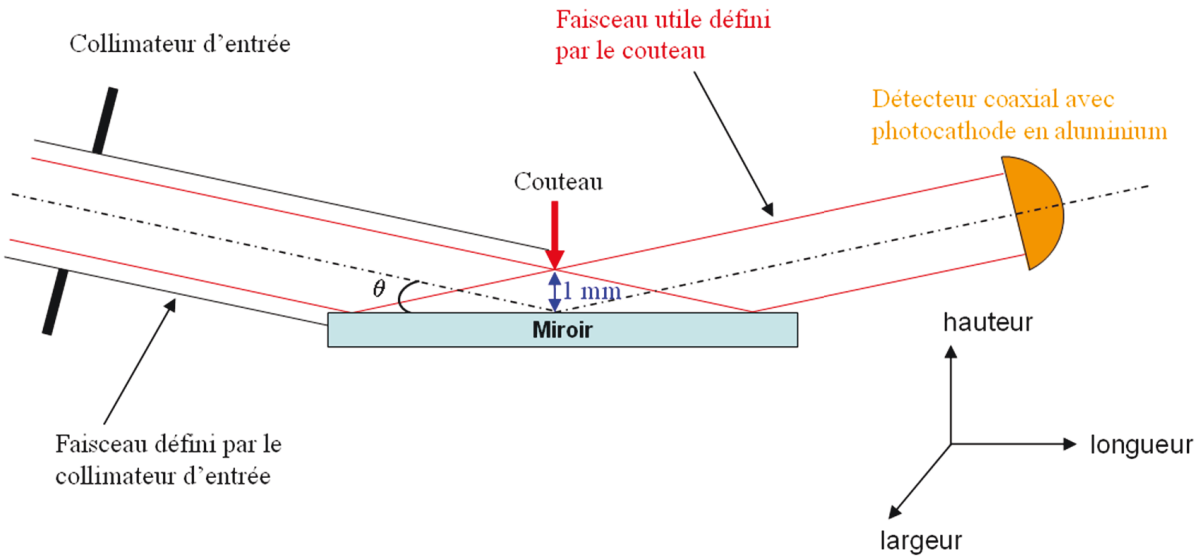


FIGURE *82 – Principe d'une voie de mesure à miroir pour le spectromètre DMX Rochester. Cas de la réflexion sur le miroir avec un couteau placé à 1 mm de hauteur au-dessus du miroir.*

4.1.3 Spécifications et contraintes liées à la voie de mesure

Les spécifications demandées pour la voie 2 – 4 keV sont les suivantes : une large bande passante avec un profil de réflectivité bien défini (forme spécifique) dans la gamme d'énergie 2 – 4 keV. Pour les énergies au-dessous de 2 keV et au-dessus de 4 keV, la réflectivité doit être aussi faible que possible (zone hors bande passante). Pour supprimer

la réflexion totale parasite présente aux basses énergies (E < 1,5 keV), on utilise le filtre de polytéréphtalate d'éthylène (appelé encore Mylar®) d'une trentaine de micromètres d'épaisseur (figure 79). Pour la voie considérée, la réponse totale de la voie de mesure FT(E), ou encore appelée fonction de transfert, est définie comme étant :

$$FT_{MIM}(E) = T_{CH}(E).R_{MIM}(E).S(E) \tag{4.2}$$

avec $T_{CH}(E)$ la transmission du filtre de Mylar, $R_{MIM}(E)$ la réflexion du miroir multicouche et $S(E)$ la sensibilité spectrale du détecteur coaxial.

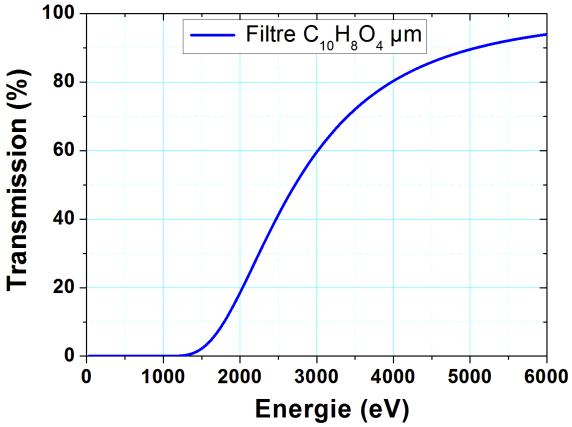


FIGURE *83 – Transmission théorique d'un filtre de 33* µm *de polytéréphtalate d'éthylène (courbe obtenue sous IMD).*

La sensibilité spectrale du détecteur coaxial de la « voie miroir » a été mesurée sur la ligne *Four Crystal Monochromator* du PTB (cf. paragraphe 3.3.2.2) ainsi que sur la ligne SX700 [112], qui couvre des domaines d'énergies comprises ente 50 eV et 1,9 keV (figure 77b). Pour les deux lignes, l'étalonnage est basé sur des photodiodes étalonnées, lesquelles ont elles-mêmes été étalonnées en utilisant un radiomètre cryogénique [113]. La transmission du filtre (figure 83) a été mesurée au CEA DIF en utilisant le générateur à rayons X appelé « Source Manson ». Cette source permet de balayer une gamme d'énergie comprise entre 100 eV et 10 keV.

La tolérance sur $S(E)$ est très bonne car même si la sensibilité spectrale peut légèrement différer pour des détecteurs différents de même type, la différence se situe au niveau des seuils. En effet, entre 2 keV et 4 keV, il n'y a pas de seuil et la pente reste la même quel que soit le détecteur (de même type). Concernant $T_{CH}(E)$, la problématique n'est pas la même puisque la transmission d'un même type de filtre peut légèrement différer.

Cet effet est principalement dû au fait qu'il est difficile d'obtenir deux mêmes filtres de la même épaisseur car il est nécessaire d'empiler des feuilles de mylar de 3 µm d'épaisseur pour obtenir les 33 µm souhaités. Ainsi, on réalise plusieurs séries de filtres compris entre 30 et 36 µm d'épaisseur afin de s'assurer d'obtenir des filtres compatibles sur la voie de mesure.

Prenant en compte la distribution spectrale du rayonnement du plasma, l'objectif de départ était d'obtenir un facteur 30 entre l'intensité de la réponse spectrale à l'intérieur et l'extérieur de la bande passante. Afin d'atteindre la réponse spectrale souhaitée, l'utilisation d'un miroir multicouche non-périodique s'avère nécessaire pour augmenter la bande passante de la réflectivité du miroir. Les spécifications de réjection des basses et hautes énergies sont schématisées sur la figure 84 par les zones hachurées. Pour les énergies inférieures à 2 keV, la réflectivité doit passer par un minimum (typiquement R $<$ 3 %) avant la remontée due à la réflexion totale sur la surface du miroir. Pour les énergies supérieures à 4 keV, la réflectivité doit rester minimale, typiquement R $<$ 3 %.

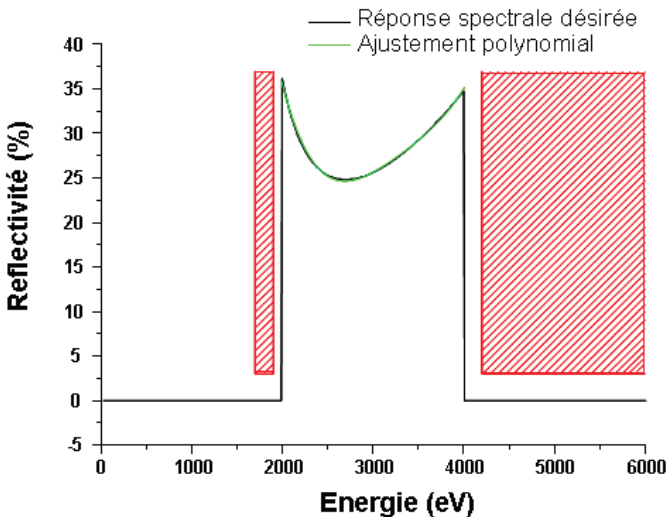


FIGURE *84 – Gabarit de la réponse spectrale pour la multicouche non-périodique ; les zones hachurées définissent les zones où la réflectivité doit être minimale, typiquement inférieure à 10 % de la réflectivité moyenne dans la bande passante.*

Comme nous l'avons déjà présenté dans le paragraphe consacré aux miroirs multicouches (cf. paragraphe 2.2.4.2), le concept du miroir multicouche non-périodique (apériodique) fut pour la première fois proposé pour des expériences neutroniques, sous le nom de supermiroirs [61] [62]. Plus tard, la multicouche apériodique a été utilisée pour des applications sur synchrotron [63], en astrophysique X [64] [65] [66], en imagerie X [67] [68] [69]. Jusqu'à maintenant, la conception de multicouche non-périodique suivait des lois empiriques inspirées par l'approche utilisée pour le visible et les faisceaux à neutrons. L'optimisation du design d'une multicouche non-périodique est assez complexe, puisque chaque

couche du revêtement optimisé influence la réflectivité finale. Le design et la réalisation des miroirs multicouches non-périodiques ont été développés dans le cadre d'une collaboration entre le CEA et le Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique [114]. Les épaisseurs des couches du revêtement ont été optimisées en utilisant le logiciel TFCalc® (cf. paragraphe 3.1.2) et la simulation précise de la réflectivité (prenant en compte la rugosité) a été obtenue avec le logiciel libre IMD (cf. paragraphe 3.3.3.1). La forme du gabarit de réflectivité visé est déterminée en prenant en compte la transmission du filtre de 33 µm de polytéréphtalate d'éthylène (figure 83) et la sensibilité spectrale du détecteur coaxial en aluminium (figure 77b). Le pouvoir de résolution du miroir est $E/\Delta E = 1{,}5$.

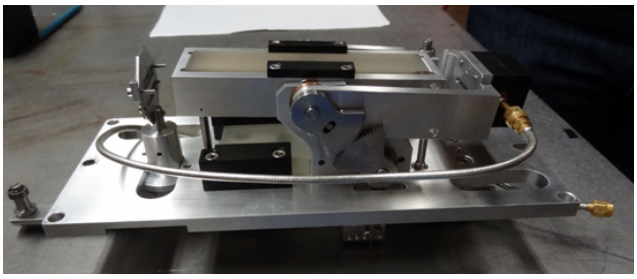


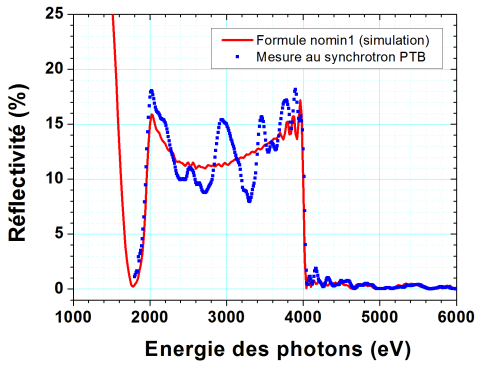
FIGURE *85 – Mécanique d'une voie de mesure à miroir.*

L'angle de rasance incident du miroir doit être compris entre 1° et 2°. En effet, l'encombrement mécanique du spectromètre implique que les miroirs ne peuvent pas être plus grands que 100 mm (figure 85). Avec un angle de rasance de 1,5° et en prenant en compte que la surface de détection du détecteur est de 20 mm × 1 mm, la longueur du miroir doit être de 38,2 mm au minimum (ou 76,4 mm si le couteau est placé à 2 mm au lieu de 1 mm au-dessus du miroir). De plus, afin de repousser la réflexion totale aux basses énergies, il est nécessaire d'avoir un angle assez grand tout en sachant que la réflectivité décroît quand l'angle de rasance augmente. En effet, l'énergie de coupure E_c dépend de l'angle (figure 22b). Il faut donc trouver un bon compromis pour respecter ces deux critères. La géométrie du diagnostic a été réalisée dans l'objectif d'obtenir une réponse totale (FT) non dégradée.

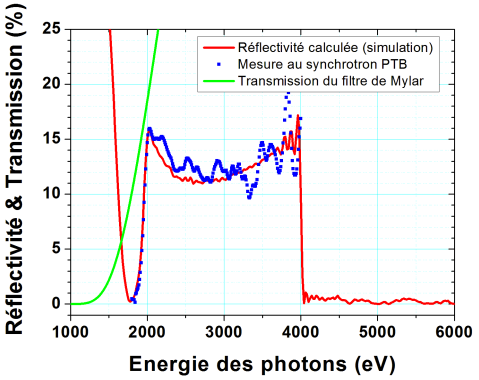
4.2 Choix des matériaux et résultats antérieurs

Le choix des matériaux (Cr/Sc), la détermination des formules théoriques des revêtements multicouches (« nomin1-1,5° » et « nomin2-1,5° », présentées ci-après) par simulation numérique puis les premiers dépôts (MP10089 et MP11085, réalisés au LCF) ont été effectués antérieurement à mon début de thèse. Ce travail est présenté dans la référence [78]. Parmi les options disponibles, plusieurs couples de matériaux semblaient

donner de bons résultats dont Cr/Sc, Cr/B_4C et Co/B_4C. Le choix s'est arrêté sur le couple Cr/Sc pour deux raisons principales : le comportement de ce couple est bien connu en multicouche et les paramètres de dépôt avaient déjà été optimisés au LCF pour produire des multicouches périodiques [115] [116]. Les optimisations numériques ont été effectuées en prenant un angle de rasance fixé à $\theta = 1{,}5°$. Suite aux optimisations réalisées par F. Bridou (LCF), un premier revêtement a été proposé (nomin1-1,5°) et déposé. Il consistait au dépôt de 101 couches de Cr/Sc comprises entre 0,6 et 12,5 nm, et d'une couche en surface de SiO_2 de 3 nm d'épaisseur, afin de protéger le revêtement de l'oxydation (MP10089). La réflectivité calculée entre 1 keV et 6 keV est comparée au gabarit visé sur la figure 86a. Dans la continuité des premières analyses, un autre empilement a ensuite été optimisé, basé sur 90 couches (nomin2-1,5°) comprises entre 0,6 et 9,7 nm d'épaisseur. Après dépôt et caractérisation (des balayages en énergie à l'angle de rasance correspondant à l'angle d'utilisation - $\theta = 1{,}5°$ - furent menés entre 1,75 keV et 10 keV), ce miroir (MP11085) s'avérait être plus proche du gabarit visé (figure 86b).



(a) Réflectivité du miroir MP10089 à l'angle $\theta = 1{,}5°$. En rouge : réflectivité théorique calculée suivant la formule « nomin1-1,5° » ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB.

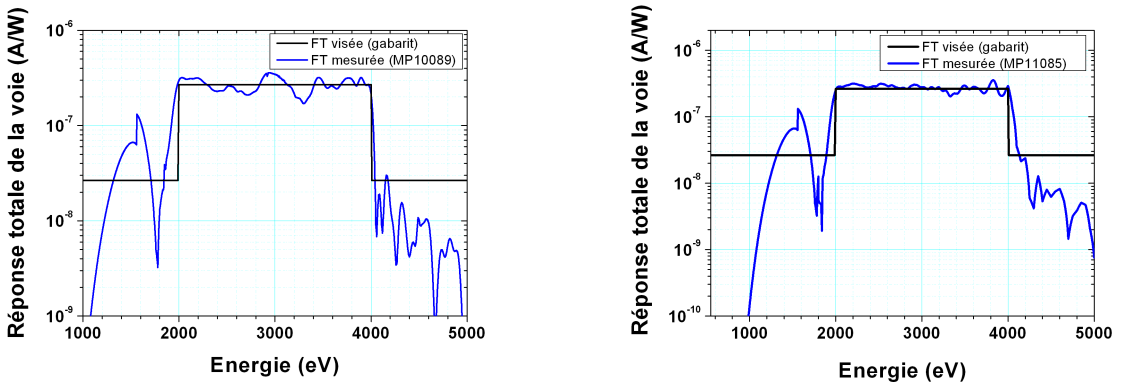


(b) Réflectivité du miroir MP11085 à l'angle $\theta = 1{,}5°$ et transmission du filtre de 33 µm de Mylar. En rouge : réflectivité théorique ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB ; en vert : transmission du filtre de Mylar.

FIGURE *86 – Réflectivité spectrale des 2 miroirs MP10089 et MP11085 à l'angle de rasance 1,5°.*

La réponse totale mesurée de la voie miroir 2 – 4 keV a été calculée à partir de la mesure sur installation des trois composants de la voie (filtre, MIM, détecteur coaxial). Les résultats obtenus avec les miroirs MP10089 et MP11085 sont présentés sur la figure 87. Dans les faits, pour les deux miroirs, la bande passante de la voie est comprise entre 1840 eV et 4260 eV. On note la présence d'une bosse parasite entre 1000 eV et 1840 eV, elle est due à la mauvaise coupure de la réflexion totale par le filtre, ce qui est bien visible sur la figure 86b. Ces miroirs ont été testés sur l'installation laser OMEGA à Rochester

(États-Unis) et les résultats obtenus sont présentés dans la référence [79]. Les résultats de mesure de puissance serviront de comparaison avec la suite de l'étude (cf. paragraphe 6.2).



(a) Réponse totale de la voie 2 – 4 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP10089.

(b) Réponse totale de la voie 2 – 4 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP11085.

FIGURE *87 – Réponses totales (FT) de la voie 2 – 4 keV avec les miroirs (a) MP10089 et (b) MP11085.*

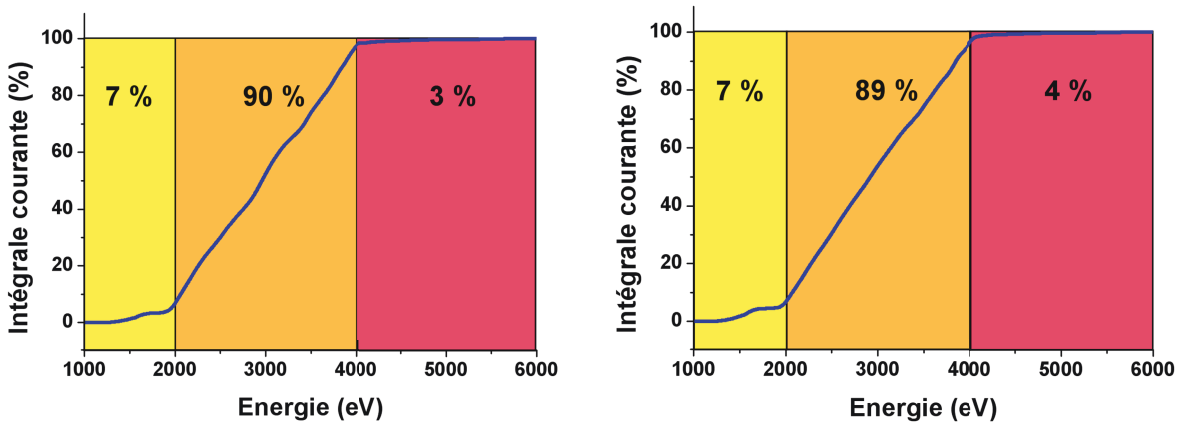
La figure 88 présente l'intégrale courante de la réponse totale avec les miroirs MP10089 et MP11085. On s'aperçoit que 90 % et 89 % de l'information se situe dans la bande passante, respectivement. Cela est satisfaisant, mais les 7 % en dessous de 2 keV (dans les deux cas) peuvent être problématiques si l'on prend en compte le spectre d'émission du plasma car l'émissivité spectrale peut être importante dans cette gamme d'énergie. Ce cas de figure sera présenté dans le chapitre 6 (figure 159).

4.3 Développement d'une voie optimisée

Afin de repousser la réflexion totale à 1,5 keV au lieu de 1,8 keV, nous avons pris la décision d'augmenter l'angle de rasance. Pour cette étude l'angle choisi est fixé à 1,9°, ce qui permet de repousser la réflexion totale dans la bande 1 – 1,5 keV (figure 89).

Un nouveau revêtement a alors été optimisé en utilisant le même logiciel de calcul que précédemment. La nouvelle formule optimisée (« nomin1-1,9° ») est un revêtement constitué de 121 couches d'épaisseurs variant entre 0,6 nm et 9,3 nm et d'une couche de protection en SiO_2 (figure 90).

Un étalonnage précis des fines épaisseurs ($<$ 1 nm) a été nécessaire pour prendre en compte les effets des couches d'interfaces (cf. paragraphe 4.3.1). Ce revêtement devait



(a) (b)

FIGURE *88 – Intégrales courantes de la réponse totale (FT) de la voie miroir 2 – 4 keV avec les miroirs (a) MP10089 et (b) MP11085. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

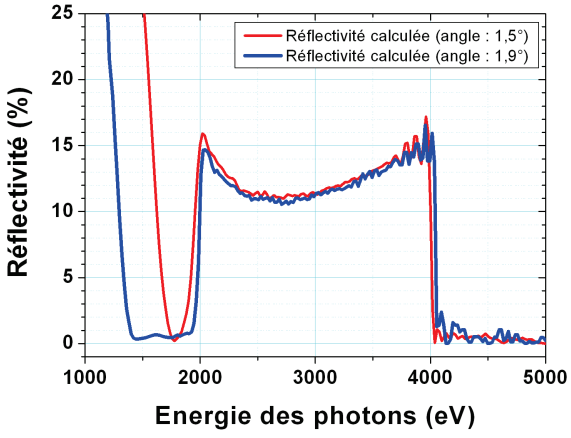


FIGURE *89 – Réflectivités calculées de deux revêtements multicouches non-périodiques, pour des angles de rasance de 1,5° (rouge) et de 1,9° (bleu).*

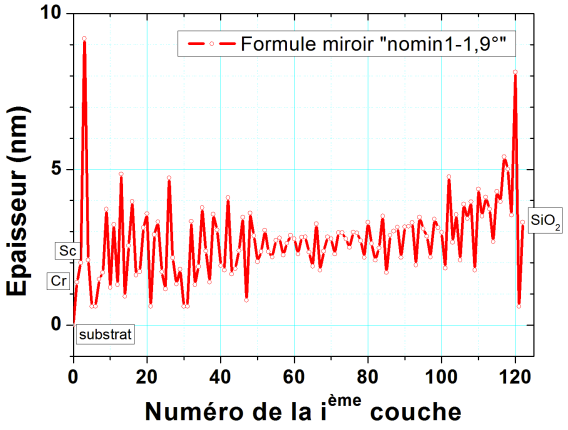


FIGURE *90 – Épaisseur des couches de la formule « nomin1-1,9° », optimisée pour un miroir multicouche à 1,9°. Les couches impaires sont en Cr et les couches paires en Sc.*

permettre d'obtenir une réflectivité au-dessus de 10 % dans la bande passante et inférieure à 2 % ailleurs (figure 91). La couche de protection en SiO_2 est un paramètre très important à prendre en compte car une variation de son épaisseur a des conséquences directes sur le profil de réflectivité dans la bande passante (figure 92). En effet, une différence de ± 1 nm peut engendrer une différence de la réflectivité, qui peut atteindre jusqu'à ± 16 % de la valeur nominale.

Un dépôt de cette formule a été réalisé et mesuré sur réflectomètre à rayons X rasants à l'énergie E = 8,048 keV ainsi qu'avec un rayonnement synchrotron en balayage en énergie à angle fixe. Les résultats sont présentés au paragraphe 4.3.2. Suite à ces résultats, nous avons décidé de réoptimiser une nouvelle formule en bloquant les épaisseurs de Cr à 1,2 nm au minimum et 0,6 nm pour les couches de Sc. La raison de ce choix est que nous avons remarqué que les défauts observés semblaient venir des fines couches de Cr (cf. paragraphe 4.3.2.1). De plus, comme il est plus difficile d'atteindre les mêmes réflectivités avec un angle plus élevé, nous avons revu les objectifs de réflectivité concernant le gabarit visé. En effet, lorsqu'un faisceau de rayons X pénètre dans un matériau, on constate une diminution progressive de son intensité. En augmentant l'angle de rasance, le faisceau pénètre plus dans la matière et le faisceau réfléchi est donc moins intense.

Suite aux premières expériences avec le miroir MP11085 sur l'installation laser OMEGA à Rochester, nous avons vu que le signal était suffisant et nous avons donc pu revoir la réflectivité à la baisse afin d'atteindre les objectifs de départ, à savoir une réflectivité suffisante pour la mesure de la puissance rayonnée. Les nouvelles spécifications demandées sont présentées sur la figure 93.

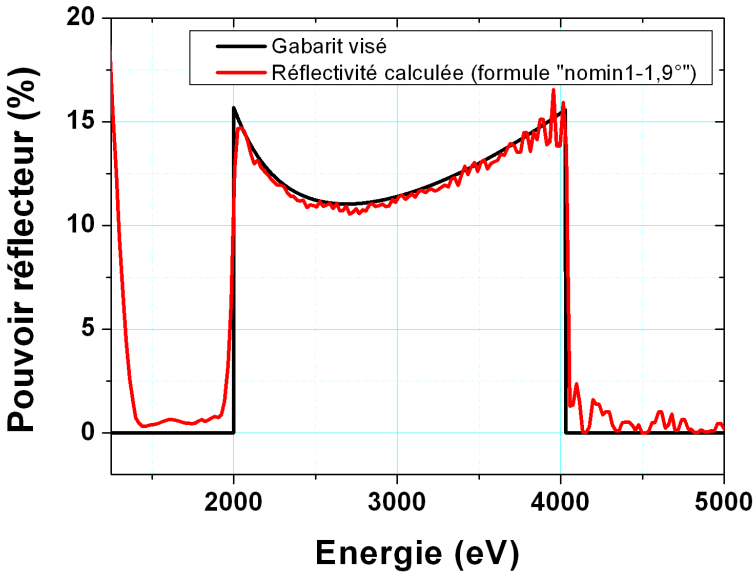


FIGURE *91 – Réflectivité visée (en noir) et calculée suivant la formule « nomin1-1,9° » (en rouge) à l'angle 1,9°.*

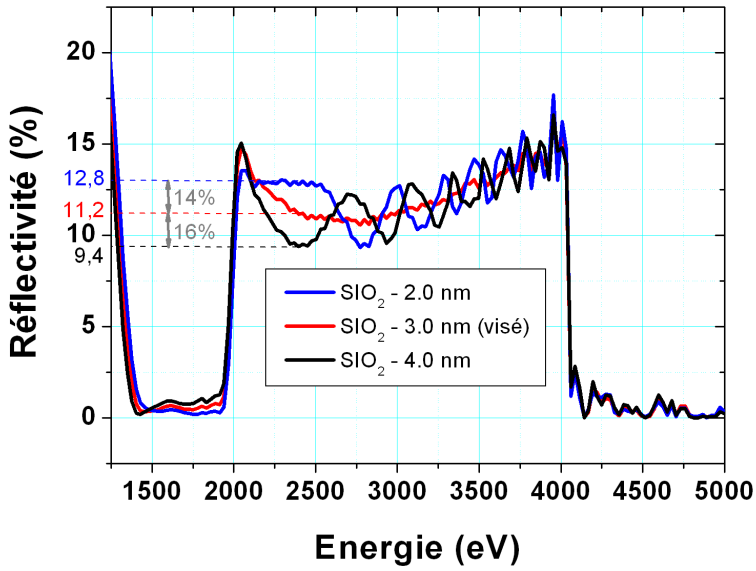


FIGURE *92 – Réflectivité calculée suivant la formule « nomin1-1,9° » suivant différentes valeurs de l'épaisseur de SiO_2 en surface.*

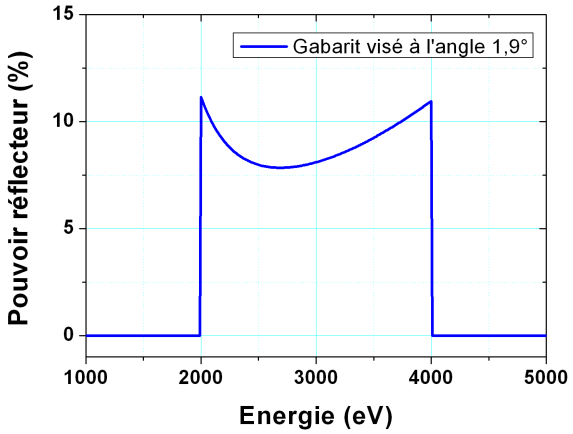


FIGURE *93 – Nouveau gabarit visé concernant la réponse spectrale du miroir multicouche non-périodique.*

Suite à la réoptimisation, la formule finale optimisée est un revêtement constitué de 115 couches de Cr/Sc d'épaisseurs variant entre 0,6 nm et 7,3 nm et d'une couche de protection en SiO_2 (figure 94). Les épaisseurs minimales étant fixées à 1,2 nm pour le Cr et 0,6 nm pour le Sc.

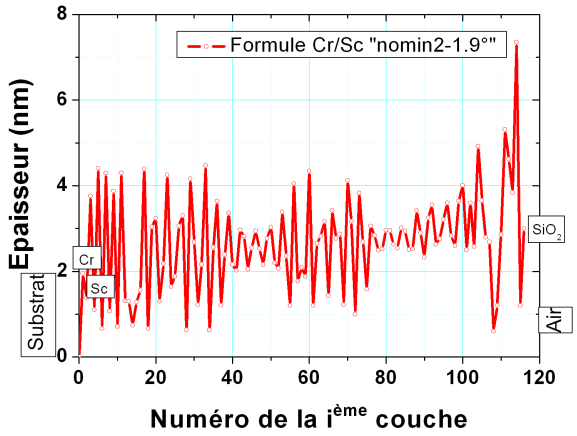


FIGURE *94 – Épaisseur des couches de la formule « nomin2-1,9° », optimisée pour un miroir multicouche à 1,9°. Les couches impaires sont en Cr et les couches paires en Sc.*

C'est cette formule qui a été retenue pour le dépôt final du miroir non-périodique, utilisé par la suite pour la mesure de puissance dans la gamme 2 – 4 keV dans le spectromètre DMX.

4.3.1 Étalonnage des couches subnanométriques du revêtement multicouche

Les couches fines (voire subnanométriques) ont un impact important sur le profil de réflectivité de l'empilement, et il est important d'étalonner ces couches avant de réaliser notre dépôt final. Dans ce paragraphe, nous présentons une méthode pour caractériser les couches subnanométriques, basée sur la réflectométrie à rayons X rasants [117]. La méthode que nous proposons repose sur l'utilisation d'une structure multicouche de type « Fabry-Pérot » (FP), dans le but d'améliorer la sensibilité de la mesure de l'épaisseur des couches. De telles structures, similaires au FP étalon, ont été étudiées dans le passé [118] [119]. Cependant, dans notre cas, la couche entre les deux multicouches périodiques est plus fine que la période de la multicouche alors que pour le FP étalon, cette couche était plus épaisse que la période. Cette structure consiste en une couche fine de Cr ou Sc prise en « sandwich » entre deux multicouches périodiques en Cr/Sc.

4.3.1.1 Caractérisation des épaisseurs avec des multicouches périodiques

La façon la plus simple et la plus courante d'étalonner l'épaisseur d'une couche de Sc en multicouche est de déposer une multicouche périodique avec l'épaisseur de Sc désirée et d'analyser la multicouche avec un réflectomètre à rayons X rasants. Il est bien connu que la période d (i.e., l'épaisseur de la bicouche) peut être déterminée avec une bonne précision à partir de la position des pics de Bragg. Cependant, dans le but d'obtenir une valeur précise de l'épaisseur de chaque couche, on a besoin de mesurer un nombre conséquent d'ordres de Bragg avec suffisamment d'oscillations en intensité. En pratique, ce critère est obtenu en choisissant une épaisseur similaire pour les deux matériaux (Cr et Sc dans notre cas). Dans ce cas, l'épaisseur de la période devient très petite (typiquement inférieure à 2 nm) et le nombre de pics de Bragg mesurables est très limité (à cause de la dynamique de détection du réflectomètre, typiquement inférieure à 10^{-7}). D'un autre côté, dans le but d'obtenir plusieurs pics de Bragg sur les mesures par réflectométrie, on doit choisir l'épaisseur de Cr plus grande que l'épaisseur de Sc. Dans ce cas, la modulation des intensités des pics de Bragg sera très limitée. Ainsi, un compromis doit être trouvé entre le nombre de pics de Bragg mesurables et la modulation des intensités de ces pics. Ceci est illustré par l'exemple qui suit : nous avons choisi de comparer la réflectivité théorique à l'énergie E = 8,048 keV en fonction de l'angle de rasance de trois multicouches Sc/Cr avec différentes épaisseurs de Sc (d_{Sc}) : 0,5 nm, 0,7 nm et 0,9 nm. Les trois multicouches consistent en 20 périodes sur un substrat en silice. L'épaisseur de Cr (d_{Cr}) est fixée de telle manière que l'épaisseur de la période totale d ($= d_{Sc} + d_{Cr}$) reste constante à 5 nm : d_{Cr} = 4,5 nm, 4,3 nm et 4,1 nm respectivement pour d_{Sc} = 0,5 nm, 0,7 nm et 0,9 nm. La rugosité est fixée à 0,35 nm à toutes les interfaces et à la surface. Les résultats des

simulations numériques, en utilisant le logiciel IMD (cf. paragraphe 3.3.3.1), sont présentés sur la figure 95.

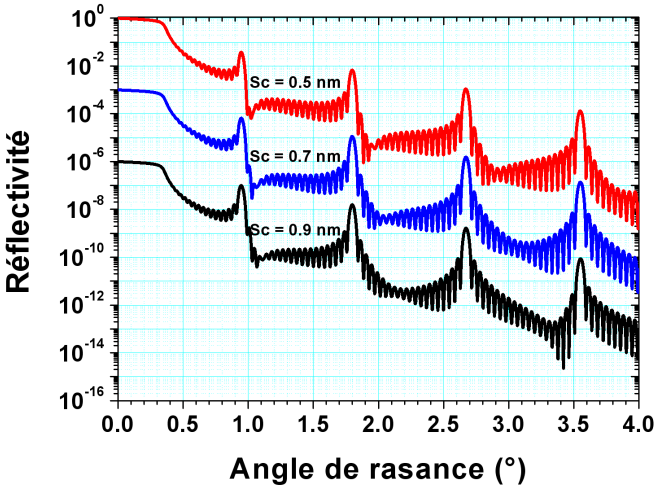
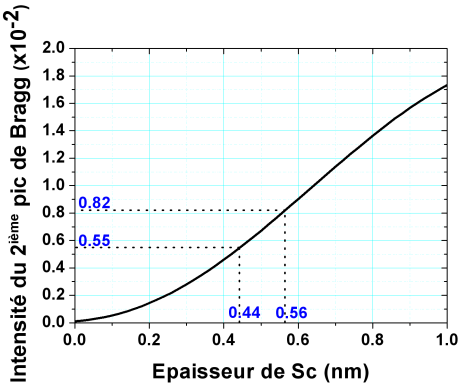


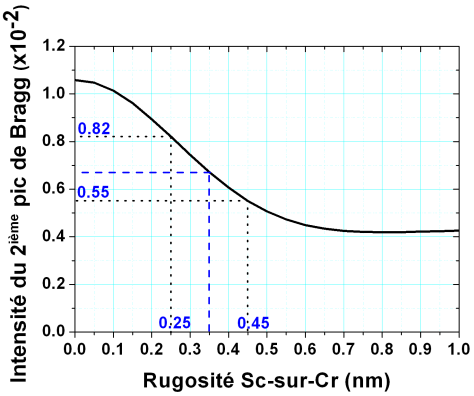
FIGURE *95 – Réflectivités calculées à E = 8,048 keV de multicouches périodiques en fonction de l'angle de rasance pour 20 périodes de Sc/Cr. En rouge : d_{Sc} = 0,5 nm ; en bleu : d_{Sc} = 0,7 nm ; en noir : d_{Sc} = 0,9 nm. Pour la clarté de la figure, un offset de 1000 est ajouté entre chaque courbe.*

Les trois courbes semblent très similaires. Les positions des pics de Bragg ne changent pas et la modulation de leurs intensités est très petite. Les seules différences visibles apparaissent sur la modulation des franges de Kiessig [120] entre les pics de Bragg mais cela n'est pas utilisable expérimentalement à cause de la limite de détection. Sur la figure 96a, nous avons représenté l'évolution de l'intensité du 2ème ordre des pics Bragg en fonction de l'épaisseur de Sc. On pourrait penser qu'il suffit d'utiliser l'intensité du pic de Bragg pour déterminer l'épaisseur de Sc. Cependant, l'intensité absolue est obtenue après normalisation du spectre, ce qui induit une incertitude sur sa valeur. De plus, l'intensité du pic de Bragg dépend d'autres paramètres tels que la rugosité aux interfaces. Sur la figure 96b est représentée l'évolution de l'intensité du 2ème pic de Bragg en fonction de la rugosité aux interfaces Sc-sur-Cr dans le cas d_{Sc} = 0,5 nm. Comme annoté sur cette figure, une incertitude de ± 0,1 nm sur la rugosité correspond à une variation de l'intensité du 2ème pic de Bragg de $5{,}5.10^{-3}$ à $8{,}2.10^{-3}$. En reportant ces valeurs sur la figure 96a, on peut en déduire une incertitude sur l'épaisseur de Sc estimée à ± 0,06 nm.

Cependant, ce résultat dépend de l'épaisseur de Sc étudiée et du pic de Bragg utilisé lors du calcul. Dans notre démonstration, nous avons choisi le cas le plus favorable (réflectivité du 2ème pic de Bragg avec d_{Sc} = 0,5 nm) pour l'analyse de la multicouche périodique Cr/Sc.



(a) Intensité du 2ème pic de Bragg en fonction de l'épaisseur de Sc avec une rugosité fixée à 0,35 nm.



(b) Intensité du 2ème pic de Bragg en fonction de la rugosité aux interfaces Sc-sur-Cr dans le cas d_{Sc} = 0,5 nm.

FIGURE *96 – Résultats des simulations numériques à l'énergie E = 8,048 keV.*

4.3.1.2 Caractérisation des épaisseurs avec un empilement de type « Fabry-Pérot »

Dans le but d'être moins sensible aux paramètres d'incertitude et aux erreurs en absolu des mesures d'intensité, nous avons donc proposé d'utiliser une structure multicouche de type « Fabry-Pérot » (FP) (figure 97). Cette structure consiste en la superposition de deux multicouches périodiques, ML1 et ML2, avec la couche à étalonner (LC) entre les deux. Le nombre de périodes dans ML1 (respectivement ML2) est N1 (respectivement N2). Dans ML1 et ML2, les épaisseurs de Cr et Sc (d_{Cr} et d_{Sc}, respectivement) sont choisies identiques.

Si l'épaisseur LC de Sc (d_{LC}) est égale à l'épaisseur d_{Sc} des multicouches, nous obtiendrons des pics de Bragg correspondant à un empilement multicouche périodique. Quand d_{LC} est nulle, l'onde réfléchie sur les deux multicouches ML1 et ML2 sera en opposition de phase, ce qui mènera à une extinction au centre des pics de Bragg. Cette extinction est très sensible à une petite variation de d_{LC} parce que sa valeur détermine la phase de l'onde réfléchie de ML2 par rapport à ML1. Par exemple, nous comparons la réflectivité en fonction de l'angle de rasance de trois empilements FP avec différentes épaisseurs LC : d_{LC} = 0,5 nm (empilement FP1), d_{LC} = 0,7 nm (empilement FP2) et d_{LC} = 0,9 nm (empilement FP3). Les multicouches ML1 et ML2 ont 10 périodes (N1 = N2 = 10), d_{Cr} = 3,5 nm et d_{Sc} = 4,0 nm. La formule de l'empilement complet est 10[Sc/Cr]/LC/10[Cr/Sc]/substrat de silice. La rugosité aux interfaces et à la surface est fixée à 0,35 nm. La simulation des spectres sous réflectométrie X rasants des trois multicouches à E = 8,048 keV montre qu'une petite variation de d_{LC} induit une évolu-

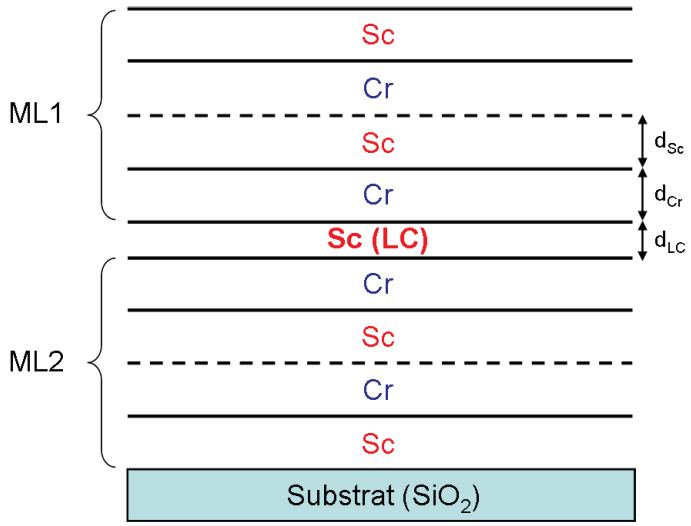


FIGURE 97 – *Structure d'une multicouche de type « Fabry-Pérot », consistant à la superposition de deux multicouches périodiques ML1 et ML2, avec la couche Sc à étalonner (LC) entre les deux.*

tion significative de la forme des pics de Bragg pour le 3ème ordre et les ordres supérieurs (figure 98).

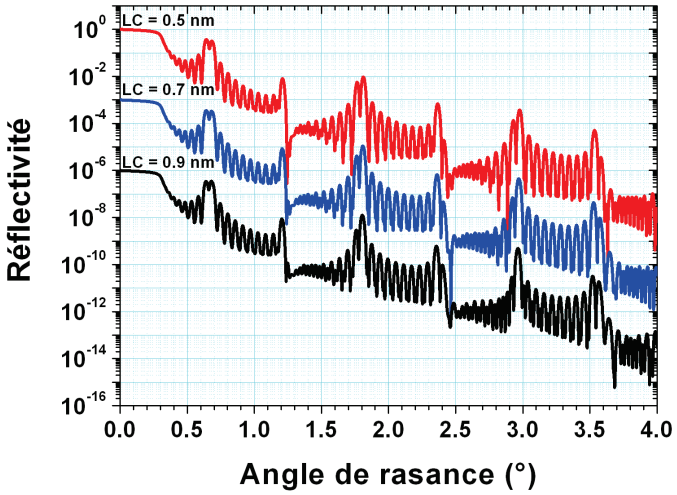


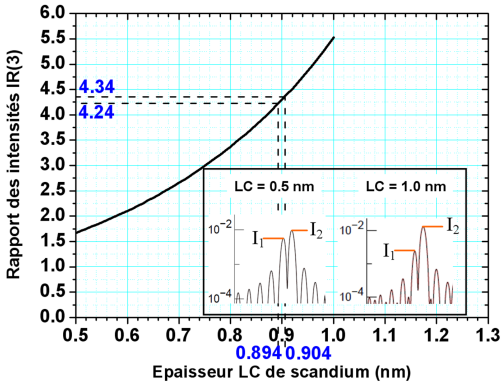
FIGURE 98 – *Réflectivités calculées, à E = 8,048 keV, de multicouches de type « Fabry-Pérot » en fonction de l'angle de rasance. En rouge : d_{LC} = 0,5 nm ; en bleu : d_{LC} = 0,7 nm ; en noir : d_{LC} = 0,9 nm. Pour la clarté de la figure, un offset de 1000 est ajouté entre chaque courbe.*

Nous estimons ces variations au travers du rapport d'intensité du nème pic de Bragg

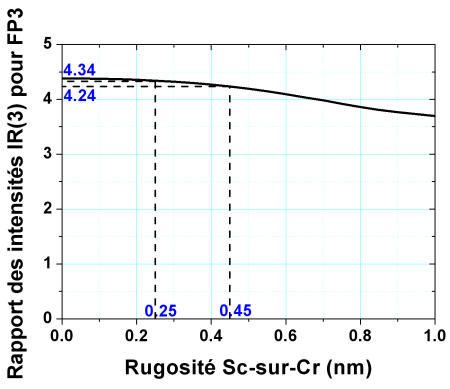
$IR(n)$, défini comme étant le rapport des deux intensités maximales du n^{ème} pic de Bragg :

$$IR(n) = \frac{I_2}{I_1} \tag{4.3}$$

avec I_1 et I_2 respectivement le premier et deuxième maximum du n^{ème} pic de Bragg (cf. encadré de la figure 99a).
Nous avons choisi le 3ème ordre des pics de Bragg (figure 98), lequel correspond au même angle de travail que le 2ème ordre des courbes des multicouches périodiques (figure 95). Sur la figure 99a est tracé le rapport des intensités du 3ème pic de Bragg $IR(3)$ en fonction de l'épaisseur LC de Sc (d_{LC}). Comme dans le cas précédent des multicouches périodiques (cf. paragraphe 4.3.1.1), nous avons essayé d'estimer l'erreur induite sur l'épaisseur de Sc par une incertitude de la rugosité de ± 0,1 nm aux interfaces Sc-sur-Cr. L'empilement FP3 (d_{LC} = 0,9 nm) a été choisi dans le but d'obtenir les rapports d'intensités les plus élevés. La figure 99b présente l'évolution de $IR(3)$ en fonction de la rugosité aux interfaces Sc-sur-Cr pour l'empilement FP3. Si on compare avec la figure 96b, on peut constater que l'effet de la rugosité sur le rapport des intensités $IR(3)$ est très faible. Sur la figure 99b, les valeurs des rapports d'intensité ont été marquées pour les deux valeurs de rugosité suivantes : 0,25 nm et 0,45 nm. Ces valeurs de rugosité correspondent aux extremums d'incertitude. En reportant les valeurs marquées sur la figure 99a, nous pouvons en déduire que l'incertitude sur l'épaisseur de Sc est égale à ± 0,005 nm. Cette valeur est plus de dix fois meilleure que celle obtenue dans le cas des multicouches périodiques. Cela signifie que pour un tel empilement Fabry-Pérot, la forme du spectre de réflectométrie X rasants est plus sensible à l'épaisseur LC qu'aux autres paramètres de simulation tels que la rugosité.



(a) Rapport des intensités $IR(3)$ en fonction de l'épaisseur LC de Sc.



(b) Rapport des intensités $IR(3)$ pour l'empilement FP3 en fonction de la rugosité aux interfaces Sc-sur-Cr.

FIGURE *99 – Résultats des simulations numériques à l'énergie E = 8,048 keV.*

Nous avons considéré, jusqu'à présent, le cas d'un empilement réalisé avec le même nombre de périodes pour ML1 et ML2. Cependant, à cause de l'absorption, on pourrait penser que l'extinction optimale serait atteinte pour un nombre de périodes N1 plus petit que N2. Dans l'objectif de trouver le meilleur empilement, nous avons tracé le facteur d'extinction de la réflectivité $F(n)$ en fonction du nombre de périodes N1 pour la multicouche du dessus (N2 étant fixé à 10) (figure 100). Nous avons défini le facteur d'extinction $F(n)$ du n^{ème} pic de Bragg comme étant le rapport R_{max}/R_{min}, où R_{max} correspond à la réflectivité du n^{ème} pic de Bragg avec la valeur d_{LC} fixée et R_{min} le minimum de réflectivité du n^{ème} pic de Bragg avec $d_{LC} = 0$ nm (cf. encadré de la figure 100).

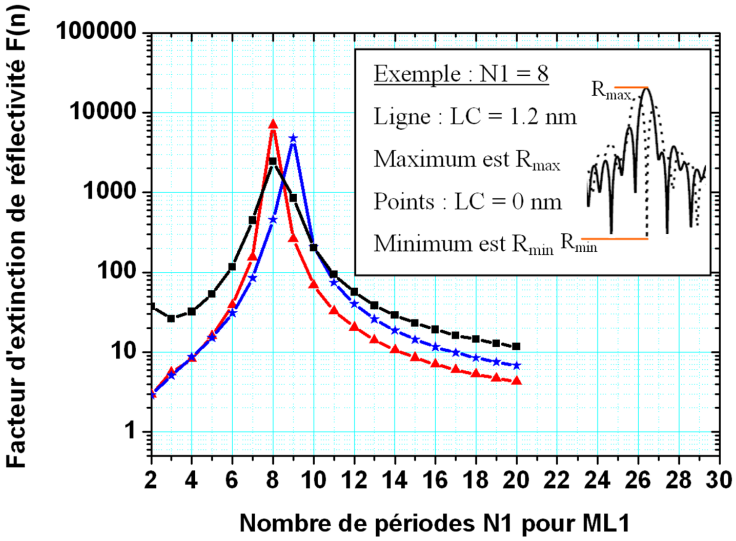


FIGURE *100 – Réflectivité calculée à $E = 8{,}048$ keV du facteur d'extinction de la réflectivité $F(n)$ en fonction du nombre de périodes N1* : en rouge avec triangles : $d_{LC} = 1{,}2$ nm ($3^{ème}$ ordre) ; en bleu avec étoiles : $d_{LC} = 0{,}9$ nm ($4^{ème}$ ordre) ; en noir avec carrés : $d_{LC} = 0{,}6$ nm ($6^{ème}$ ordre). (* : N1 est un nombre entier).*

L'ordre du pic de Bragg choisi pour l'analyse correspond à celui qui maximise $F(n)$. Ce facteur nous permet donc d'ajuster N1 par rapport à N2. Nous avons estimé le facteur $F(n)$ pour différentes valeurs d'épaisseurs LC de Sc en utilisant dans chaque cas le pic de Bragg optimal : $d_{LC} = 1{,}2$ nm, $d_{LC} = 0{,}9$ nm et $d_{LC} = 0{,}6$ nm, avec le 3ème, le 4ème et le 6ème pic de Bragg, respectivement. Dans cette gamme d'épaisseur, nous obtenons un facteur d'extinction plus grand que 10 sur une large gamme de valeurs de N1 (typiquement de 5 à 12). Ce facteur $F(n)$ est supérieur à 2000 pour une valeur N1 considérée comme optimale, cette valeur étant 8 ou 9 suivant les cas considérés d'épaisseur LC.

4.3.2 Résultats expérimentaux

4.3.2.1 Caractérisation expérimentale des couches subnanométriques

En pratique, nous avons choisi d'ajouter une couche de Cr en première couche et à la surface de chaque empilement présenté précédemment sur la figure 97, parce que le chrome présente une meilleure adhésion et stabilité à l'air que le scandium. Avec une telle structure, le meilleur facteur d'extinction de la réflectivité est atteint pour N1 = 7. Par conséquent, la formule de l'empilement idéal devient : Cr/7[Sc/Cr]/LC/9[Cr/Sc]/Cr/substrat de silice. Pour notre étude, nous avons déposé trois échantillons, présentés dans le tableau 4.1.

Miroir	Nom du miroir	Type de miroir	Matériau LC	Epaisseur LC (nm)	Substrat
A	MP12026 (&MP12035)	Miroir multicouche périodique	-	-	Silice Ø25.4 mm (épaisseur = 5 mm)
B	MP12032	Miroir "Fabry-Pérot"	Sc	1,2	Silice Ø25.4 mm (épaisseur = 5 mm)
C	MP12034	Miroir "Fabry-Pérot"	Sc	0,6	Silice Ø25.4 mm (épaisseur = 5 mm)

TABLE *4.1 – Liste et spécifications des miroirs étalonnés.*

L'échantillon A est un miroir multicouche périodique en Cr/Sc (Cr/17[Sc/Cr]/substrat de silice). Les échantillons B et C sont deux miroirs multicouches de type « Fabry-Pérot » avec l'épaisseur LC fixée respectivement à 1,2 nm et 0,6 nm. Ces épaisseurs sont des épaisseurs caractéristiques de la formule « nomin2-1,9° » optimisée pour le miroir multicouche non-périodique. Ces miroirs ont été déposés par pulvérisation cathodique magnétron au Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique (LCF) en utilisant la machine MP800 (cf. paragraphe 3.2.2). Les revêtements ont été déposés sur des substrats de silice superpolis de chez Winlight Optics®, avec un diamètre de 25,4 mm et une rugosité de surface inférieure à 0,3 nm rms (figure 101).

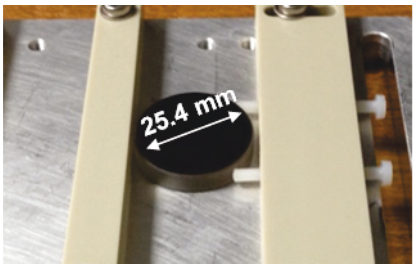


FIGURE *101 – Miroir multicouche composé d'un revêtement multicouche sur un substrat de chez Winlight Optics®.*

Les vitesses de dépôt des couches de Sc et Cr furent déterminées par l'analyse d'échantillons en couches minces (cf. paragraphe 3.2.3.1). Puis, nous avons réalisé plusieurs multicouches périodiques afin de vérifier si les vitesses de dépôt étaient identiques. Pour le miroir A, les épaisseurs attendues de Cr et Sc étaient de 3,5 nm et 4,0 nm respectivement. Les mesures de réflectivité furent conduites successivement au LCF et au synchrotron SOLEIL. La figure 102 présente les spectres de réflectivité obtenus (a) sur le réflectomètre à rayons X rasants du LCF à 8,048 keV et (b) à SOLEIL à 3 keV. La figure 103 présente un exemple du même résultat obtenu à SOLEIL à 3 keV en prenant en compte les barres d'incertitudes de la mesure du pouvoir réflecteur. Le calcul de ces incertitudes est présenté en annexes (cf. chapitre 7).

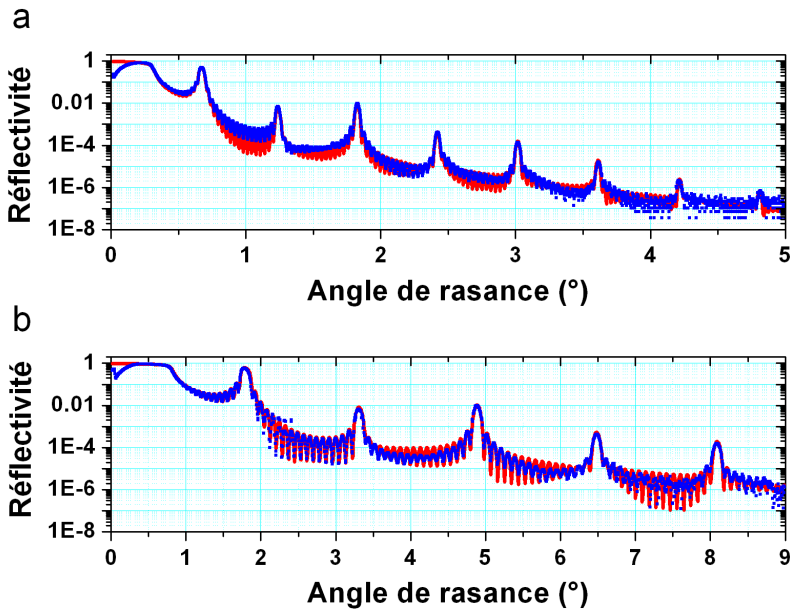


FIGURE *102 – Mesures de réflectivité (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 3 keV sur la ligne de Métrologie au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec Leptos [108] puis IMD. Les valeurs sont présentées dans le tableau 4.2. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.2 ont été utilisés pour simuler le spectre de réflectivité à 3 keV (ligne rouge).*

D'après les courbes d'ajustements (« fits ») obtenues avec Leptos [108] puis IMD, nous trouvons comme attendu une contraction de la période de 0,14 nm (d_{Cr} = 3,38 nm ; d_{Sc} = 3,98 nm). Les incertitudes donnant le même résultat sont pour chacune des deux couches de $\pm$ 0,08 nm. Ce que nous appelons ici « incertitude », c'est le fait de ne constater aucune variation sur le spectre de réflectivité pour un intervalle de variation d'épaisseur (variation relative d'une épaisseur par rapport à l'autre avec une période constante). Ainsi, l'analyse de ces multicouches a montré que l'épaisseur de la période est plus petite que

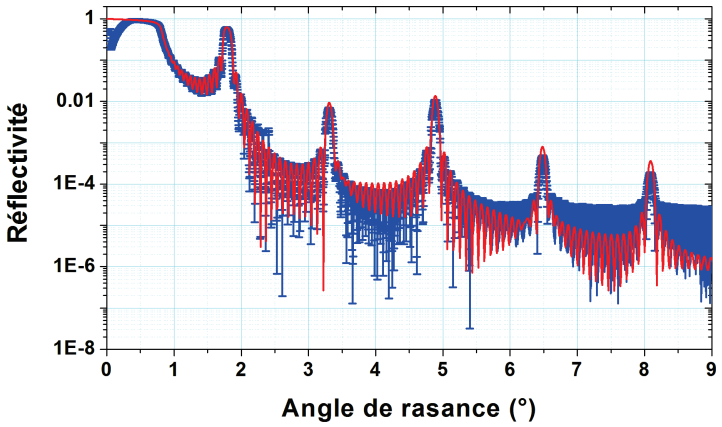


FIGURE *103 – Mesures de la réflectivité avec les barres d'incertitudes obtenues à 3 keV sur la ligne de Métrologie au synchrotron SOLEIL. En bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL avec les barres d'incertitudes ; en rouge : fit de la réflectivité sur IMD.*

la somme des deux épaisseurs attendues de Cr et Sc. Ce phénomène s'explique par des effets d'interfaces entre les deux matériaux. La méthode d'étalonnage prend en compte ces effets d'interfaces. Donc, il est important de réaliser les miroirs « Fabry-Pérot » avec les mêmes matériaux que ceux utilisés avec les miroirs multicouches périodiques. De plus, en considérant l'oxydation qui a lieu en surface sur la dernière couche de Cr, nous avons supposé la formation d'une couche de Cr_2O_3 à la surface du miroir. Toutes les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 4.2. Pour les miroirs « Fabry-Pérot » (miroirs B et C), les résultats sont présentés sur la figure 104.

Nous avons ajusté les courbes de réflectométrie X rasants en faisant varier les paramètres tels que les épaisseurs LC et les rugosités d'interfaces mais sans changer les indices

			A	
	Matériau	**Densité ($g.cm^{-3}$)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**
Couche de surface	Cr_2O_3	5,21	1,60	0,70
	Cr	7,19	2,70	0,45
ML (17 périodes)	Sc	2,99	3,98	0,45
	Cr	7,19	3,38	0,45
Substrat	SiO_2	2,20	INF	0,20

TABLE *4.2 – Valeurs ajustées du miroir multicouche périodique (miroir A). Elles ont été obtenues par Leptos puis IMD, et les courbes sont représentées sur la figure 102. Les incertitudes des ajustements sont de ± 0,08 nm pour le Cr et le Sc et ± 0,2 nm pour le Cr_2O_3. L'incertitude sur la rugosité est de ± 0,05 nm. L'épaisseur du substrat étant de 5 mm, on l'a considère infinie par rapport aux autres épaisseurs d'où le terme « INF ».*

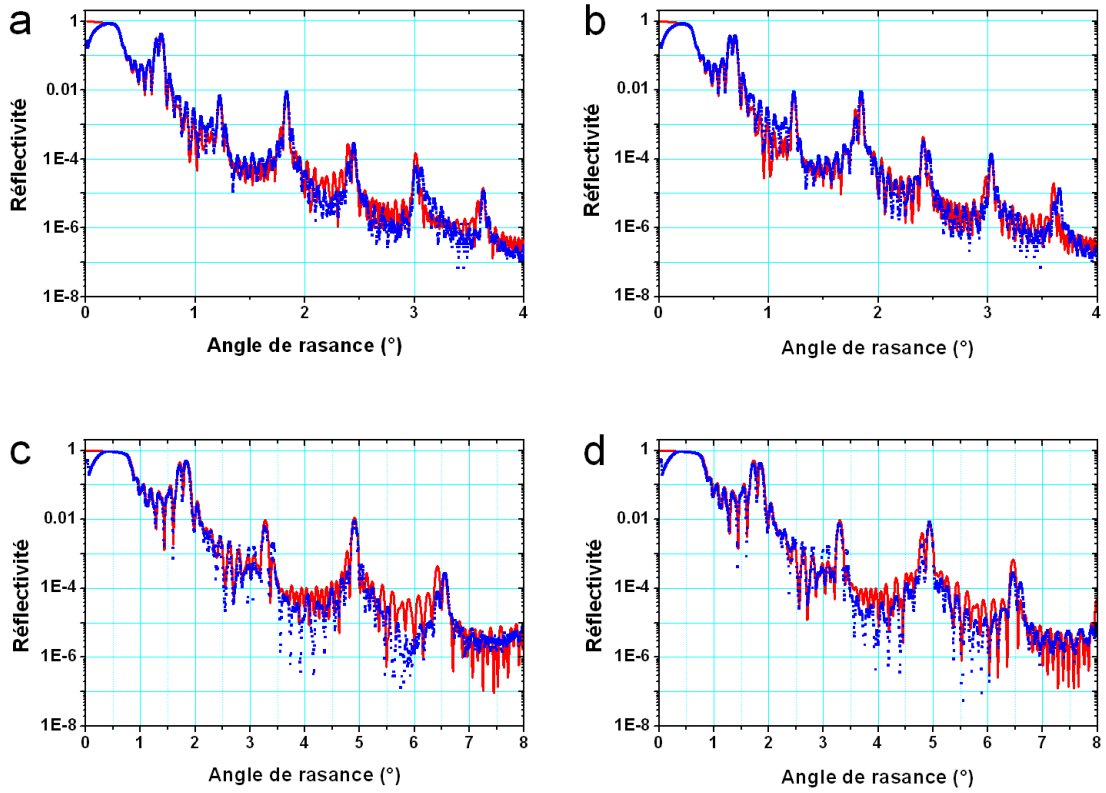


FIGURE *104 – Mesures de réflectivité : (a) et (b) : à 8,048 keV au LCF (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs B et C respectivement. Pour les mesures au LCF, la courbe ajustée (ligne rouge) utilise les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (tableau 4.2) pour fixer ML1 et ML2 puis nous avons ajusté l'épaisseur LC avec IMD (les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 4.3). (c) et (d) : à 3 keV au synchrotron SOLEIL (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs B et C respectivement. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.3 ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge).*

optiques et les épaisseurs des multicouches périodiques. En effet, il apparaît très difficile de trouver un modèle commun permettant d'ajuster les deux échantillons. Ainsi, dans le but de réduire les incertitudes sur l'épaisseur LC, nous avons utilisé les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (miroir A) présentés dans le tableau 4.2 pour fixer les multicouches ML1 et ML2. Au paragraphe 4.3.1, nous avons présenté une technique qui se focalisait sur un pic de Bragg spécifique pour étudier la sensibilité de ce pic lorsqu'on faisait varier l'épaisseur LC. L'objectif était de montrer que certaines caractéristiques sont fortement dépendantes de cette épaisseur. Expérimentalement, nous ajusterons le spectre expérimental en prenant en compte le spectre dans son ensemble. Les épaisseurs LC ajustées sont les mêmes que celles attendues (d_{LC} = 1,2 nm et d_{LC} = 0,6 nm pour les miroirs B et C respectivement, tableau 4.3) avec une incertitude de ± 0,1 nm. On pouvait espérer atteindre ces épaisseurs puisque l'étalonnage en multicouche avait été réalisé précédemment. L'incertitude est plus grande que celle obtenue avec les simulations numériques présentées au paragraphe 4.3.1.2. En effet, les mesures au LCF et à SOLEIL furent réalisées avec une résolution angulaire de 0,005°, tandis que les simulations numériques utilisaient une résolution de 0,001° pour les courbes de réflectivité en angle.

			B		C	
	Matériau	**Densité ($g.cm^{-3}$)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**
Couche de surface	Cr_2O_3	5.21	1.60	0.70	1.60	0.70
	Cr	7.19	2.70	0.45	2.70	0.45
ML1 (7 périodes)	Sc	2.99	3.98	0.45	3.98	0.45
	Cr	7.19	3.38	0.45	3.38	0.45
Couche à étalonner (LC)	Sc	2.99	1.20	0.40	0.60	0.40
ML2 (9 périodes)	Cr	7.19	3.38	0.40	3.38	0.40
	Sc	2.99	3.98	0.40	3.98	0.40
Couche du fond	Cr	7.19	3.38	0.40	3.38	0.40
Substrat	SiO_2	2.20	INF	0.20	INF	0.20

TABLE *4.3 – Valeurs ajustées des miroirs « Fabry-Pérot » (miroirs B et C) : Les épaisseurs et les rugosités ont été ajustées avec IMD. Les incertitudes sont de ± 0,1 nm pour les épaisseurs LC et de ± 0,05 nm pour la rugosité. Les multicouches périodiques (ML1 et ML2) sont fixées avec les valeurs du tableau 4.2. Les courbes utilisant les valeurs ajustées présentées ici sont représentées sur la figure 104.*

Les incertitudes sur les épaisseurs des multicouches périodiques ML1 et ML2 (± 0,08 nm) impliquent une autre incertitude sur la détermination de l'épaisseur à étalonner. En simulant les pires cas, les valeurs des épaisseurs LC sont dans l'intervalle d'incertitude mentionné précédemment, à savoir ± 0,01 nm. On peut observer que les ajustements sont en bon accord avec les mesures obtenues sur le réflectomètre à rayons X rasants et cela pour les deux miroirs (figure 104a et 104b). De plus, les paramètres ajustés donnés dans le tableau 4.3 furent aussi utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à

Miroir	Nom du miroir	Type de miroir	Matériau LC	Epaisseur LC (nm)	Substrat
D	MP12030	Miroir "Fabry-Pérot"	Cr	1,2	Silice Ø25.4 mm (épaisseur = 5 mm)
E	MP12031	Miroir "Fabry-Pérot"	Cr	0,6	Silice Ø25.4 mm (épaisseur = 5 mm)

TABLE *4.4 – Liste et spécifications des miroirs avec la couche à étalonner (LC) en Cr.*

3 keV. Ces résultats simulés, montrés sur les figures 104c et 104d, apparaissent en bon accord avec les mesures expérimentales obtenues sur SOLEIL. Cela démontre que cette approche permet un étalonnage précis des couches subnanométriques. La rugosité de ML1 est légèrement plus élevée que celle de ML2 à cause de la rugosité accumulée durant le processus de dépôt. Un tel phénomène avait déjà été mis en exergue dans des expériences antérieures pour des multicouches en Cr/Sc [116].

Le même principe a été utilisé pour étalonner les couches de Cr. Cependant, la formule de l'empilement devient : 7[Cr/Sc]/LC/10[Sc/Cr]/substrat de silice. Pour notre étude, nous avons déposé deux échantillons, présentés dans le tableau 4.4. Comme pour l'étalonnage des couches LC de Sc, nous avons utilisé les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (miroir A) présentés dans le tableau 4.2 pour fixer les multicouches ML1 et ML2. Concernant les épaisseurs LC ajustées, celle du miroir D correspond bien à celle attendue ($d_{LC} = 1{,}2$ nm), cependant pour la valeur LC du miroir E, elle diverge de la valeur attendue ($d_{LC} = 1{,}4$ nm pour 0,6 nm attendue). L'incertitude sur ces épaisseurs est de $\pm$ 0,1 nm. Le résultat obtenu pour le miroir E met en évidence la difficulté à étalonner les couches de Cr pour des épaisseurs inférieures au nanomètre. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.5. Ces ajustements sont en bon accord avec les mesures obtenues sur le réflectomètre à rayons X rasants et cela pour les deux miroirs (figure 105a et 105b). Les paramètres ajustés donnés dans le tableau 4.5 furent aussi utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV. Ces résultats simulés, présentés sur les figures 105c et 105d, apparaissent en bon accord avec les mesures expérimentales obtenues sur SOLEIL.

			D		E	
	Matériau	**Densité ($g.cm^{-3}$)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**
Couche de surface	Cr_2O_3	5.21	1.60	0.70	1.60	0.70
	Cr	7.19	2.70	0.45	2.70	0.45
Couche Sc	Sc	2.99	3.98	0.45	3.98	0.45
ML1 (6 périodes)	Cr	7.19	3.38	0.45	3.38	0.45
	Sc	2.99	3.98	0.45	3.98	0.45
Couche à étalonner (LC)	Cr	7.19	1.20	0.40	1.40	0.40
ML2 (10 périodes)	Sc	2.99	3.98	0.40	3.98	0.40
	Cr	7.19	3.38	0.40	3.38	0.40
Substrat	SiO_2	2.20	INF	0.20	INF	0.20

TABLE *4.5 – Valeurs ajustées des miroirs « Fabry-Pérot » (miroirs D et E). Les épaisseurs et les rugosités ont été ajustées avec IMD. Les incertitudes sont de ± 0,1 nm pour les épaisseurs LC et de ± 0,05 nm pour la rugosité. Les multicouches périodiques (ML1 et ML2) sont fixées avec les valeurs du tableau 4.2. Les courbes utilisant les valeurs ajustées présentées ici sont représentées sur la figure 105.*

Suite à cette étude, nous avons donc décidé de fixer les couches de Cr à 1,2 nm au minimum pour l'optimisation de la formule de dépôt du miroir non-périodique (cf. paragraphe 4.3).

4.3.2.2 Étalonnage de la couche de surface en SiO_2

L'étalonnage de la couche de protection en SiO_2 est un paramètre essentiel à définir car comme nous l'avons vu au paragraphe 4.3, elle joue un rôle primordial dans le profil de réflectivité dans la bande passante. Nous avons choisi de déposer une couche de silicium (Si) plus fine et de la laisser s'oxyder à l'air afin de déterminer l'épaisseur de silice (SiO_2) finale. La silice et le silicium ayant quasiment la même densité, notre problématique est de déterminer quelle épaisseur de Si il faut déposer pour obtenir une épaisseur totale (Si + SiO_2) proche de 3 nm. Pour cette étude, nous avons réalisé un miroir (miroir F) avec le revêtement comme suit : Si/Cr/substrat de silice. L'épaisseur de Si est fixée à 2,0 nm et l'épaisseur de Cr est fixée à 14,6 nm. Ce miroir a été mesuré successivement au LCF à 8,048 keV et à SOLEIL à 3 keV. Les résultats sont présentés sur la figure 106. Les valeurs ajustées sont résumées dans le tableau 4.6.

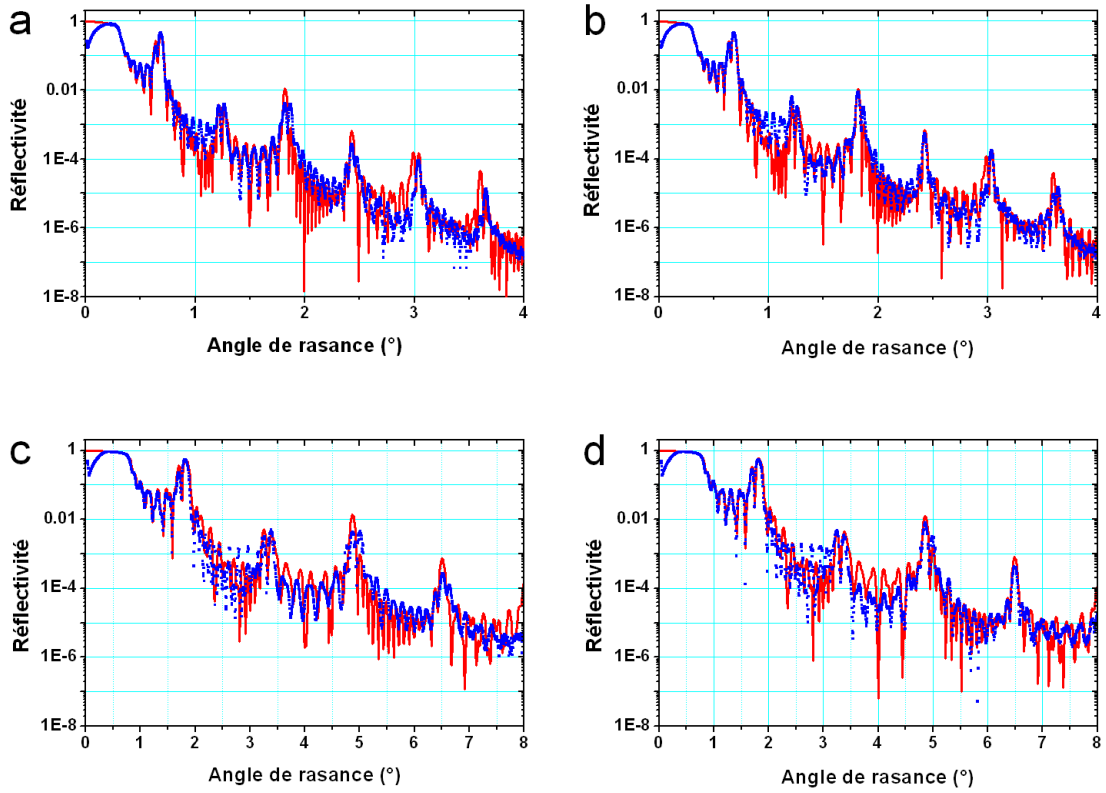


FIGURE *105 – Mesures de réflectivité : (a) et (b) : à 8,048 keV au LCF (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs D et E respectivement. Pour les mesures au LCF, la courbe ajustée (ligne rouge) utilise les paramètres ajustés du miroir multicouche périodique (tableau 4.2) pour fixer ML1 et ML2 puis nous avons ajusté l'épaisseur LC avec IMD (les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 4.5). (c) et (d) : à 3 keV au synchrotron SOLEIL (points bleus) et la courbe ajustée avec IMD (ligne rouge) pour les miroirs D et E respectivement. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans le tableau 4.5 ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge).*

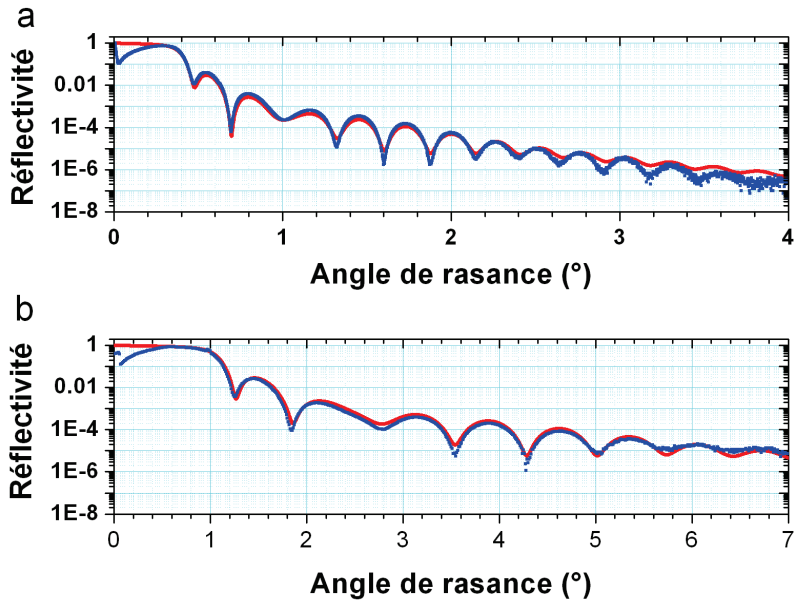


FIGURE *106 – Mesures de réflectivité du miroir F (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 3 keV au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec IMD. Les valeurs sont présentées dans le tableau 4.6. Pour les mesures à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans ce tableau ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 3 keV (ligne rouge).*

			F	
	Matériau	**Densité ($g.cm^{-3}$)**	**Epaisseur (nm)**	**Rugosité (nm)**
Couche de surface	SiO_2	2,20	1,70	0,70
	Si	2,33	0,80	0,40
Couche mince	Cr	7,19	14,40	0,40
Substrat	SiO_2	2,20	INF	0,20

TABLE *4.6 – Valeurs ajustées du miroir d'étalonnage de la couche de silice (miroir F). Elles ont été obtenues par Leptos et les courbes sont représentées sur la figure 106. L'incertitude sur les épaisseurs est de ± 0,1 nm. L'incertitude sur la rugosité est de ± 0,05 nm.*

On observe que le silicium n'est pas totalement oxydé en silice. Il existe deux couches distinctes dont l'épaisseur totale Si + SiO_2 = 2,5 nm. La couche de Cr est ajustée à une épaisseur plus fine que visée (d_{Cr} = 14,4 nm) mais reste très proche de celle-ci puisque l'incertitude sur les épaisseurs est de ± 0,1 nm.
A partir de ce dépôt et d'un autre réalisé précédemment (où nous avions ajusté l'épaisseur Si + SiO_2 à 3,5 nm pour une épaisseur de Si visée égale à 2,9 nm), nous avons pu corriger la vitesse de passage au-dessus du Si afin d'obtenir les 3 nm de silice souhaités dans la

formule « nomin2-1,9° » (figure 107).

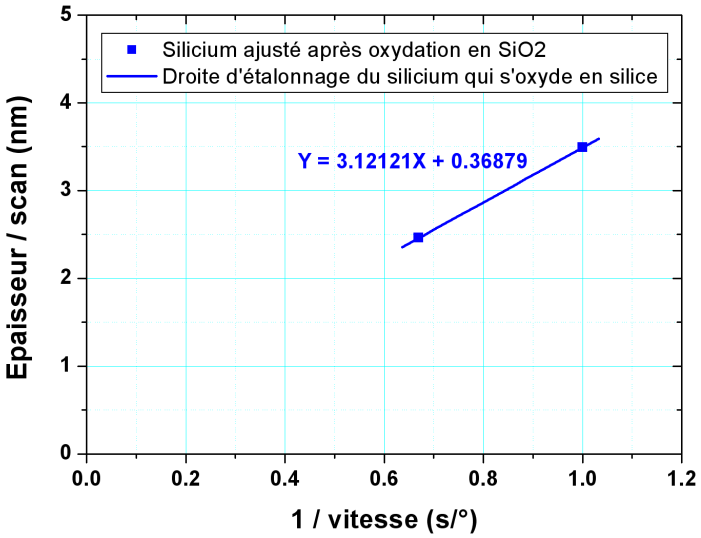


FIGURE *107 – Droite d'étalonnage du silicium (qui s'oxyde en silice) déposé en couche mince au-dessus d'une couche de 14,6 nm de chrome, par pulvérisation cathodique magnétron.*

4.3.2.3 Dépôts et caractérisation des miroirs non-périodiques

Suite à l'optimisation d'une première formule constituée de 121 couches en Cr/Sc d'épaisseurs variant entre 0,6 nm et 9,3 nm et d'une couche de protection en SiO_2 de 3 nm (cf. paragraphe 4.3), nous avons déposé ce revêtement sur un substrat de silice superpoli de 80 × 25 × 5 mm^3 (figure 108).

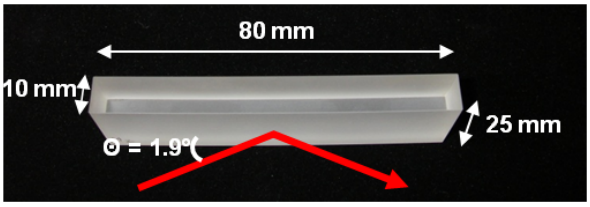


FIGURE *108 – Substrat de silice superpoli sur lequel a été déposé le revêtement non-périodique.*

Ce miroir a été mesuré successivement au LCF à 8,048 keV, puis au PTB à 3 keV en réalisant des balayages en angle. Il a ensuite été mesuré en énergie à angle fixe (ici θ rasant = 1,9°), toujours au PTB. Je ne présenterai ici que la mesure en énergie qui est représentative de son utilisation dans le spectromètre DMX (figure 109). On constate que

le profil de réflectivité est plutôt bien respecté en dehors de la bande passante (E < 2 keV et E > 4 keV). Cependant, le résultat observé dans la bande 2 – 4 keV est plutôt décevant. En effet, on n'atteint pas la réflectivité souhaitée à 2 keV puis on observe une grosse chute de la réflectivité à 3,2 keV et de fortes oscillations dans le domaine 3,5 – 4 keV. Ces effets s'expliquent par un problème d'étalonnage des fines couches de Cr (cf. paragraphe 4.3.2.1) et par une rugosité générale du dépôt supérieure à celle souhaitée (0,35 nm).

Suite à ce problème concernant les couches subnanométriques de Cr, nous avons donc réoptimisé une nouvelle formule. Cette formule est constituée de 115 couches de Cr/Sc d'épaisseurs variant entre 0,6 nm et 7,3 nm et d'une couche de protection en SiO_2 (« nomin2-1,9° »). Les épaisseurs minimales étant fixées à 1,2 nm pour le Cr et 0,6 nm pour le Sc. Ce revêtement a été déposé sur le même substrat de silice superpoli que précédemment (80 × 25 × 5 mm^3), celui-ci ayant été nettoyé de tout le dépôt avec un réactif appelé « Chrome Etchant ».

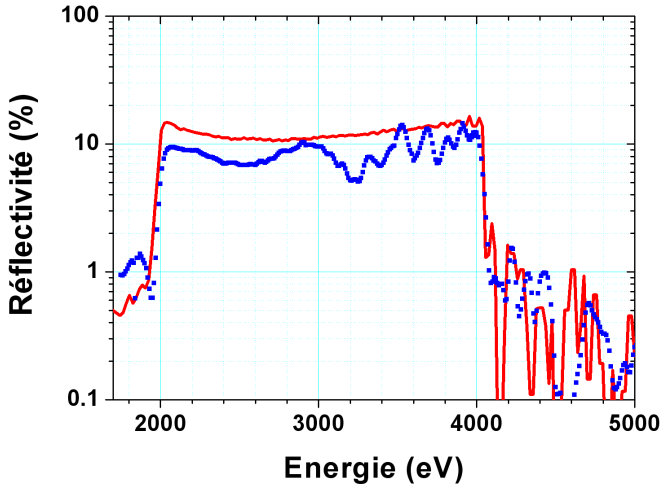


FIGURE *109 – Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée au PTB avec le revêtement non-périodique de 121 couches en Cr/Sc + une couche de SiO_2 à l'angle θ = 1,9°, comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin1-1,9° » (ligne rouge).*

Pour parfaire notre dépôt, nous avons actualisé notre diagramme en multicouche avec les résultats obtenus lors des étalonnages nanométriques et subnanométriques, cela dans le but d'obtenir les meilleures équations en multicouche (figure 110).

De la même manière, ce miroir a alors ensuite été mesuré successivement au LCF à 8,048 keV, puis au PTB à 3 keV en réalisant des balayages en angle. Enfin, toujours au PTB, il a été mesuré en énergie à angle fixe (θ rasant = 1,9°) entre 1,75 keV et 10 keV. Pour les énergies inférieures à 1,75 keV, nous avons effectué les mesures à SOLEIL. Je ne présenterai ici que la mesure en énergie, qui représente la mesure nécessaire à l'utilisation

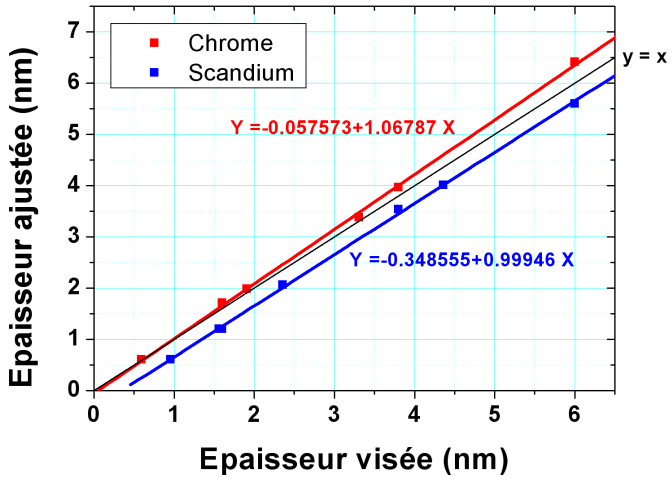


FIGURE *110 – Diagramme en multicouche dans le cas d'une multicouche Cr/Sc. Les équations obtenues servent à étalonner les vitesses de passage pour réaliser le dépôt final.*

du miroir dans le DMX (figure 111).

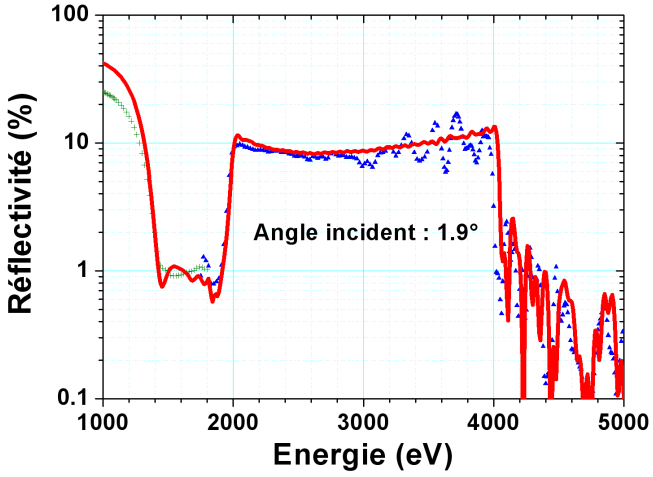


FIGURE *111 – Mesure de la réflectivité réalisée au PTB (points bleus) et à SOLEIL (points verts) avec le revêtement non-périodique de 115 couches en Cr/Sc + une couche de SiO_2 à l'angle θ = 1,9°, comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin2-1,9° » (ligne rouge).*

En analysant cette figure, on remarque que le résultat est nettement plus satisfaisant que précédemment. En effet, dans la bande passante 2 – 4 keV, on respecte bien le profil de réflectivité calculé entre 2 et 3,3 keV (domaine des raies principales de la bande M de l'or). Ensuite, entre 3,3 et 4 keV, on observe des oscillations, mais ce domaine correspond

au domaine des raies secondaires de la bande M de l'or. Au delà de 4 keV, la réflectivité est inférieure à 2 % comme souhaité puis pour les énergies inférieures à 2 keV, les résultats sont en bon accord avec la simulation (i.e. R_{max} = 1,4 %). Les oscillations dans la zone 3,3 – 4 kev s'expliquent par des erreurs d'épaisseurs sur certaines couches. Afin d'essayer d'estimer quelles sont les couches responsables de ces oscillations, des simulations ont été réalisées en prenant en compte une erreur de ± 0,1 nm sur les épaisseurs des 30 premières couches en profondeur et ensuite à l'opposé sur les 30 dernières en surface (figure 112). On constate que les couches en surface ont une influence primordiale sur le spectre de réflectivité à hautes énergies.

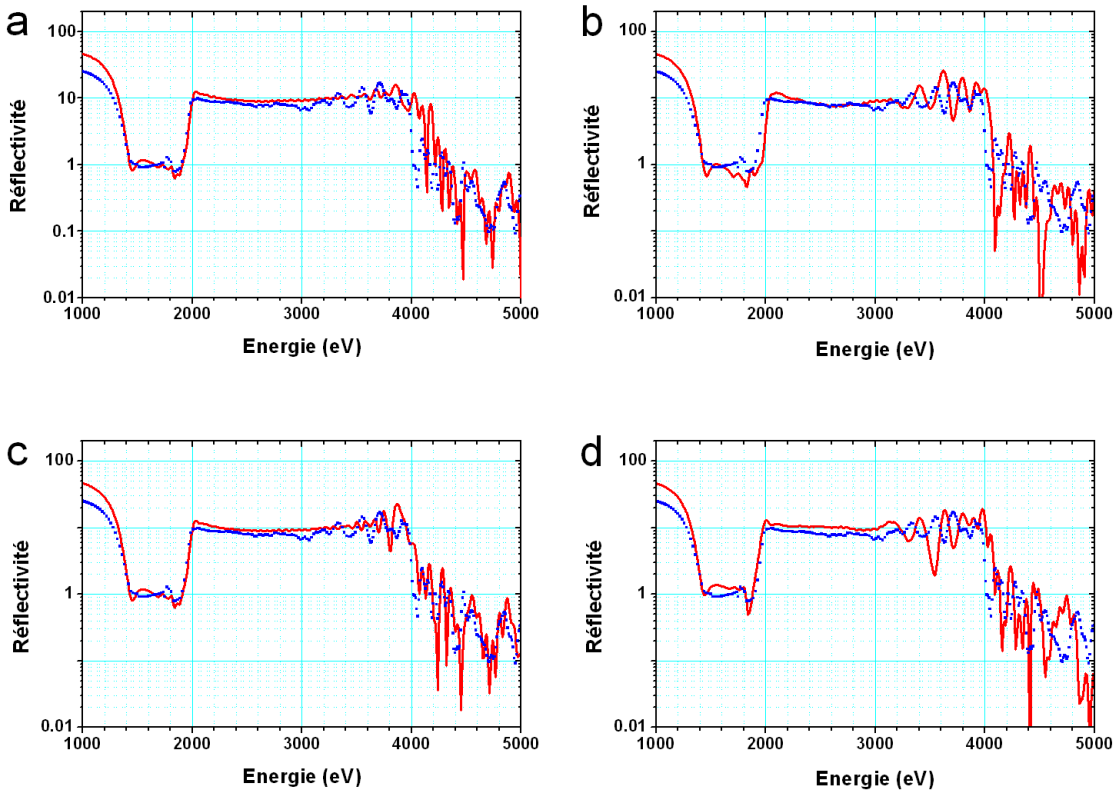


FIGURE *112 – Réflectivités simulées à theta = 1,9° (lignes rouges) et comparées avec la mesure du miroir MP13018 (points bleus), pour une erreur sur les épaisseurs : de -0,1 nm sur les 30 premières couches (a) en profondeur ou (b) en surface ; de +0,1 nm sur les 30 premières couches (c) en profondeur ou (d) en surface.*

La réponse totale FT(E) obtenue en utilisant le miroir MP13018 est présentée sur la figure 113. Le résultat est plutôt satisfaisant puisque la réponse FT est globalement

constante entre 2 keV et 3,3 keV. On retrouve les oscillations dans la zone 3,3 et 4 keV mais si on regarde le spectre de rayonnement émis par le plasma, on peut noter qu'il décroît nettement et qu'il n'y a plus de raies (même secondaires) dans cette zone. En dehors de la bande passante, les spécifications sont bien respectées puisque le signal est 10 fois moins important.

Sur la figure 114 est tracée l'intégrale courante de la FT utilisant la courbe expérimentale du miroir MP13018, ce qui nous permet de déterminer quel est le pourcentage de la sensibilité spectrale de la FT dans la bande passante. Il en ressort que 95 % de l'information se situe dans la bande passante, ce qui est très satisfaisant. Si l'on compare ce résultat avec les deux anciens miroirs MP10089 et MP11085, on met en évidence une augmentation du pourcentage d'information dans la bande passante (95 % au lieu de 89 et 90 %). De même, on a diminué ce pourcentage pour les énergies en dessous de 2 keV, ce qui est très satisfaisant car dans cette gamme d'énergie l'émission du spectre rayonné est élevée.

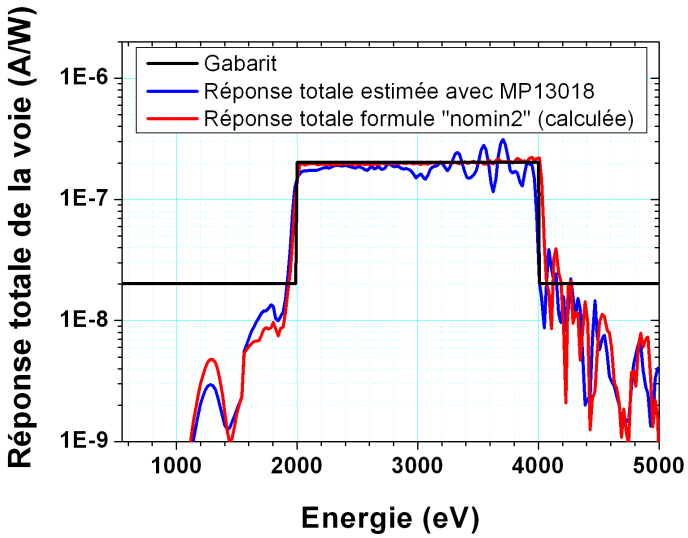


FIGURE *113 – Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP13018 (ligne bleue) et comparée avec la formule optimisée « nomin2-1,9° » (ligne rouge).*

On peut aussi comparer les différents miroirs en analysant la variation de signal dans la bande passante par rapport au gabarit visé. Le tableau 4.7 récapitule les différents résultats obtenus. Il apparaît que l'erreur effectuée est plus grande (que ce soit l'erreur « rms » ou « pic vallée ») avec le nouveau miroir. Cependant, on a plus de signal dans la bande passante qu'auparavant et, surtout, on a réussi à diminuer considérablement la quantité de signal pour les énergies inférieures à 2 keV. Cela a une importance si l'on regarde comment évolue l'intégrale courante en prenant en compte le spectre de bande M de l'or. Cette information sera présentée dans le chapitre consacré au calcul de puissance

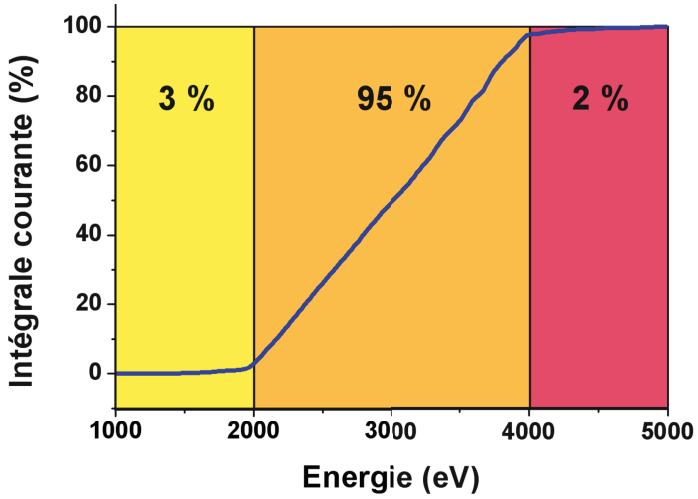


FIGURE *114 – Intégrale courante de la réponse totale (FT) de la voie miroir 2 – 4 keV. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

rayonnée par un plasma et les incertitudes liées à ce calcul (cf. chapitre 6).

Nom du miroir	Angle de rasance	Variation de signal dans la bande 2 – 4 keV	Pourcentage de signal de la FT pour les énergies :			
			< 2 keV	2 – 4 keV	> 4 keV	
MP10089	1,5°	Rms : 16,5 % Pic vallée : 36,5 %	7 %	90 %	3 %	TRAVAIL EFFECTUÉ AVANT LA THÈSE
MP11085	1,5°	Rms : 10,7 % Pic vallée : 29,2 %	7 %	89 %	4 %	
MP13018	1,9°	Rms : 17,9 % Pic vallée : 69,1 %	3 %	95 %	2 %	

TABLE *4.7 – Tableau récapitulatif des résultats obtenus avec les différents miroirs.*

Chapitre 5

Étude et développement d'un miroir pour la voie spectrale 4 – 6 keV

5.1 Contexte

La voie de mesure 4 – 6 keV est dédiée aux qualifications de sources X radiographiques du type titane (Ti) ou vanadium (V). Actuellement, quatre voies de mesure sont utilisées sur le spectromètre DMX afin de déterminer la puissance rayonnée dans la gamme spectrale 4 – 6 keV. En effet, si l'on considère le spectre d'émission d'un plasma de titane, quatre raies principales du titane sont émises entre 4,5 et 6,0 keV (figure 115) (He_α : 4,7 keV, H_α : 4,9 keV, He_β : 5,6 keV et H_β : 5,9 keV). Afin de définir les caractéristiques de ces raies et de calculer la puissance rayonnée dans la bande 4 – 6 keV, on utilise donc quatre voies filtrées (tableau 5.1). Les deux premières sont composées respectivement d'un filtre de titane (Ti) et d'un filtre de vanadium (V) de 20 µm d'épaisseur chacun. Les deux autres sont composées d'un filtre de chrome (Cr) et d'un filtre de manganèse (Mn) de 20 µm d'épaisseur chacun sur 150 µm de Mylar.

L'idée est de développer suivant le même principe que pour la gamme d'énergie 2 – 4 keV (i.e. une réponse totale de la voie de mesure constante dans l'intervalle souhaité et nulle ailleurs), une seule voie afin d'intégrer dans une unique mesure toutes les raies dans la bande 4 – 6 keV. Cette nouvelle voie est composée d'un filtre de fer de 10 µm (figure 116b), d'un miroir multicouche (qui fait l'objet de cette étude) et d'un détecteur coaxial identique à celui utilisé pour la voie miroir 2 – 4 keV (figure 116a).

Cette étude est développée pour une application sur le spectromètre DMX de Rochester aux États-Unis (DMX-OMEGA).

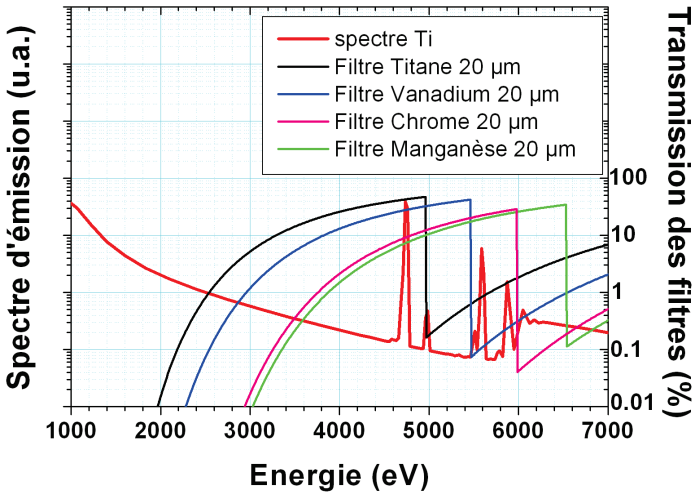
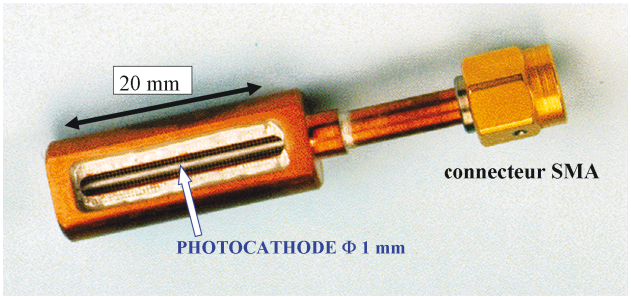


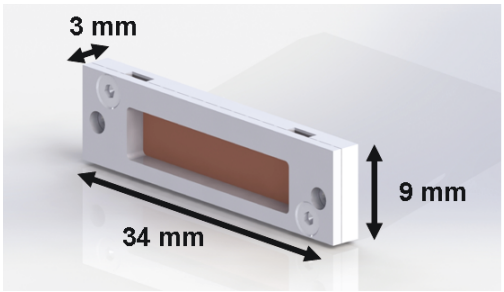
FIGURE *115 – Spectre simulé d'émission, en face avant, d'un plasma créé sur une feuille de titane de 8* µm *d'épaisseur et les transmissions des filtres Ti, V, Cr et Mn, utilisés dans le spectromètre DMX à Rochester.*

Source Titane					
Voie filtrée	**Filtre**	**Raie 1**	**Raie 2**	**Raies 3 et 4**	**Seuil d'absorption filtre**
1	Ti 20 µm	He_α : 4,7 keV			4,9 keV
2	V 20 µm	He_α : 4,7 keV	H_α : 4,9 keV		5,4 keV
3	Cr 20 µm	He_α : 4,7 keV	H_α : 4,9 keV	He_β : 5,6 keV H_β : 5,9 keV	5,9 keV
4	Mn 20 µm	He_α : 4,7 keV	H_α : 4,9 keV	He_β : 5,6 keV H_β : 5,9 keV	6,5 keV

TABLE *5.1 – Liste des raies observées en fonction de la nature du filtre équipant les différentes voies de mesure.*



(a) Détecteur coaxial avec photocathode en aluminium.



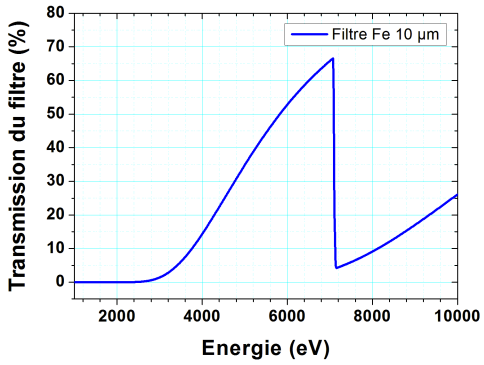
(b) Filtre de fer de 10 µm d'épaisseur.

FIGURE *116 – Détecteur coaxial et filtre utilisé pour la nouvelle voie miroir 4 – 6 keV.*

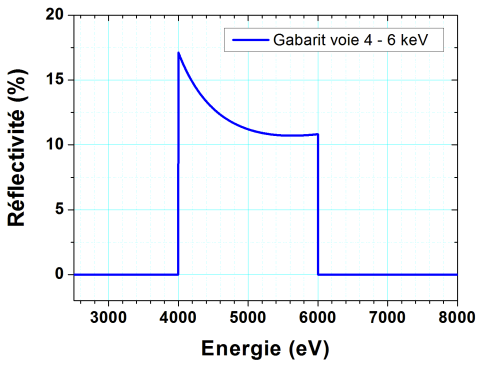
5.2 Design du miroir

Le gabarit du miroir à réaliser est défini en prenant en compte les réponses des autres composants de la voie de mesure, à savoir la transmission du filtre de Fe (figure 117a) et la sensibilité spectrale du détecteur coaxial (figure 77b). La forme du gabarit souhaité est présenté sur la figure 117b.

La réflectivité doit être optimisée au plus proche du profil souhaité dans la bande passante 4 – 6 keV et être aussi faible que possible en dehors, excepté dans la zone de la réflexion totale ayant lieu à la surface de l'empilement. Le filtre de fer sert justement à supprimer le signal provenant de la réflexion totale sur le miroir. Le revêtement choisi sera déposé sur un substrat nu en silice superpoli de 90 × 25 × 10 mm^3 de chez Winlight Optics®. La rugosité du substrat a été mesurée sur le profilomètre du LCF (cf. paragraphe 3.2.4) à 0,303 nm rms, 0,377 nm rms et 0,318 nm rms, au centre, bord 1 et bord 2, respectivement. La taille du miroir permet de réfléchir un faisceau incident pouvant atteindre 2 mm de large même si dans notre configuration un couteau sera à nouveau placé au-dessus du miroir à 1 mm de hauteur (figure 82).



(a) Transmission d'un filtre de fer de 10 µm d'épaisseur.



(b) Gabarit visé de la réponse spectrale du miroir multicouche non-périodique.

FIGURE *117 – Spécifications de la nouvelle voie miroir pour la gamme d'énergie 4 – 6 keV.*

5.3 Choix des matériaux

L'étape préliminaire à cette étude consiste à choisir les matériaux constituant la multicouche et à déterminer une formule d'empilement théorique par simulation. Le critère de sélection des matériaux dépend de leurs propriétés optique et physico-chimique. De plus,

les matériaux choisis doivent pouvoir être déposés par pulvérisation cathodique magnétron, avoir un bon contraste d'indice, un minimum d'absorption, aucun seuil d'absorption dans la bande passante 4 – 6 keV mais aussi avoir des interfaces lisses avec une rugosité la plus faible possible. Une première sélection des matériaux peut donc être réalisée en éliminant les matériaux avec seuils d'absorption, les gaz et les liquides (tableau périodique, figure 118). Afin d'obtenir à la fois une réflectivité suffisamment élevée et une région de réflexion totale limitée aux énergies E < Ec (Ec = 3 keV), nous avons choisi un angle de rasance de 1,3°. Nous avons utilisé le programme écrit sous *Python* qui permet de calculer les coefficients de Fresnel (cf. paragraphe 3.1.1) et donc de définir les matériaux ayant un bon contraste d'indice et les présences de seuils d'absorption. Pour cela, le coefficient de réflexion en amplitude du champ électrique a été calculé pour une large gamme de matériaux dans la bande passante 4 – 6 keV à l'angle de rasance 1,3°. Les résultats sont présentés sur la figure 119.

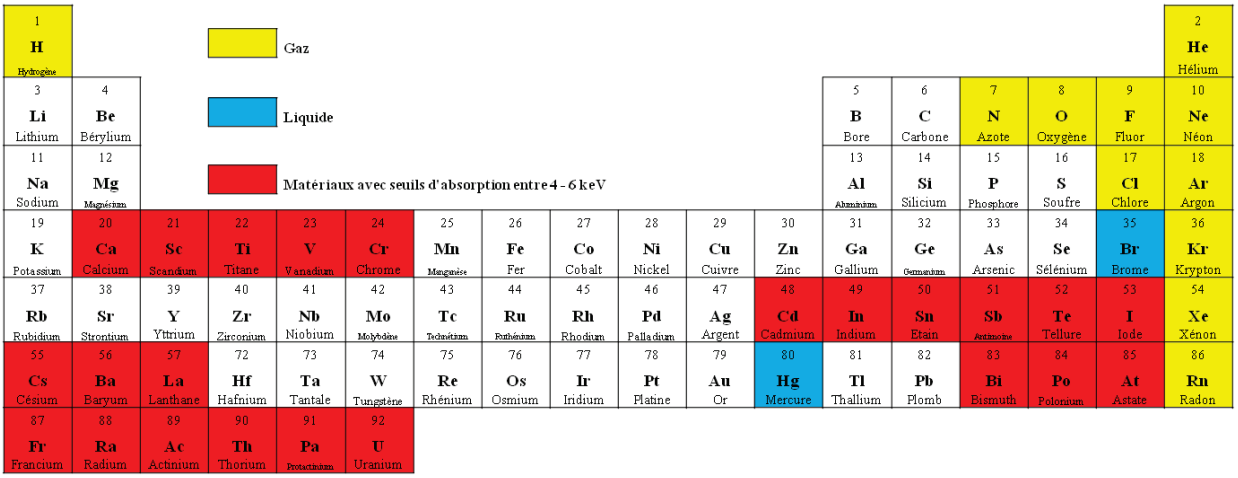


FIGURE *118 – Représentation du tableau périodique de Mendeleïev. En jaune : les éléments de type gazeux ; en bleu : les éléments de type liquide ; en rouge : les éléments qui possèdent au moins un seuil d'absorption dans la gamme d'énergie 4 – 6 keV.*

Prenant en compte toutes les considérations présentées précédemment, nous avons sélectionné plusieurs matériaux considérés comme « légers » : C, B_4C, Si et SiC et plusieurs considérés comme « lourds » : Ni, Co, W et Pt. Pour avoir une première idée des couples de matériaux intéressants, une première série de simulation de multicouches périodiques (50 périodes), centrées à 5 keV a été réalisée. La figure 120 présente les résultats obtenus avec quelques uns de ces couples.

Ensuite, pour optimiser les différents empilements multicouches, nous avons utilisé le logiciel TFCalc® (cf. paragraphe 3.1.2) en utilisant une nouvelle fois la procédure « needle ». Comme la rugosité n'est pas prise en compte par le logiciel, nous avons redéfini

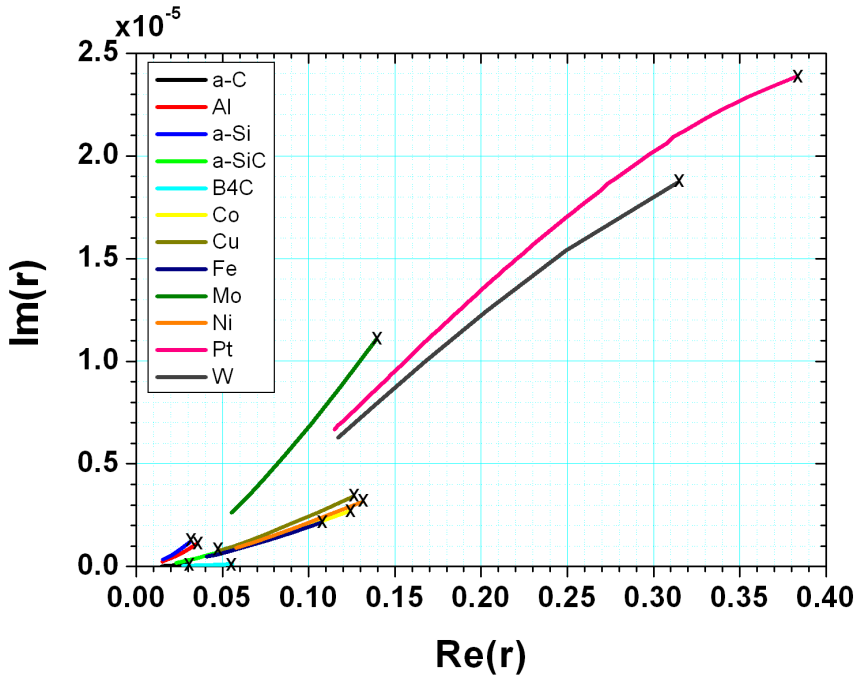


FIGURE *119 – Détermination du coefficient de réflexion pour une large gamme de matériaux dans la bande 4 keV à 6 keV à θ rasant = 1,3°. Les croix noires représentent la valeur à E = 4 keV.*

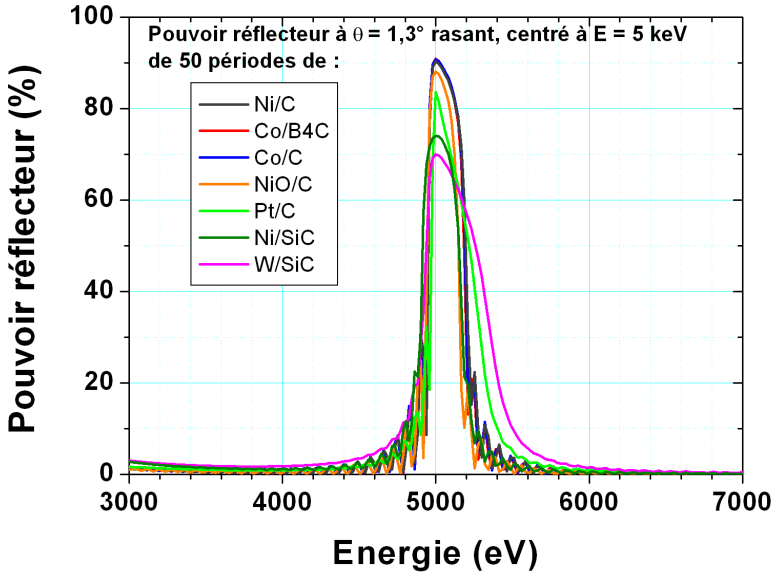


FIGURE *120 – Réflectivité simulée de différents couples de matériaux en multicouches périodiques (50 périodes), dont la période est optimisée pour avoir une réflectivité maximale à E = 5 keV.*

les cibles de réflectivité en utilisant le coefficient de Debye-Waller (cf. paragraphe 3.1.2.2). La rugosité moyenne est supposée de 0,40 nm aux interfaces.

De nombreuses optimisations ont été réalisées avec les couples de matériaux suivants : Ni/Si, Ni/SiC, Ni/C, W/Si, W/SiC, Co/B_4C, Co/C, Pt/C. Plusieurs paramètres ont été modifiés durant les optimisations, à savoir :

- épaisseur de départ,
- épaisseur totale autorisée,
- épaisseur minimale de chaque couche,
- nombre total de couches.

Quelques exemples d'optimisations intermédiaires sont présentées sur la figure 121.

Ensuite, nous avons choisi le couple de matériaux qui donnait le meilleur résultat à la fois au niveau de la réflectivité et avec un nombre de couches limité. La figure 122 présente la réflectivité calculée des couples W/SiC et Ni/SiC avec leurs caractéristiques.

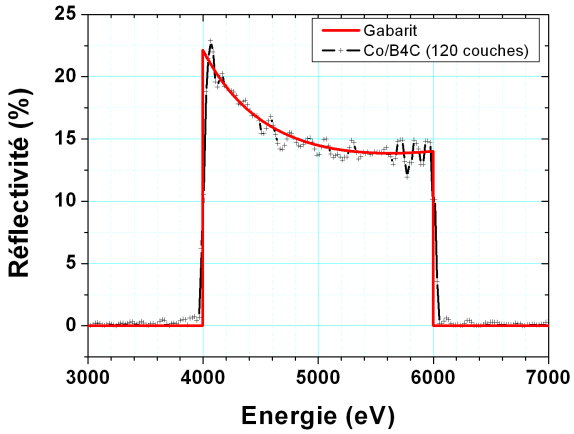
Finalement, nous avons opté pour le couple Ni/SiC puisque la réflectivité simulée obtenue avec l'empilement calculée est très proche du gabarit visé et seulement 60 couches sont nécessaires pour le dépôt.

5.4 Étude de miroirs multicouches en Ni/SiC

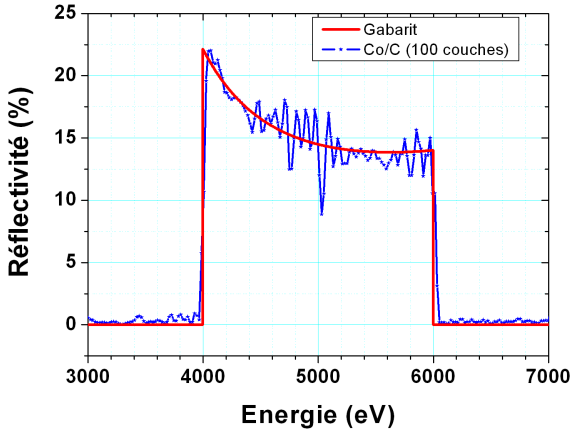
Par le passé, plusieurs études utilisant des miroirs multicouches avec Ni ont été réalisées, en particulier des miroirs en Ni/C près du seuil K-1s du C (à 284 eV), Ni/Ti et Ni/V près des seuils L_3-2p du Ti et V (à 454 eV et 512 eV, respectivement) [121] [122] [123]. Les résultats précédemment obtenus concernant le Ni/SiC ont été principalement initiés pour des applications dans le domaine électronique [124] [125] [126]. De ces études, nous pouvons supposer qu'un siliciure risque de se former aux interfaces Ni/SiC. Jensen *et al* ont aussi présenté des résultats intéressants concernant des multicouches $Ni_{0,93}V_{0,07}$/SiC pour des applications dans les X-durs telles que les télescopes en astronomie [127]. Ils ont étudié l'évolution de la rugosité aux interfaces en fonction de la période de la multicouche et ils ont trouvé que cette rugosité est trop élevée pour produire des miroirs assez efficaces pour de telles applications.

5.4.1 Étude en multicouches périodiques du Ni/SiC

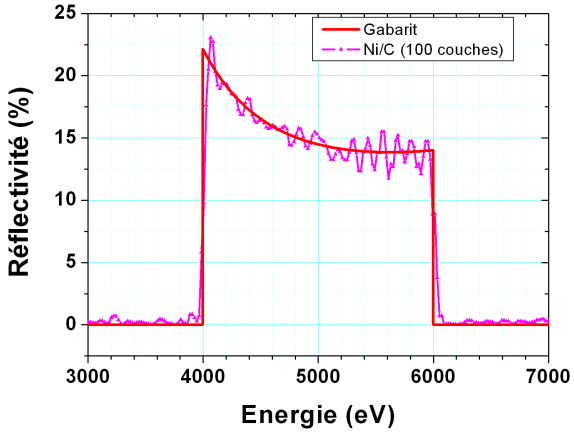
Nous avons déposé et caractérisé quatre miroirs multicouches périodiques Ni/SiC. Les échantillons appelés A, C et D sont composés de 15 périodes Ni/SiC dont la formule est 15[SiC/Ni]/substrat de silice.



(a)

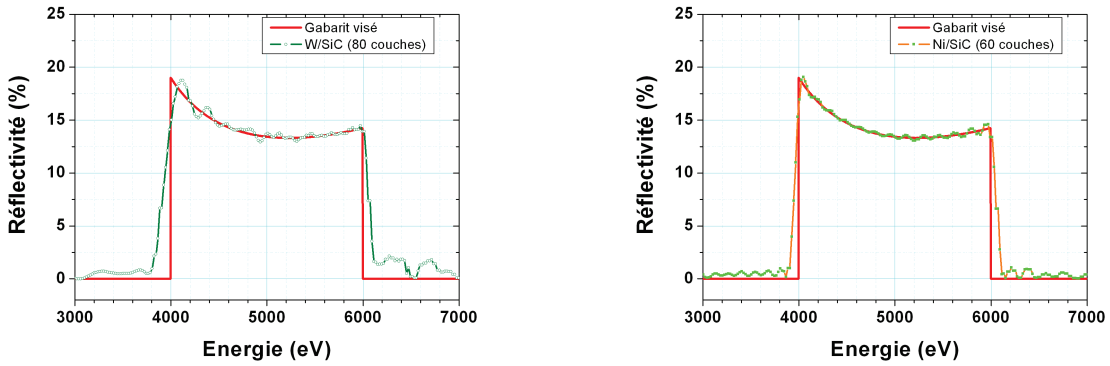


(b)



(c)

FIGURE *121 – Résultats intermédiaires de réflectivités calculées pour 3 couples de matériaux : (a) en noir avec "+" : Co/B_4C ; (b) en bleu avec étoiles : Co/C ; (c) en rose avec triangles : Ni/C. Ici le gabarit visé (ligne rouge) est 1/3 de fois plus élevé que demandé et la rugosité n'est pas prise en compte.*



(a) (b)

FIGURE *122 – Réflectivités calculées de revêtements multicouches non-périodiques en W/SiC (olive avec points) et en Ni/SiC (vert avec carrés), à l'angle de rasance 1,3° par rapport au gabarit (ligne rouge). Le gabarit visé prend en compte une rugosité de 0,40 nm (i.e. plus élevée que la forme initiale visée).*

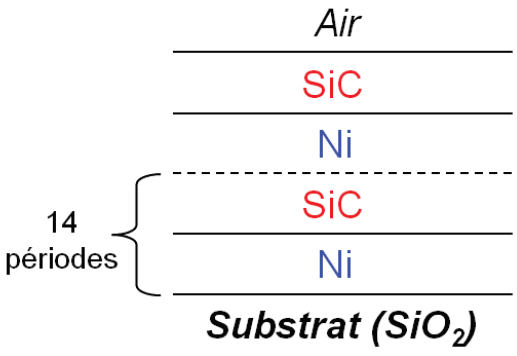


FIGURE *123 – Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni/SiC.*

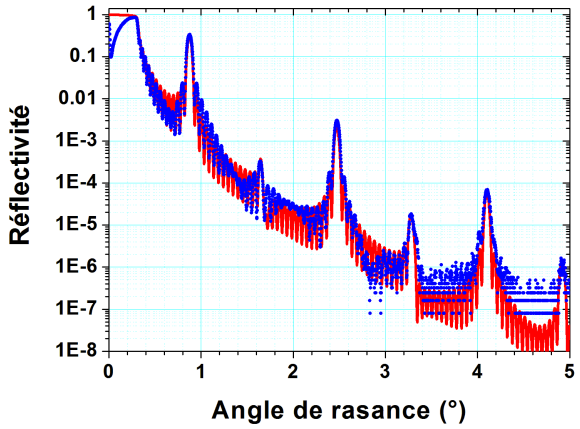
L'échantillon B a une formule similaire avec cependant 30 périodes au lieu de 15. Les épaisseurs visées des quatre échantillons, estimées à partir des vitesses de dépôt du nickel (Ni) et du carbure de silicium (SiC), sont présentées dans le tableau 5.2. Les revêtements ont été déposés sur des substrats de silice de chez Winlight Optics®, avec un diamètre de 25,4 mm et une rugosité de surface inférieure à 0,3 nm rms (figure 101).

Miroir	Nom du miroir	Nombre de périodes	Matériau	Épaisseur visée (nm)	Épaisseur ajustée (nm)			Densité ajustée ($g.cm^{-3}$)		
					3 keV	5 keV	8 keV	3 keV	5 keV	8 keV
A	MP13036	15	Ni	1,70	2,65	2,65	2,63	6,5	6,9	7,2
			SiC	3,82	2,75	2,75	2,77	3,22		
B	MP13044	30	Ni	2,27	3,41	3,40	3,39	6,7	6,8	7,3
			SiC	3,83	2,50	2,51	2,52	3,22		
C	MP13042	15	Ni	3,40	4,43	4,53	4,58	7,3	7,5	7,8
			SiC	3,82	2,64	2,54	2,47	3,22		
D	MP13043	15	Ni	1,70	2,32	2,41	2,43	7,0	7,3	7,7
			SiC	1,91	1,19	1,10	1,08	3,22		

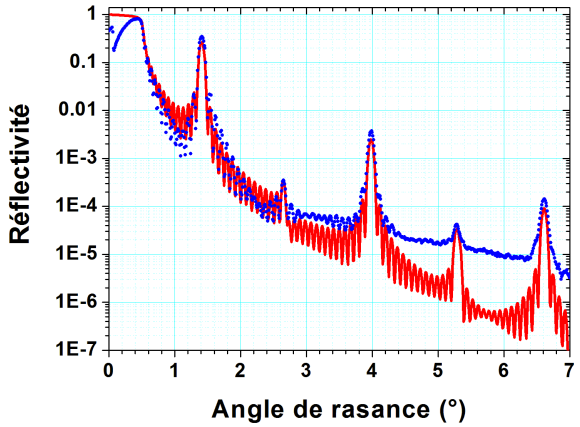
TABLE *5.2 – Liste et valeurs ajustées des épaisseurs et densités pour les 4 miroirs multicouches périodiques Ni/SiC. Les ajustements ont été obtenus avec le logiciel Leptos à partir de mesures sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL à 3 et 5 keV et au LCF à 8,048 keV. Les courbes de l'échantillon A, utilisant les valeurs ajustées de ce tableau, sont présentées sur la figure 124. Les incertitudes des résultats sont de ± 0,05 nm pour le Ni et le SiC.*

Les vitesses de dépôt du Ni et du SiC furent calculées à partir de l'analyse en réflectométrie X rasants (GRX) d'échantillons en couches minces. Nous avons caractérisé chaque échantillon successivement par des mesures sur GRX à 8,048 keV au LCF et par des mesures de réflectométrie à 5 keV et 3 keV au synchrotron SOLEIL. Chaque spectre de réflectivité a été ajusté indépendamment en utilisant un modèle à deux matériaux (Ni et SiC) dans chaque période (figure 123). La figure 124 présente un exemple de spectres de réflectivité mesurés et ajustés pour le miroir A à 8,048 keV, 5 keV et 3 keV.

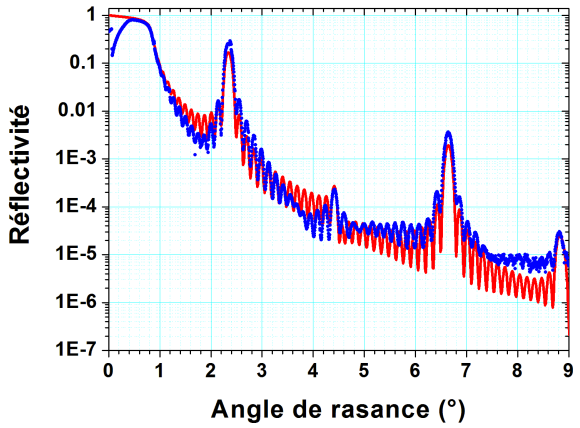
Les paramètres ajustés en terme d'épaisseur et de densité sont présentés dans le tableau 5.2. Pour tous les ajustements, les rugosités d'interfaces Ni-sur-SiC et SiC-sur-Ni sont estimées dans la gamme 0,15 – 0,35 nm et 0,20 – 0,40 nm respectivement. Nous pouvons noter que ces valeurs sont significativement plus faibles que les valeurs de rugosité obtenues précédemment avec des multicouches $Ni_{0,93}V_{0,07}$/SiC (entre 0,40 nm et 0,60 nm, pour des périodes équivalentes) [127]. Pour chaque échantillon, nous obtenons un bon accord entre les épaisseurs ajustées à 3 keV, 5 keV et 8,048 keV. Les variations d'épaisseur de couche autour du résultat moyen pour chaque échantillon sont dans l'intervalle d'incertitude des ajustements (estimé à ± 0,05 nm pour chaque épaisseur de couche). Nous



(a) Mesure de la réflectivité du miroir A à 8,048 keV.



(b) Mesure de la réflectivité du miroir A à 5 keV.



(c) Mesure de la réflectivité du miroir A à 3 keV.

FIGURE *124 – Mesures de réflectivité (points bleus) du miroir A : (a) à E = 8,048 keV au LCF ; (b) à E = 5 keV et (c) à E = 3 keV sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL. Pour les mesures du LCF et de SOLEIL, les courbes ajustées (lignes rouges) ont été obtenues avec Leptos. Toutes les valeurs ajustées sont présentées dans le tableau 5.2.*

pouvons noter que les épaisseurs de Ni et de SiC sont respectivement plus élevées et plus faibles que celles visées. Un tel comportement est généralement attribué à l'interdiffusion entre les deux matériaux. Pour les échantillons A, B et C, l'épaisseur de Ni est approximativement plus élevée de 1,00 à 1,10 nm que celle visée. Pour l'échantillon D, l'épaisseur de Ni est seulement 0,70 nm plus élevée que celle visée. La principale différence entre les échantillons A, B et C avec l'échantillon D est que l'épaisseur visée de SiC n'est pas la même. L'épaisseur de SiC attendue est la moitié de celle des autres échantillons. Donc, il semble que l'épaisseur SiC ait un impact sur l'effet d'interdiffusion entre les couches Ni et SiC. Les couches de SiC plus épaisses induisent une augmentation de l'interdiffusion. Nous pouvons observer dans le tableau 5.2 qu'un effet similaire est aussi présent avec la différence entre épaisseur de SiC visée et ajustée en fonction de l'épaisseur des couches de Ni. De plus, dans le but d'ajuster l'angle critique (θ_c) expérimental, nous avons baissé la densité moyenne des matériaux dans le modèle utilisé. Le nickel est le matériau lourd dans le dépôt ainsi nous avons choisi d'ajuster seulement la densité du Ni. Pour chaque échantillon, et à chaque énergie, nous avons ajusté une densité du nickel à des valeurs plus basses (de 73 % à 88 %) que la valeur théorique (8,902 $g.cm^{-3}$). Il apparaît que nous ne pouvons pas ajuster l'angle critique à différentes énergies avec la même valeur de densité de Ni. Cela suggère que la couche de Ni dans notre modèle n'est pas composée de Ni pur en réalité. Ces résultats sur la variation de densité et d'épaisseur indiquent la formation d'une couche composée d'un mélange telle qu'une couche de siliciure de nickel. Les réactions aux interfaces du couple Ni/SiC ont déjà fait l'objet de plusieurs études [124] [125] [126] [128] [129]. Les auteurs de ces études ont remarqué que les produits de réaction étaient Ni_2Si, Ni_5Si_2, Ni_3Si et C. En général, la solubilité du carbone dans les siliciures est limitée. A cause de la haute réactivité du Ni avec le Si, nous supposons que l'interdiffusion occupe la couche de Ni entièrement. Pour garder le modèle à deux matériaux, nous proposons d'utiliser le modèle suivant : Ni_xSi_y/SiC au lieu des couches de Ni (figure 125). Ce modèle permet de prendre en compte le déficit de SiC par rapport aux épaisseurs visées.

En utilisant cette hypothèse, nous obtenons des ajustements assez réalistes pour les miroirs A, B et C avec le revêtement multicouche Ni_5Si_2/SiC. Nous avons gardé les épaisseurs de couches fixées aux valeurs obtenues précédemment (tableau 5.2) et nous avons alors ajusté la densité du siliciure Ni_5Si_2. Les résultats sont présentés dans le tableau 5.3.

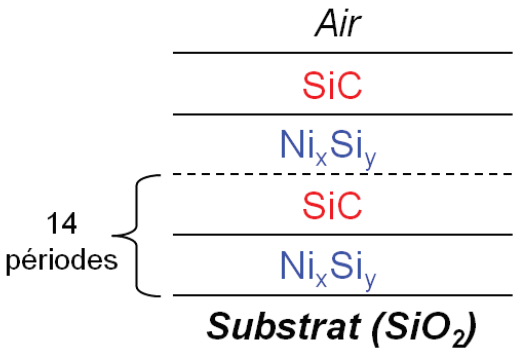


FIGURE *125 – Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni_xSi_y/SiC.*

Miroir	Nom du miroir	Composition (nm)	Matériau	Densité ajustée (g.cm^{-3})		
				3 keV	5 keV	8 keV
A	MP13036	15 (Ni 1,70/SiC 3,82)	Ni_5Si_2	6,7	6,8	6,9
			SiC	3,22		
B	MP13044	30 (Ni 2,27/SiC 3,83)	Ni_5Si_2	6,8	6,7	7,0
			SiC	3,22		
C	MP13042	15 (Ni 3,40/SiC 3,82)	Ni_5Si_2	7,6	7,6	7,5
			SiC	3,22		

TABLE *5.3 – Valeurs des densités ajustées pour les miroirs A, B et C avec le modèle Ni_5Si_2/SiC. Ces valeurs ont été obtenues avec le logiciel Leptos et les incertitudes sont estimées à ± 0,1 g.cm^{-3}.*

Les rugosités aux interfaces Ni_5Si_2-sur-SiC et SiC-sur-Ni_5Si_2 sont ajustées dans la gamme 0,15 – 0,30 nm et 0,20 – 0,35 nm, respectivement. Avec ce modèle, nous avons ajusté une densité pour les couches Ni_5Si_2 qui est presque identique pour des mesures à 3 keV, 5 keV et 8,048 keV. Néanmoins, le tableau 5.3 montre que de petites variations de la densité de Ni_5Si_2 ajustée existent entre les trois miroirs. Cela confirme que l'effet d'interdiffusion entre le Ni et le SiC est dépendant de l'épaisseur de la couche.

5.4.2 Réalisation d'un miroir multicouche non-périodique

Dans le paragraphe précédent, nous avons mis en évidence un important phénomène d'interdiffusion entre les couches Ni et SiC. Les résultats suggèrent qu'un modèle simple, tel qu'une structure Ni_5Si_2/SiC, permet d'ajuster les mesures expérimentales des miroirs multicouches périodiques avec une bonne précision. En utilisant le logiciel IMD, nous avons généré de nouveaux indices optiques pour le composant chimique Ni_5Si_2 avec une densité fixée à 7,0 g.cm^{-3}. Considérant cette hypothèse, nous avons réoptimisé un empilement

non-périodique (formule « nomin1 ») avec un spectre de réflectivité visé représenté sur la figure 126 en noir. La réflectivité simulée du miroir optimisé est représenté en pointillé rouge sur cette même figure. Le miroir est composé de 80 couches avec des épaisseurs comprises entre 2,00 et 4,15 nm (MP13056). La mesure de réflectivité de l'échantillon a été réalisée au laboratoire PTB sous un angle de rasance de 1,3° entre 2,5 keV et 8 keV (figure 126).

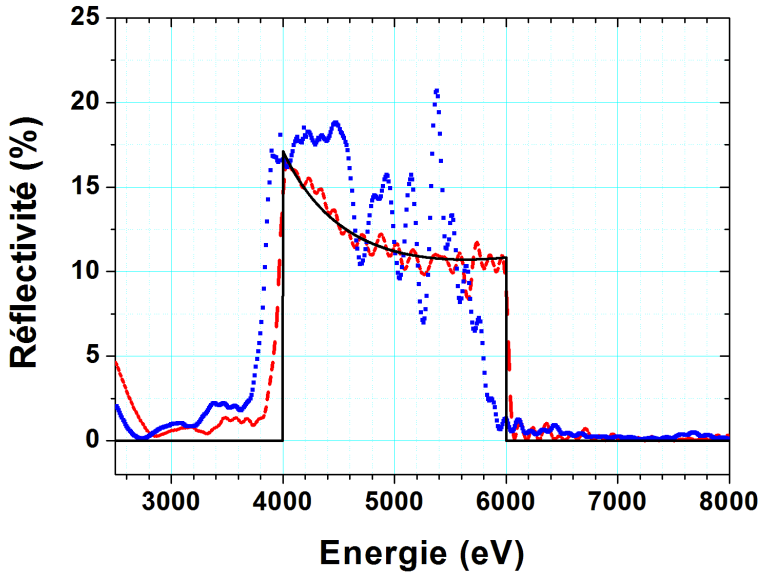


FIGURE *126 – Mesure de la réflectivité du miroir Ni/SiC (modèle Ni_5Si_2/SiC) non-périodique constitué de 80 couches (MP13056) à l'angle θ = 1,3°. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin1 » ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB.*

Nous pouvons voir que la réflectivité expérimentale du miroir n'est pas en bon accord avec celle calculée selon la formule de l'empilement. Il y a plusieurs défauts dans la gamme d'énergie 4 – 6 keV et la bande passante n'est pas respectée : il y a un décalage d'environ 200 eV aux basses énergies (3800 eV au lieu de 4000 eV). Ce décalage montre que l'épaisseur moyenne des couches de l'empilement est plus élevée que celle visée. Le premier essai concernant la réalisation d'un miroir non-périodique avec multicouche en Ni/SiC, montre que le modèle simple Ni_5Si_2/SiC n'est pas suffisant. Aquila *et al.* ont démontré le besoin d'inclure l'interdiffusion dans le développement et l'optimisation de structures multicouches apériodiques en Mo/Si dans l'EUV [74]. Le besoin d'une précision élevée sur l'épaisseur de chaque couche, dans de tel revêtement, requiert probablement un modèle encore plus complexe pour prendre en compte les variations d'effets d'interdiffusion entre Ni et SiC en fonction de l'épaisseur de couche. Un modèle plus complexe avec trois ou

quatre couches dans chaque période (Ni, SiC et Ni_xSi_y et une ou deux interfaces) pourrait probablement être plus efficace pour ajuster ces phénomènes. Cependant, il augmenterait la difficulté pour le design de multicouches non-périodiques donc nous avons préféré utiliser le modèle à deux matériaux pour ce type d'application.

5.5 Étude de miroirs multicouches en Ni/SiC, composé de couches barrières en W

Dans le but de limiter voire de supprimer le phénomène d'interdiffusion entre les couches de Ni et de SiC, nous avons décidé d'ajouter des fines couches de tungstène (W) entre le Ni et le SiC. Il avait déjà été démontré précédemment que l'utilisation de couches barrières en W dans les multicouches utilisant du Si, telles que Sc/Si [130] ou encore des multicouches Si/Gd [131], réduit de manière significative la formation d'un siliciure aux interfaces. Nous avons choisi de fixer l'épaisseur des couches de W à 0,60 nm. Cette valeur d'épaisseur semble être un bon compromis pour limiter l'interdiffusion et l'absorption causée par le tungstène [131]. Une nouvelle étude a donc été réalisée avec ce matériau supplémentaire.

5.5.1 Étude en multicouches périodiques du Ni/W/SiC/W

Nous avons déposé quatre nouveaux miroirs multicouches périodiques avec des barrières de W (échantillons E, F, G et H). Les épaisseurs visées des quatre échantillons sont données dans le tableau 5.4. Nous avons ajouté une couche de protection à la surface de l'empilement multicouche en SiC de 3,00 nm d'épaisseur (figure 127), parce que cette couche présente une meilleure stabilité à l'air ambiant que le W. La formule correspondant à l'empilement, pour les trois miroirs E, F et G, est la suivante : SiC/15[W/SiC/W/Ni] /substrat de silice. A nouveau, nous avons utilisé des substrats de chez Winlight Optics®, avec un diamètre de 25,4 mm et une rugosité de surface inférieure à 0,3 nm rms (figure 101). Pour ces trois miroirs, nous avons gardé l'épaisseur visée de Ni et SiC identique à celle des miroirs A, C et D, respectivement. Concernant le miroir H, avec 30 périodes, nous avons diminué l'épaisseur visée des couches de Ni et SiC de 0,60 nm dans le but de garder l'épaisseur totale de la période d ($d = d_{Ni} + d_W + d_{SiC} + d_W$) identique à celle du miroir B. Tous les échantillons ont été mesurés sur GRX à 8,048 keV. Le miroir H a aussi été mesuré à 5 keV à SOLEIL. La figure 128 présente les courbes de réflectivité de ce miroir, mesuré à 8,048 keV (a) et à 5 keV (b).

Afin de limiter le nombre de paramètres d'ajustement, nous avons décidé de fixer l'épaisseur de W à sa valeur visée (à savoir 0,60 nm) pour tous les « fits ». Dans ce

Miroir	Nom du miroir	Nombre de périodes	Matériau	Épaisseur visée (nm)	Épaisseur ajustée (nm) 8 keV	Densité ajustée ($g.cm^{-3}$) 8 keV
E	MP13081	15	Ni	1,70	1,78	8,90
			SiC	3,82	3,12	3,22
			SiC (surface)	3,00	3,47	3,22
F	MP13082	15	Ni	3,40	3,49	8,90
			SiC	3,82	3,13	3,22
			SiC (surface)	3,00	3,43	3,22
G	MP13083	15	Ni	1,70	1,78	8,90
			SiC	1,91	1,30	3,22
			SiC (surface)	3,00	3,52	3,22
H	MP13060	30	Ni	1,67	1,67	8,90
			SiC	3,23	2,82	3,22
			SiC (surface)	3,00	3,50	3,22

TABLE *5.4 – Liste et valeurs ajustées des épaisseurs et densités pour les 4 miroirs multicouches périodiques Ni/W/SiC/W. Les ajustements ont été obtenus avec le logiciel Leptos à partir de mesures au LCF à 8,048 keV. Les barrières de W sont fixées à 0,60 nm. L'échantillon H a aussi été mesuré sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL à 5 keV. Les courbes de l'échantillon H, utilisant les valeurs ajustées de ce tableau, sont présentées sur la figure 128. Les incertitudes des résultats sont de ± 0,05 nm pour le Ni et le SiC.*

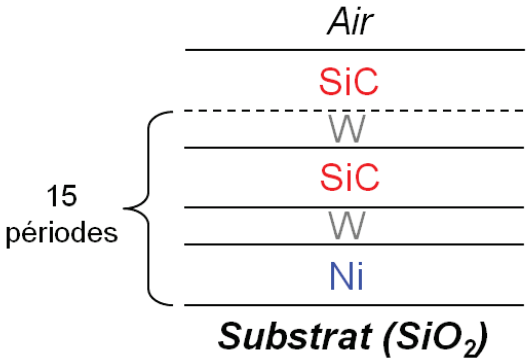
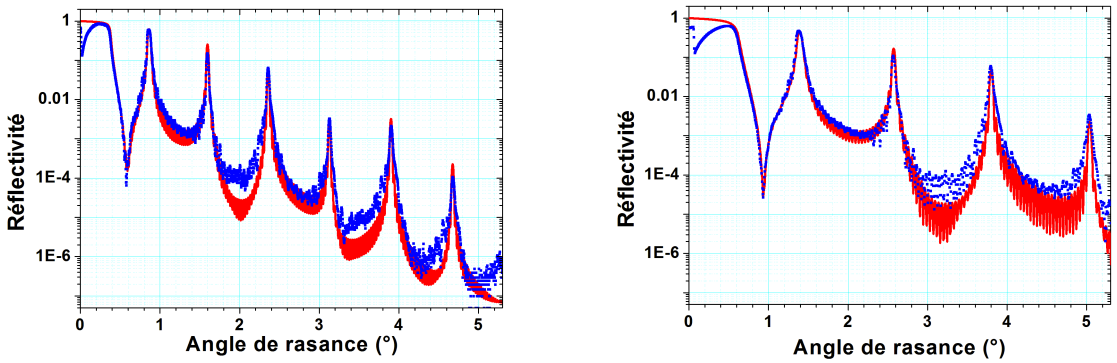


FIGURE *127 – Empilement multicouche périodique constitué de 15 périodes Ni/W/SiC/W + SiC.*



(a) Mesure de la réflectivité à 8,048 keV.

(b) Mesure de la réflectivité à 5 keV.

FIGURE *128 – Mesures de réflectivité (points bleus) : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 5 keV au synchrotron SOLEIL. Pour les mesures au LCF, les ajustements de la courbe (ligne rouge) ont été obtenus avec Leptos. Les valeurs sont présentées dans le tableau 5.4. Pour la mesure à SOLEIL, les paramètres ajustés et donnés dans ce tableau ont été utilisés pour simuler la courbe de réflectivité à 5 keV (ligne rouge).*

modèle, nous ne prenons pas en compte les zones de mélange aux interfaces Ni-W ou SiC-W. Cependant, ce modèle fournit de bons résultats pour estimer les épaisseurs de couches. On peut voir dans le tableau 5.4 qu'avec ce modèle, nous trouvons les épaisseurs de Ni approximativement égales à celles visées. Les épaisseurs de SiC ajustées sont plus fines que visées avec une différence comprise de 0,40 nm à 0,70 nm. Cette contraction d'épaisseur des couches SiC a déjà été mise en évidence par le passé avec des multicouches en W/SiC [67]. La couche de surface en SiC est ajustée indépendamment des autres couches à cause de l'effet de l'air ambiant sur le matériau. Nous avons trouvé une augmentation de l'épaisseur de la couche (d'environ 3,50 nm au lieu de 3,00 nm). Cela est le plus communément attribué à la formation d'un oxyde de silicium à la surface de la couche SiC. Les rugosités d'interfaces Ni-sur-W, W-sur-Ni, SiC-sur-W et W-sur-SiC sont comprises entre 0,25 – 0,40 nm, 0,25 – 0,35 nm, 0,30 – 0,45 nm et 0,20 – 0,30 nm, respectivement. Toutes les densités, utilisées pour les ajustements, correspondent aux densités théoriques des matériaux. La figure 129 présente la comparaison en réflectivité du 1er pic de Bragg à 5 keV des miroirs avec 30 périodes, à savoir les échantillons B (sans W) et H (avec des couches barrières en W). Nous pouvons noter que, même si les couches de W sont d'une grande efficacité dans la réduction de l'interdiffusion entre le Ni et le SiC, la réflectivité du pic de Bragg est plus élevée pour le miroir B sans couches barrières de W. Cela est principalement dû à la forte absorption du W à cette énergie. On pourrait penser que réduire l'épaisseur de la couche barrière en W réduirait du même coup l'absorption.

Cependant, des simulations avec des épaisseurs de W à 0,3 nm montrent que la réflectivité est toujours plus faible qu'avec des multicouches Ni/SiC sans couches barrières en W.

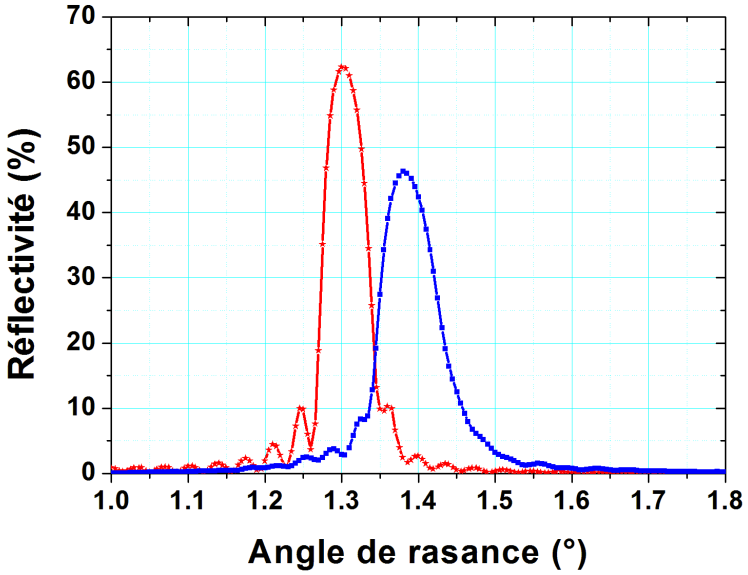


FIGURE *129 – Mesures de la réflectivité du 1^er pic de Bragg pour les échantillons B (ligne rouge avec étoiles) et H (ligne bleue avec carrés). Les courbes de réflectivité ont été obtenues à 5 keV sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL.*

5.5.2 Dépôt et caractérisation des miroirs non-périodiques Ni/W/SiC/W

Suite à l'étude très satisfaisante en multicouche périodique, nous avons optimisé une nouvelle formule (formule « nomin2 ») non-périodique en Ni/W/SiC/W constituée de 90 couches (couches de W incluses) variant entre 1,20 nm et 4,40 nm (toutes les couches de W étant fixées à 0,60 nm) avec une couche de SiC de 7,00 nm d'épaisseur en surface (figure 130). Nous avons déposé ce revêtement sur le même type de substrat que précédemment (figure 101). Ce miroir (MP13059) a ensuite été mesuré successivement au LCF à 8,048 keV et au PTB à 5 keV (figure 131), puis toujours au PTB à angle fixe ($\theta = 1{,}30°$) avec un balayage en énergie compris entre 2,5 keV et 8,0 keV (figure 132).

On constate que le profil de réflectivité est très bien respecté en dehors de la bande passante (E $<$ 4 keV et E $>$ 6 keV). De même, le résultat observé dans la bande 4 – 6 keV est tout à fait satisfaisant. En effet, la réflectivité est très proche du profil théorique visé même si quelques oscillations sont présentes dans la bande passante.

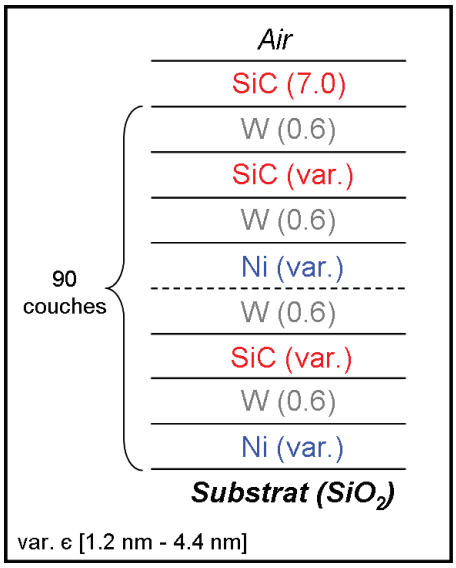
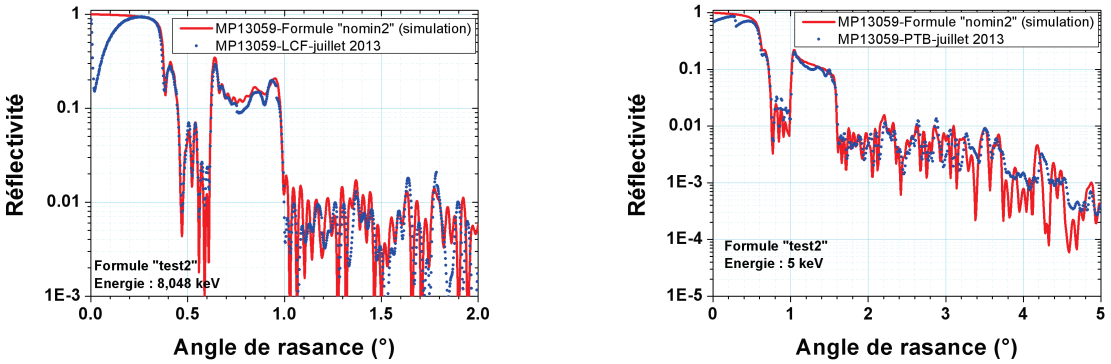


FIGURE *130 – Formule d'empilement optimisée (« nomin2 ») sous TFCalc® en Ni/W/SiC/W.*



(a) Mesure de la réflectivité à 8,048 keV.

(b) Mesure de la réflectivité à 5 keV.

FIGURE *131 – Mesures de la réflectivité (points bleus) du miroir MP13059 : (a) à 8,048 keV au LCF et (b) à 5 keV au synchrotron SOLEIL. Elles sont comparées avec la réflectivité théorique de la formule de l'empilement « nomin2 » obtenue avec IMD à 8,048 keV et à 5 keV (lignes rouges).*

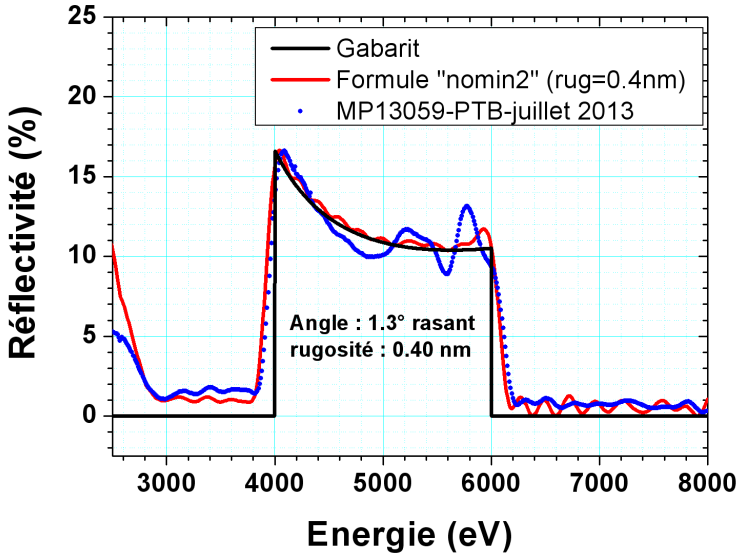


FIGURE *132 – Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13059 à l'angle $\theta = 1{,}3°$. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin2 » ; en bleu : réflectivité mesurée au PTB.*

Suite à ces bons résultats, nous avons donc continué l'étude et optimisé une nouvelle formule possédant moins de couches (formule « nomin3 »). Cette formule est constituée de 82 couches de Ni/W/SiC/W d'épaisseurs variant entre 1,20 nm et 5,38 nm (hors couches de W à 0,60 nm) et d'une couche de protection en SiC optimisée à 6,78 nm (figure 133). Lors de l'optimisation, nous avions fixé une limite inférieure pour les épaisseurs de Ni et SiC à 1,20 nm.

Afin de parfaire notre dépôt et étudier sur un intervalle plus grand les éventuelles variations des vitesses de dépôt suivant l'épaisseur des couches, nous avons réalisé un dépôt d'une multicouche à gradient d'épaisseur du type : SiC 3.0 nm + 10[W(0,60 nm)/SiC(var.) /W(0,60 nm)/Ni(var.)]/substrat de silice, avec « var. » variant de 5,0 nm à 1,0 nm du substrat vers la surface par pas de 0,5 nm. Cet échantillon (MP13086) a été caractérisé au LCF à 8,048 keV (figure 134) et nous a permis d'actualiser, à partir des nouveaux points d'épaisseurs ajustées, notre diagramme en multicouche, cela dans le but d'obtenir les équations en multicouche les plus précises (figure 135).

Le revêtement « nomin3 » a alors été déposé (miroir témoin MP13090) et mesuré au LCF à 8,048 keV. Nous pouvons voir sur la figure 136 que le profil de réflectivité mesuré est en très bon accord avec le profil simulé obtenu avec IMD. Dans le but de confirmer ce résultat, nous avons mesuré ce miroir à SOLEIL à l'angle de rasance 1,3° dans la gamme d'énergie nominale (i.e. entre 3 keV et 8 keV) (figure 137).

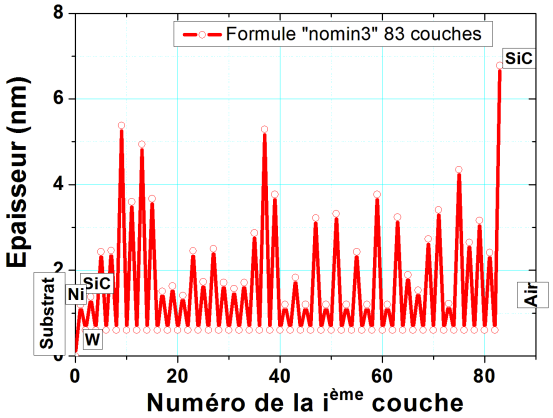


FIGURE 133 – *Épaisseur des couches de la formule « nomin3 » (Ni/W/SiC/W), optimisée pour un miroir multicouche à 1,3°. Toutes les couches de W sont fixées à 0,60 nm*

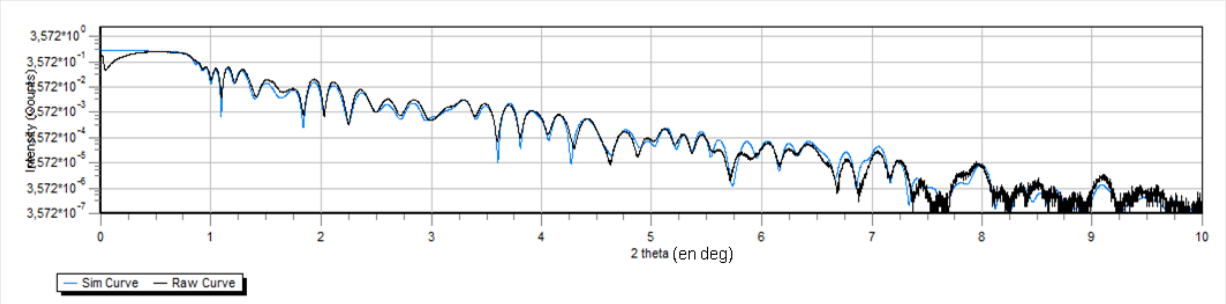


FIGURE 134 – *Mesure de la réflectivité à 8,048 keV du miroir MP13086 en fonction de l'angle 2θ. En noir : réflectivité mesurée ; en bleu : ajustement de la réflectivité avec Leptos.*

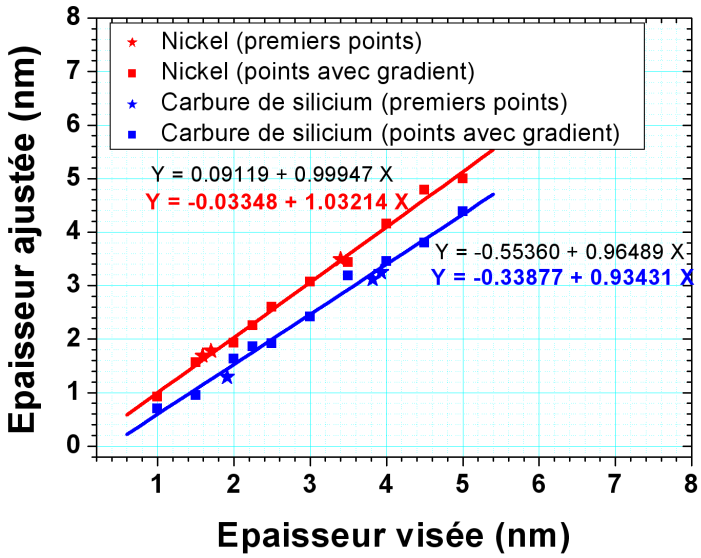


FIGURE *135 – Diagramme d'étalonnage en multicouche dans le cas du Ni/SiC avec des couches barrières en W. Les équations obtenues servent à étalonner les vitesses de passage pour réaliser le dépôt final.*

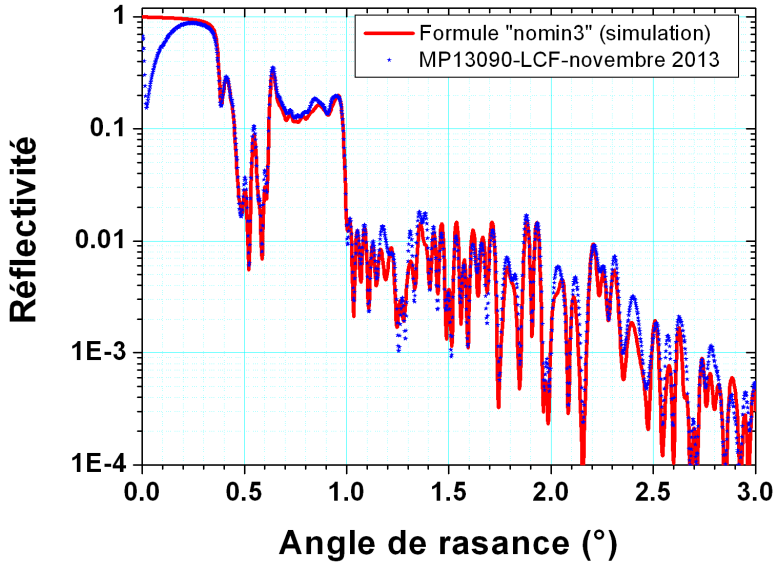


FIGURE *136 – Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée au LCF à 8,048 keV avec le revêtement non-périodique de 83 couches en Ni/W/SiC/W, comparée avec la réflectivité simulée avec la formule « nomin3 » avec IMD (ligne rouge).*

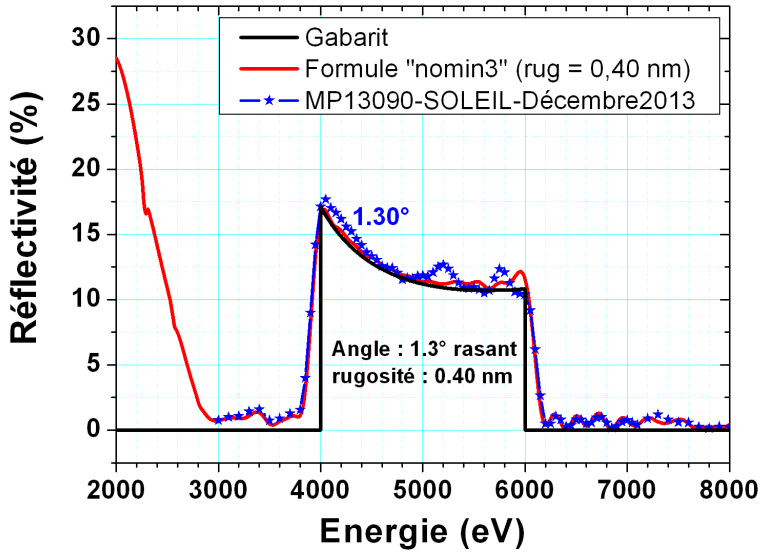


FIGURE *137 – Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13090 à l'angle $\theta = 1{,}3°$. En noir : gabarit; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » ; en bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL.*

Comme espéré suite à la mesure en angle, la mesure de la réflectivité en énergie est très proche du profil simulé de la formule « nomin3 ». En effet, la réflectivité en dehors de la bande d'énergie 4 – 6 keV est très faible ($R_{max} \leq 1,6\%$). Plusieurs petites oscillations subsistent (entre 5,2 keV et 5,9 keV), elles sont dues à la somme des différences entre les épaisseurs réelles et visées dans chaque couche de l'empilement. Cependant, le profil de réflectivité pris en totalité est vraiment en bon accord avec la simulation. Ces résultats montrent clairement que l'utilisation de couches barrières en W dans les multicouches Ni/SiC est très bénéfique pour des applications utilisant des miroirs multicouches non-périodiques. Bien que la réflectivité du pic de Bragg, pour des dépôts Ni/SiC périodiques, est réduite par l'ajout de couches de W, nous avons été capables de développer un miroir large bande avec la même réflectivité moyenne dans la bande passante, avec ou sans couches barrières en W (voir lignes rouges des figures 132 et 137). Le très bon accord entre les résultats expérimentaux et simulés, montrés sur les figures 136 et 137, démontre qu'en utilisant des couches barrières en W, nous avons atteint une très bonne précision sur chaque épaisseur de couche. De plus, l'ajout des couches de W dans le revêtement permet de réduire significativement le nombre de couches de Ni et SiC. En effet, le miroir témoin Ni/SiC non-périodique est composé de 40 couches de Ni et 40 couches de SiC, chacune d'épaisseur variable, tandis que le miroir témoin Ni/W/SiC/W est composé de 21 couches de Ni et 21 couches de SiC d'épaisseur variable et de 41 couches de W d'épaisseur fixe.

Regardons, maintenant, le profil de la fonction de transfert totale (FT) de la voie (figure 138). On peut noter que la FT respecte parfaitement les spécifications demandées au départ : à savoir une fonction plate voire constante dans la bande passante 4 – 6 keV et au moins un contraste de 10 entre la bande passante et en dehors. En toute rigueur, le contraste de 10 entre la bande passante et en dehors est atteint 200 eV avant 4000 eV et 200 eV après 6000 eV. De plus, la FT est parfaitement alignée avec celle obtenue en utilisant la formule théorique visée « nomin3 », dans la zone en dehors de la bande passante (E $<$ 4 keV et E $>$ 6 keV). Suite à ce dépôt, nous avons donc décidé de réaliser le dépôt final, qui sera le sujet du prochain paragraphe.

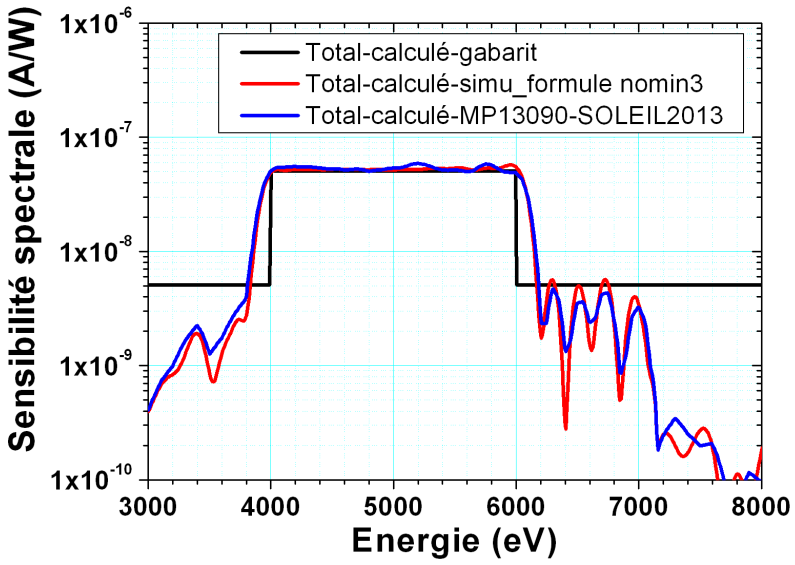


FIGURE *138 – Réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP13090 ; en rouge : avec la formule optimisée « nomin3 ».*

5.6 Dépôt et caractérisation du revêtement non-périodique pour la voie DMX

Suite aux bons résultats présentés précédemment, nous avons donc réalisé le dépôt final sur un substrat de silice superpoli de chez Winlight Optics® dont les dimensions sont 90 × 25 × 10 mm^3 avec une rugosité inférieure à 0,3 nm rms. (figure 139).

Ce miroir (MP13091) possède exactement le même revêtement multicouche que le miroir MP13090 (formule « nomin3 »), seul le substrat n'est pas le même. Durant le dépôt final de ce revêtement, la machine de dépôt du LCF a subi l'arrêt du plasma d'une

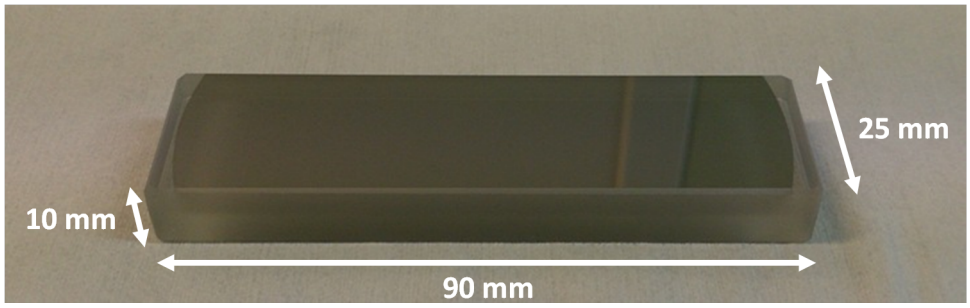
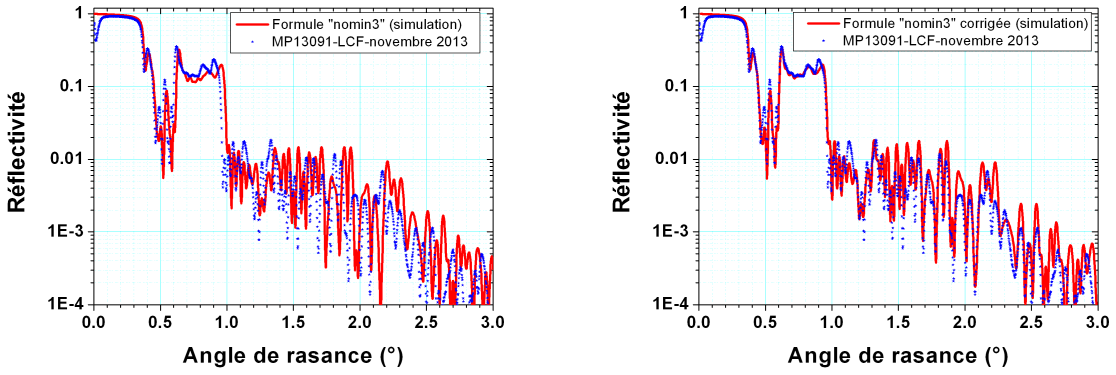


FIGURE *139 – Miroir final MP13091 après dépôt du revêtement « nomin3 ».*

de ses cibles (celle de W) lors du dépôt de la couche n°77 sur 83. Il a donc fallu rallumer la cible en question et relancer le dépôt là où il s'était arrêté. Cet arrêt peut introduire une incertitude sur la couche n°77 et sur celles au-dessus de cette couche. Le miroir a ensuite été mesuré sur GRX à 8,048 keV (figure 140a). Nous pouvons constaté que la mesure est décalée vers les angles plus petits, par rapport à la simulation de la réflectivité obtenue avec la formule « nomin3 ». Cela veut dire que le dépôt est plus épais que celui visé. Un ajustement des épaisseurs des couches a alors été effectué, une correction de + 0,1 nm sur chaque couche de Ni et SiC, permet d'ajuster correctement la mesure expérimentale (figure 140b). Afin de nous recaler en énergie avec le dépôt réalisé, nous avons dû changer l'angle de rasance utilisé. Un nouvel angle de rasance a été optimisé par simulation afin de couvrir la bande passante 4 – 6 keV, celui-ci est $\theta = 1{,}27°$.



(a) (b)

FIGURE *140 – Mesure de la réflectivité (points bleus) réalisée à 8,048 keV du miroir final MP13091 : (a) comparée avec la réflectivité simulée avec IMD de la formule « nomin3 » (ligne rouge) ; (b) comparée avec la réflectivité simulée avec IMD de la formule « nomin3 » corrigée (+0,1 nm sur chacune des couches Ni et SiC) (ligne rouge).*

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer le fait que le dépôt soit plus épais. Tout d'abord, le substrat utilisé est plus grand que tous ceux utilisés lors des divers étalonnages et essais, ce qui peut provoquer une différence de conductivité thermique et électrique lors du dépôt. De plus, le porte-échantillon utilisé pour le dépôt final n'est pas le même que celui utilisé avec les échantillons de silice d'un pouce (25,4 mm), ce qui peut induire une erreur sur les épaisseurs des couches. Suite au changement d'angle de rasance, nous avons mesuré la réflectivité du miroir sur la ligne de Métrologie du synchrotron SOLEIL en fonction de l'énergie des photons (figure 141).

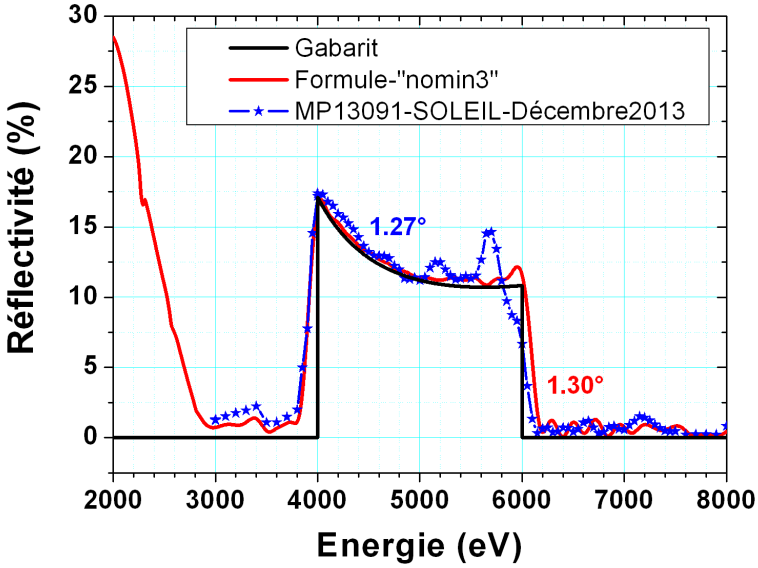


FIGURE *141 – Mesure de la réflectivité en fonction de l'énergie des photons du miroir MP13091 à l'angle θ = 1,27°. En noir : gabarit visé ; en rouge : réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » ; en bleu : réflectivité mesurée à SOLEIL.*

La mesure de la réflectivité du miroir MP13091 est aussi assez proche du profil théorique visé. Cependant, le résultat obtenu est moins bon qu'avec le miroir témoin MP13090. Une légère modulation à 5,7 keV est vraiment différente du gabarit et la coupure à haute énergie a lieu à plus basse énergie que prévu (E = 5,8 keV au lieu de 6,0 keV). Malgré tout, le résultat est très satisfaisant et reste meilleur que celui que nous avions obtenu avec le miroir MP13059.
L'allure de la fonction de transfert FT de la voie 4 – 6 keV obtenue avec le miroir MP13091 reste tout à fait correcte (figure 142).

En effet, elle respecte globalement les spécifications demandées au départ : à savoir une fonction à peu près plate dans la bande passante et en dehors. Malheureusement, la bande passante est légèrement plus petite que prévue suite à la coupure à 5,8 keV au

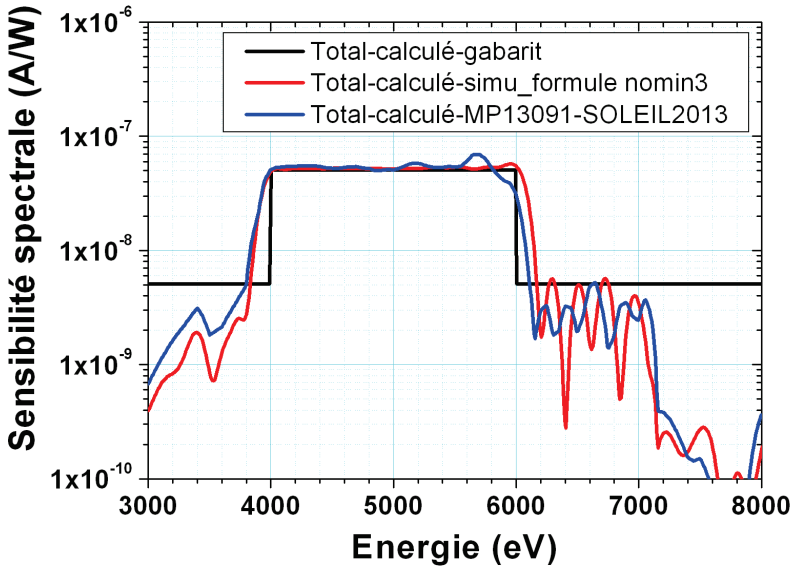


FIGURE *142 – Réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV. En noir : gabarit visé ; en bleu : avec le miroir MP13091 ; en rouge : avec la formule optimisée « nomin3 ».*

lieu de 6 keV. Le décalage des oscillations à plus hautes énergies (E > 6 keV) n'est pas gênant puisque c'est plus l'aspect quantitatif (valeur obtenue) que le décalage qui prime ici. Afin de définir quantitativement quel est le pourcentage de la sensibilité spectrale de la FT dans la bande passante, il est intéressant de tracer l'intégrale courante de la FT utilisant les mesures expérimentales (figure 143). Ainsi, on peut en conclure que 90 % de l'information se situe dans la bande passante, ce qui est très satisfaisant. Il sera aussi intéressant de regarder comment évolue l'intégrale courante en prenant en compte le spectre de titane. Cette information sera présentée dans le chapitre suivant, quand nous parlerons des incertitudes de mesure de puissance rayonnée par un plasma.

Le tableau 5.5 récapitule les résultats obtenus. Il apparaît que l'erreur effectuée est assez élevée si l'on considère l'erreur « pic vallée » (44,7 %) mais tout à fait satisfaisante si l'on regarde l'erreur « rms » (11,3 %).

Nom du miroir	Angle de rasance	Variation de signal dans la bande 4 – 6 keV	Pourcentage de signal de la FT pour les énergies :		
			< 4 keV	4 – 6 keV	> 6 keV
MP13091	1,3°	Rms : 11,3 % Pic vallée : 44,7 %	6 %	90 %	4 %

TABLE *5.5 – Tableau récapitulatif des résultats obtenus avec le miroir MP13091.*

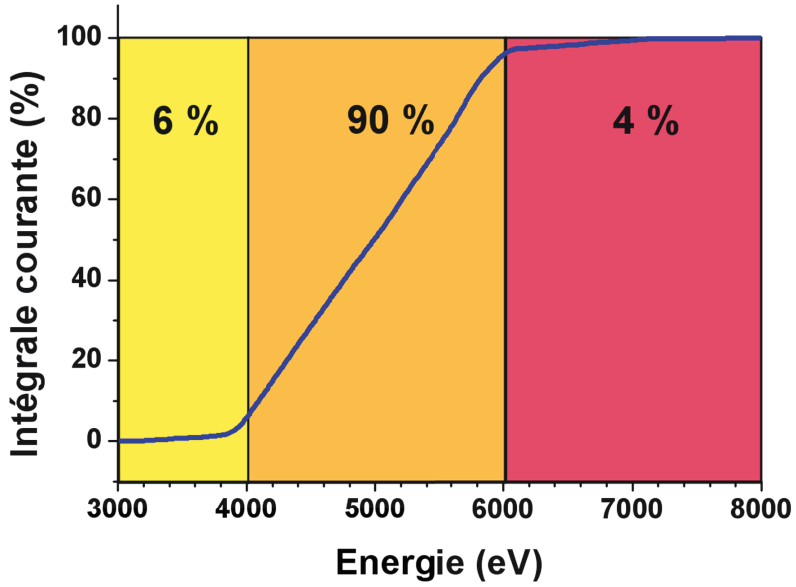


FIGURE *143 – Intégrale courante de la réponse totale (FT) de la voie miroir 4 – 6 keV. En jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 4 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 6 keV.*

Chapitre 6

Application à la spectrométrie large bande : mesure de la puissance rayonnée par un plasma

---

Ce chapitre est consacré à la détermination de la loi de puissance rayonnée dans les bandes spectrales 2 – 4 keV et 4 – 6 keV. Le calcul de la puissance rayonnée est obtenu à partir des voies de mesure du spectromètre DMX. Dans ce chapitre, je présenterai les calculs de puissance obtenus avec les différents miroirs sur les voies de mesure concernant les gammes spectrales 2 – 4 keV et 4 – 6 keV. On présentera tout d'abord les résultats obtenus dans la gamme spectrale 2 – 4 keV avec le nouveau miroir MP13018 puis les deux miroirs précédemment présentés qui possédaient une bosse parasite aux basses énergies (tableau 4.7). Ensuite, on présentera les résultats de calcul de puissance avec le miroir MP13091 (tableau 5.5) et on comparera ces résultats avec les deux traitements utilisés actuellement à savoir, la méthode de croissance de raies et la méthode itérative.

Je tiens d'ailleurs à remercier tout particulièrement Bruno Villette (CEA/DIF) pour m'avoir fourni les données de mesures qu'il avait obtenues avec le DMX-OMEGA. Le tableau 6.1 présente les configurations des voies de mesure suivant les campagnes avec chacun des miroirs.

Campagne	Date	N° du tir	Voie de mesure	Angle solide Ω (sr)	Composants	Caractéristiques
Symétrie	Mars 2011	#61484	16	$2{,}42.10^{-6}$	Filtre	Mylar 33 µm
					Miroir	MP10089
					Détecteur	Coaxial
Jalon fusion	Septembre 2011	#63527	18	$2{,}42.10^{-6}$	Filtre	Mylar 33 µm
					Miroir	MP11085
					Détecteur	Coaxial
Cavité interaction	Septembre 2013	#71007	20	$2{,}42.10^{-6}$	Filtre	Mylar 36 µm
					Miroir	MP13018
					Détecteur	Coaxial
Source X	Décembre 2013	#71837	9	$1{,}28.10^{-6}$	Filtre	Fer 10 µm
					Miroir	MP13091
					Détecteur	Coaxial

TABLE *6.1 – Configurations de la voie de mesure miroir pour le calcul de puissance dans les gammes spectrales 2 – 4 keV (MP10089, MP11085 et MP13018) et 4 – 6 keV (MP13091). Chaque configuration correspond à une campagne donnée et un tir donné.*

6.1 Mesures avec la voie miroir dans la gamme spectrale 2 – 4 keV

6.1.1 Mesure de la puissance rayonnée dans la gamme spectrale 2 – 4 keV

Comme nous l'avons présenté dans le chapitre 4, afin de diminuer l'incertitude de la mesure de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV, nous avons développé une nouvelle voie de mesure utilisant un miroir multicouche apériodique. L'objectif est d'obtenir une réponse de la chaîne de mesure (fonction de transfert de la voie) qui soit constante dans la bande passante et nulle ailleurs (cf. paragraphe 2.4.2). Avec ce type de réponse, la mesure de la puissance peut s'obtenir directement à partir du signal mesuré.

6.1.2 Mesure directe

La technique de mesure, décrite au paragraphe 2.4.2.2, permet de restituer directement la puissance rayonnée entre 2 et 4 keV en effectuant le rapport entre l'amplitude du signal mesuré à chaque instant (U(t)) et la sensibilité spectrale de la voie (S) (cf. formule 2.44)

dont je rappelle la formule ci-dessous :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \frac{U(t)}{R.\Omega.S} \quad (en\ W/sr) \tag{6.1}$$

avec :

- $U(t)$: le signal mesuré (en V),
- $FT(E)$: la fonction de transfert de la voie de mesure (en A/W)
  $FT(E) = 0$ pour E $\notin$ [2 keV – 4 keV],
  $FT(E) =$ S pour E $\in$ [2 keV – 4 keV],
- R : l'impédance de charge (en Ohm), souvent égale à 50 Ω,
- Ω : l'angle solide de détection (en sr).

6.1.2.1 Mesure de la puissance rayonnée avec le miroir MP13018

Dans le chapitre 4, nous avons mis en évidence des oscillations dans la zone 3,3 keV – 4 keV, ainsi nous sommes obligés de calculer la sensibilité moyenne (S_{moy}) telle que :

$$S_{moy} = \frac{\int_{2000}^{4000} FT(E).dE}{4000 - 2000} = 2,19.10^{-7} \quad (en\ A/W) \tag{6.2}$$

De ce fait, la puissance rayonnée entre 2 keV et 4 keV est calculée comme suit :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \frac{U(t)}{R.\Omega.S_{moy}} \quad (en\ W/sr) \tag{6.3}$$

Les résultats présentés ci-après correspondent aux configurations d'utilisation du spectromètre DMX-OMEGA, en septembre 2013, lors de la campagne « Cavité Interaction » à Rochester. Les cavités utilisées étaient des cavités rugby avec une paroi interne en or, d'épaisseur 30 µm. Le diamètre central des cavités mesurait deux fois le diamètre des trous d'entrée laser (figure 144).

Pour cette campagne, le miroir fut monté sur la voie 20 du DMX. Le filtre de mylar utilisé était de 36 µm d'épaisseur (donnée fournisseur) estimé en réalité à 33 µm, car sa mesure expérimentale était la plus proche de la transmission théorique d'un filtre de mylar de 33 µm qui était la transmission visée (figure 145a). Les résultats de métrologie du filtre de mylar et du détecteur coaxial utilisés sont présentés sur la figure 145. L'incertitude concernant la transmission du filtre et la sensibilité spectrale du détecteur sont de ± 5 % et ± 15 %, respectivement.

Pour rappel, la réflectivité du miroir MP13018 a été mesurée au synchrotron SOLEIL et au PTB (figure 146a), sachant que l'incertitude sur la mesure est d'environ ± 5 %. La réponse totale de la voie (ou appelée aussi « fonction de transfert de la voie ») obtenue par le produit des mesures expérimentales de la transmission du filtre, de la réflexion du miroir et de la sensibilité du détecteur coaxial est présentée sur la figure 146b.

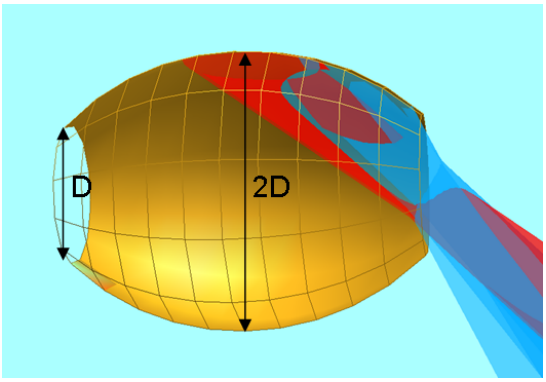


FIGURE *144 – Représentation CAO de la cavité rugby utilisée lors du tir n°#71007 de la campagne « Cavité Interaction ».*

Les résultats obtenus correspondent au tir n°#71007. Ils sont présentés sur la figure 147. La figure 147a présente le profil du signal expérimental mesuré sur la voie à miroir multicouche apériodique et sur la figure 147b, on trouve la loi de puissance rayonnée entre 2 et 4 keV déduite du signal mesuré.

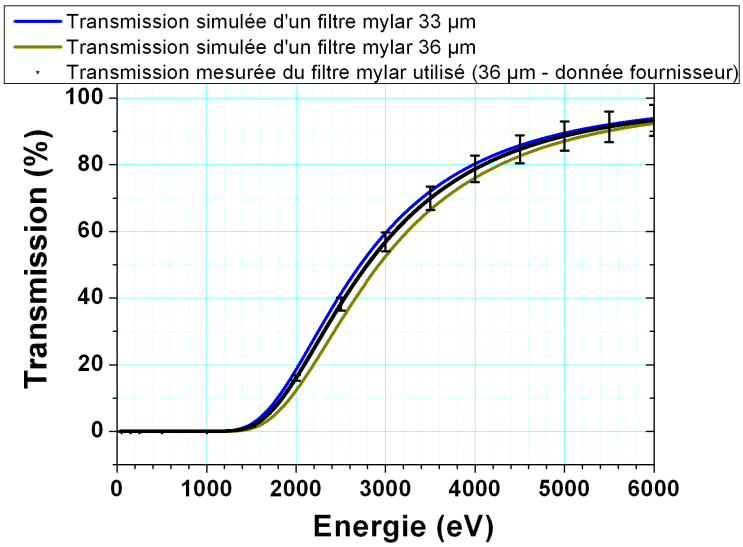
Dans le cas idéal d'une fonction de transfert parfaite, la précision de cette mesure ne dépendrait que de l'incertitude d'étalonnage soit environ ± 16,6 %, en prenant une loi de propagation quadratique du type $u_{tot} = \sqrt{{u_1}^2 + {u_2}^2 + {u_3}^3}$ avec u_1 l'incertitude sur la transmission du filtre (± 5 %), u_2 l'incertitude sur la sensibilité spectrale du détecteur (± 15 %) et u_3 l'incertitude sur la réflectivité du miroir (± 5 %). Cette incertitude est presque deux fois plus faible que celle obtenue avec la voie de mesure utilisée auparavant avec le filtre de titane 4 µm (cf. paragraphe 6.2).
Si on considère aussi l'erreur « rms » dans la bande passante (± 17,9 %, cf. tableau 4.7), l'incertitude totale devient égale à ± 24,4 %.

6.1.2.2 Comparaison avec les calculs de puissance obtenus avec les miroirs MP10089 et MP11085

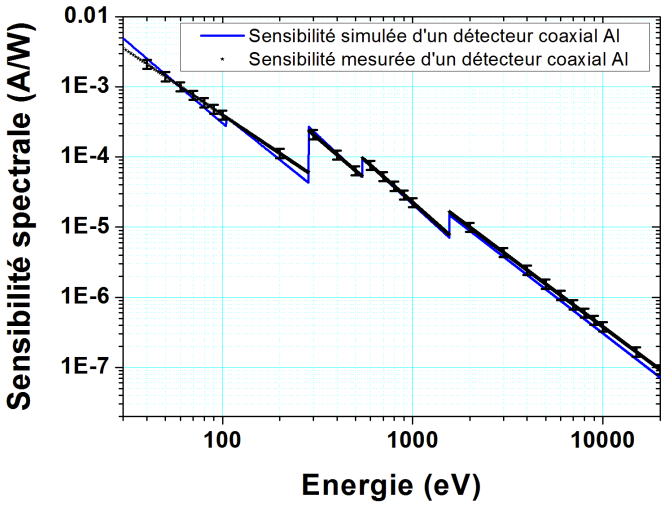
Maintenant, il est intéressant de montrer comment s'effectuait le calcul de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV avec les miroirs MP10089 et MP11085. Pour rappel, dans le chapitre 4 on avait vu que ces miroirs possédaient une bosse parasite aux basses énergies, mais que leur erreur « rms » dans la bande passante était plus faible que celle du miroir MP13018 (tableau 4.7).

6.1.2.2.1 Calcul de la puissance avec le miroir MP10089

Dans le cas de ce miroir, la réponse totale de la voie possède une bosse parasite à basse énergie (figure 148) du fait que le filtre de Mylar ne filtre pas totalement la réflexion

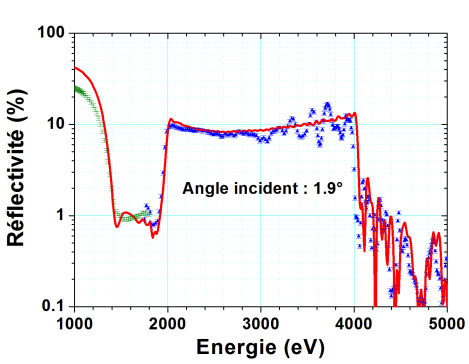


(a)

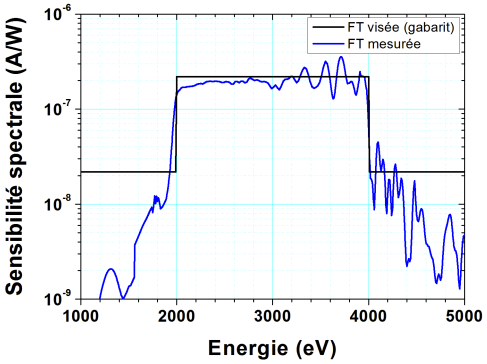


(b)

FIGURE *145 – Mesures expérimentales des composants de la voie miroir utilisés lors de la campagne « Cavité Interaction » : (a) Transmission expérimentale du filtre de mylar de 36* µm *et (b) sensibilité spectrale du détecteur coaxial.*

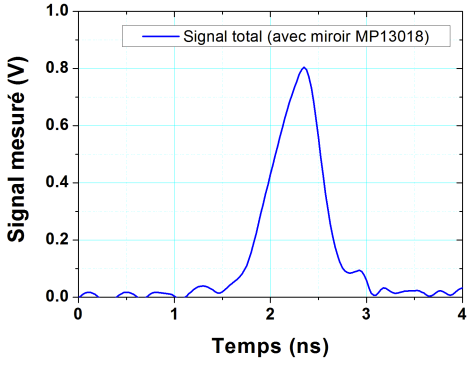


(a)

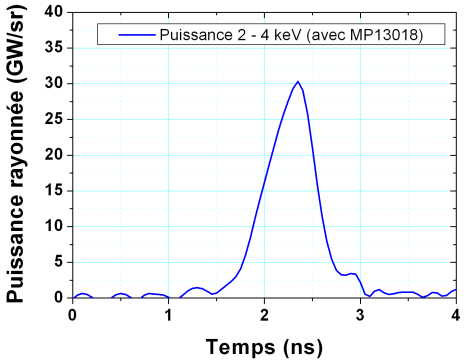


(b)

FIGURE *146 – (a) Mesures expérimentales de la réflectivité réalisée au PTB (points bleus) et à SOLEIL (points verts) du miroir MP13018 à l'angle θ = 1,9° comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin2-1,9° » (ligne rouge) et (b) la réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV obtenue (ligne bleue) comparée avec le gabarit (ligne noire).*



(a)



(b)

FIGURE *147 – Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP13018 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) sur la voie miroir multicouche apériodique et (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal.*

totale. Le calcul de la puissance doit donc prendre en compte ce phénomène parasite.

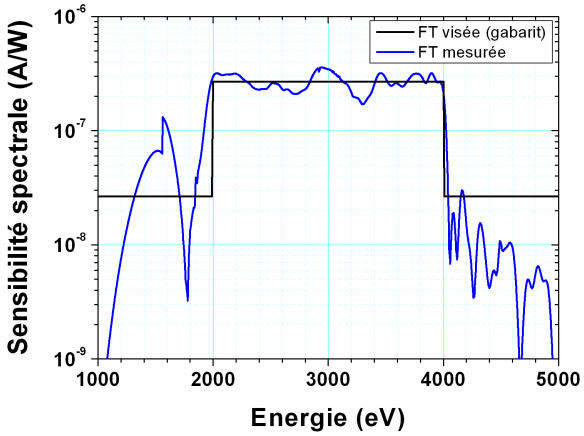


FIGURE *148 – Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP10089.*

Ainsi, le calcul de la puissance est quelque peu différent :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \frac{U(t) - U_{par}(t)}{R.\Omega.S_{moy}} \quad (en\ W/sr) \tag{6.4}$$

avec :

- $U(t)$: le signal mesuré (en V),
- $U_{par}(t)$: le signal calculé de la bosse parasite (en V),
- S_{moy} : la sensibilité spectrale moyenne (en A/W),
- R : l'impédance de charge (en Ohm) (50 Ω),
- Ω : l'angle solide de détection (en sr).

Nous sommes donc obligés de calculer :

- Le signal parasite $U_{par}(t)$ qui est défini comme suit :

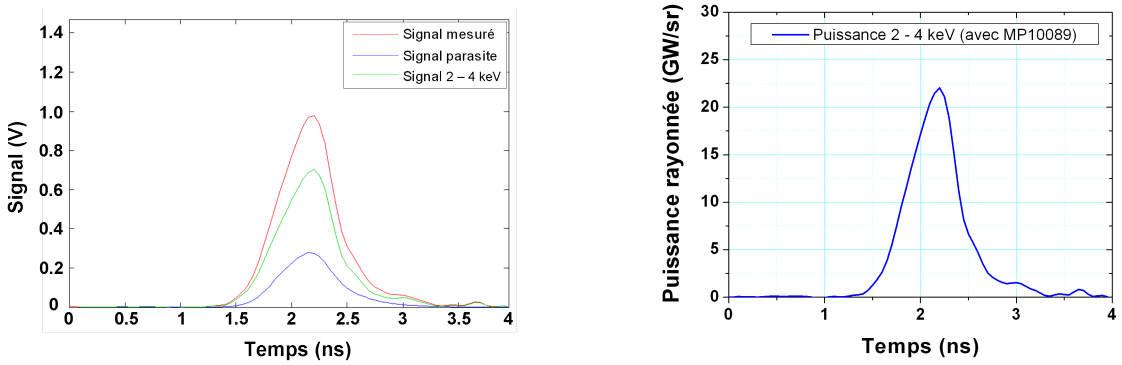
$$U_{par}(t) = R.\Omega. \int_{1300\ eV}^{1700\ eV} P(E,t).FT(E).dE \quad (enV) \tag{6.5}$$

  Le spectre $P(E,t)$ est calculé à partir de la loi de température mesurée par le spectromètre DMX dans une hypothèse de corps noir (cf. paragraphe 6.2).
- La sensibilité spectrale moyenne S_{moy} (sachant que la bande passante est plutôt définie entre 2080 eV et 3980 eV) qui est définie comme suit :

$$S_{moy} = \frac{\int_{2080\ eV}^{3980\ eV} FT(E).dE}{3980 - 2080} = 2,64.10^{-7} \quad (en\ A/W) \tag{6.6}$$

Les résultats obtenus font suite à la campagne de mars 2011 (« Symétrie ») et correspondent au tir n°#61484. La cavité utilisée pour ce tir était une cavité rugby de diamètre

interne toujours deux fois plus grand que les trous d'entrée laser. Les résultats sont présentés sur la figure 149. Le profil du signal expérimental, mesuré sur la voie à miroir multicouche apériodique, est présenté sur la figure 149a. La loi de puissance rayonnée entre 2 et 4 keV déduite du signal mesuré est représentée sur la figure 149b.



(a) (b)

FIGURE *149 – Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP10089 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) (en rouge) et signaux calculés avec la voie miroir multicouche apériodique, parasite (en bleu) et de la bande 2 – 4 keV (en vert) ; (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal mesuré.*

La fonction de transfert n'étant pas parfaite, l'incertitude globale se trouve augmentée par les contributeurs suivants :

- l'incertitude sur la mesure de la loi de température, comprise entre ± 2 % et ± 4 % d'où une précision comprise entre ± 8 % et ± 16 % sur le flux,
- l'incertitude liée aux oscillations dans la bande passante de la fonction de transfert, estimée à ± 16,5 %.

Au final, si l'on prend une loi de propagation quadratique du type $u_{tot} = \sqrt{\sum_i {u_i}^2}$ avec :

- u_1 l'incertitude sur la transmission du filtre (± 5 %),
- u_2 l'incertitude sur la sensibilité spectrale du détecteur (± 15 %),
- u_3 l'incertitude sur la réflectivité du miroir (± 5 %),
- u_4 l'incertitude sur la mesure de la loi de température (± 16 %, cas extrême),
- u_5 l'incertitude liée aux oscillations dans la bande passante de la FT (± 16,5 %).

On peut estimer l'incertitude sur cette mesure à ± 28,3 %.

6.1.2.2.2 Calcul de la puissance avec le miroir MP11085

Comme pour le miroir précédent, la réponse totale de la voie possède la même bosse

parasite à basse énergie (figure 150), et le calcul de la puissance doit donc prendre en compte ce phénomène parasite. On doit donc utiliser à nouveau la formule 6.4 pour calculer la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV.

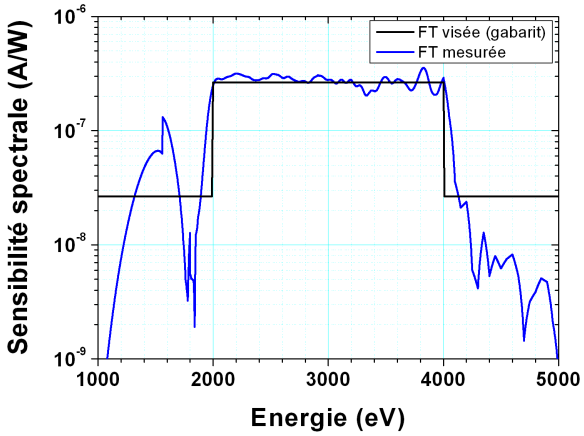


FIGURE *150 – Réponse totale (FT) de la voie 2 – 4 keV avec le miroir MP11085.*

Dans le cas présenté, le calcul de S_{moy} est tel que :

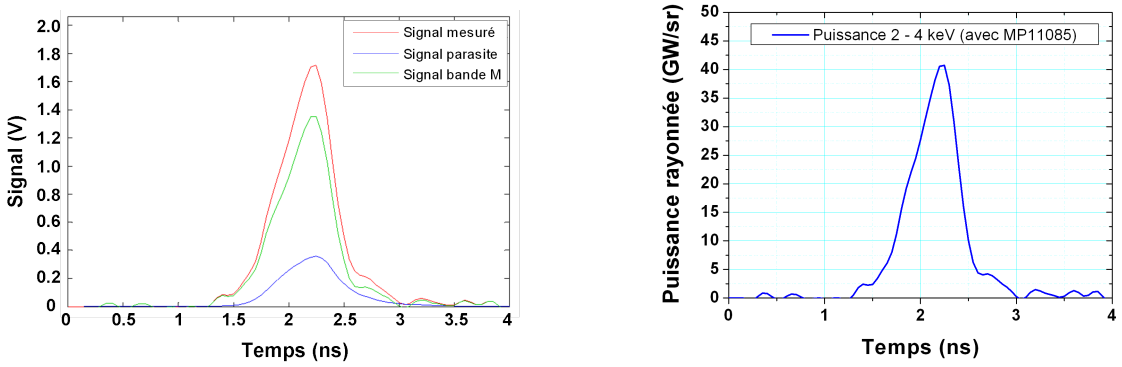
$$S_{moy} = \frac{\int_{2080\ eV}^{3980\ eV} FT(E).dE}{3980 - 2080} = 2,75.10^{-7} \quad (en\ A/W) \tag{6.7}$$

Les résultats obtenus font suite à la campagne de septembre 2011 (« Jalon fusion ») et correspondent au tir n°#63527. La cavité utilisée était une cavité rugby possédant les mêmes caractéristiques que celles lors de la campagne « Cavité Interaction » (figure 144). Les résultats sont présentés sur la figure 151. La figure 151a représente le profil du signal expérimental mesuré sur la voie à miroir multicouche apériodique. La figure 151b présente la loi de puissance rayonnée entre 2 et 4 keV déduite du signal mesuré.

Comme pour le miroir précédent, si l'on prend une loi de propagation quadratique du type $u_{tot} = \sqrt{\sum_i {u_i}^2}$, avec :

- u_1 l'incertitude sur la transmission du filtre (± 5 %),
- u_2 l'incertitude sur la sensibilité spectrale du détecteur (± 15 %),
- u_3 l'incertitude sur la réflectivité du miroir (± 5 %),
- u_4 l'incertitude sur la mesure de la loi de température (± 16 %, cas extrême),
- u_5 l'incertitude liée aux oscillations dans la bande passante de la FT (± 10,7 %).

On peut estimer l'incertitude sur cette mesure à ± 25,4 %.
Les résultats obtenus avec les miroirs MP10089 et MP11085 ont fait l'objet d'une publication en début d'année 2014 [79]. On ne peut pas vraiment comparer les résultats obtenus



(a) (b)

FIGURE *151 – Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP11085 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) (en rouge) et signaux calculés avec la voie miroir multicouche apériodique, parasite (en bleu) et de la bande 2 – 4 keV (en vert) ; (b) loi de puissance 2 – 4 keV déduite du signal mesuré.*

avec les différents miroirs puisque chaque miroir a été utilisé lors de campagnes différentes avec des configurations d'expériences différentes (géométrie de l'expérience, type, forme et nature des cibles, énergie laser). Il est en revanche très intéressant de comparer chaque résultat avec la voie titane 4 µm utilisée en parallèle pour chaque expérience. Cette comparaison est l'objet du prochain paragraphe.

6.2 Comparaison des mesures de puissance avec la voie titane

La mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV, n'utilisant qu'un filtre de titane de 4 µm d'épaisseur et un détecteur coaxial, nécessite plusieurs étapes de calcul (cf. paragraphe 2.4.1). En effet, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.4.1.2, la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV se calcule comme suit (formule 2.41) :

$$P_{2-4\ keV}(t) = \int_{2keV}^{4keV} [P_P(E,t) + k(t).P_{BMth}(E)].dE \quad (en\ W/sr) \tag{6.8}$$

Il est donc nécessaire de déterminer le spectre de corps noir (« planckienne ») $P_P(E,t)$ qui se calcule à chaque instant t à partir de la température T_r suivant la loi de Planck. La température T_r se calcule à partir des mesures obtenues par les voies du DMX à basses énergies. Pour cela, le spectre X est découpé en plusieurs bandes (plusieurs voies de mesure du DMX) ΔE_i (ΔE_i = E_{i+1} - E_{i-1}) (figure 152) et on calcule la puissance

émise dans chaque bande de mesure à partir des fonctions de transfert spectrales. Ainsi, on reconstitue l'émissivité spectrale en fonction du temps P(E,t). Le signal mesuré dans chaque bande spectrale, $U_i(t)$ peut s'écrire de la façon suivante :

$$U_i(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P(E,t).FT_i(E).dE \tag{6.9}$$

avec :

- Ω_i, l'angle solide de détection pour la voie de mesure i (en sr),
- FT_i, la fonction de transfert de la voie de mesure i (en A/W),
- $P(E,t)$, l'émissivité spectrale (en W/eV/sr).

On ne peut pas remonter directement à $P(E,t)$, le traitement s'effectue par étapes. La 1ère étape consiste à estimer $P(E,t)$ à l'ordre 0 ($P^0(E,t)$, figure 152), et pour cela, on émet deux hypothèses :

- $FT_i = 0$ si E $\notin \Delta E_i$
- $P(E,t) =$ constante sur ΔE_i

On calcule alors :

$$U_i(t) = R.\Omega_i.P(\Delta E_i,t)\int_{\Delta E_i} FT_i(E).dE \tag{6.10}$$

d'où :

$$P(\Delta E_i,t) = \frac{U_i(t)}{R.\Omega_i.\int_{\Delta E_i} FT_i(E).dE} = \frac{U_i(t)}{R.\Omega_i.FT_{moyen}\Delta E_i} \tag{6.11}$$

avec $FT_{moyen}\Delta E_i = \int_{\Delta E_i} FT_i(E).dE$: sensibilité moyenne de la voie (en A.eV/W).
La reconstruction du spectre $P^0(E,t)$ s'effectue par une interpolation polynomiale des valeurs des différents $P(\Delta E_i,t)$ à l'énergie $\frac{E_{i+1}+E_{i-1}}{2}$.

La 2ème étape consiste en un traitement itératif : on calcule $P(E,t)$ par itérations successives à partir de $P^0(E,t)$ [1] afin de retomber sur les valeurs des signaux mesurés. Ainsi, le signal estimé à partir de $P^0(E,t)$ est :

$$U_i^0(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P^0(E,t).FT_i(E).dE \tag{6.12}$$

Ensuite, on calcule la correction $C_i^0(t)$ à effectuer entre le signal mesuré $U_i(t)$ et le signal calculé $U_i^0(t)$:

$$C_i^0(t) = \frac{U_i(t) - U_i^0(t)}{U_i(t)} \tag{6.13}$$

1. ou d'un spectre de simulation.

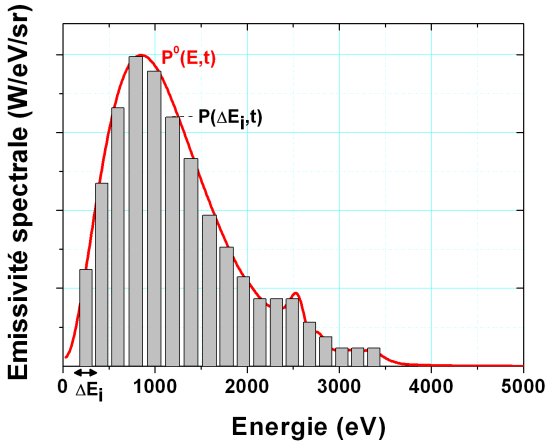


FIGURE *152 – Reconstruction du spectre à l'ordre 0 ($P^0(E,t)$) à partir du calcul de la puissance dans chaque bande spectrale ΔE_i, à un instant t donné.*

La fonction de correction $FC(E,t)$ est définie comme suit :

$$FC(E,t) = interpolation(C_i^0(t), E) \tag{6.14}$$

On calcule alors l'émissivité spectrale corrigée $P^1(E,t)$:

$$P^1(E,t) = P^0(E,t) \times FC(E,t) \tag{6.15}$$

Ainsi, le nouveau signal estimé à partir de $P^1(E,t)$ est :

$$U_i^1(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P^1(E,t).FT_i(E).dE \tag{6.16}$$

A nouveau, on calcule la correction $C_i^1(t)$ et si $C_i^1(t) <$ critère d'arrêt (typiquement un nombre d'itérations ou l'erreur $<$ 10 %) alors on considère $P^1(E,t)$ comme étant une bonne estimation du spectre d'émission du plasma. Sinon, on continue le calcul et on doit donc estimer $P^2(E,t)$ et ainsi de suite jusqu'à converger vers une solution. Au final, on obtient donc un spectre X qui va nous servir afin de calculer la température radiative T_r. En effet, le calcul de cette température s'obtient en calculant la puissance dans la gamme spectrale 0 – 2 keV ($P_{0-2keV}(t)$) :

$$P_{0-2keV}(t) = \int_0^{2\ keV} P(E,t).dE \tag{6.17}$$

On pose l'hypothèse que nous sommes en présence d'un rayonnement de corps noir, ainsi :

$$P_{0-2keV}(t) = \frac{cos(\theta)}{\pi}.\sigma.A.{T_r}^4(t) \tag{6.18}$$

avec :

- A : la surface d'émission du trou d'entrée laser (en m^2),
- σ : la constante de Stefan-Boltzmann égale à $5,670373.10^{-8}$ $J.s^{-1}.m^{-2}.K^{-4}$,
- θ est l'angle d'observation (en °) par rapport à la normale d'observation.

Au final, nous avons donc la température T_r à tout temps t :

$$T_r{}^4(t) = \frac{\pi}{cos(\theta).\sigma.A}.P_{0-2keV}(t) \tag{6.19}$$

La figure 153 présente les températures radiatives T_r déduites des mesures DMX pour les tirs n°#61484, n°#63527 et n°#71007.

L'incertitude sur la mesure de température est calculée à partir d'une méthode statistique présentée en Annexes (cf. paragraphe 7.2). Une fois connue la température, on peut recalculer la densité spectrale du corps noir $P_P(E,t)$ avec la formule suivante :

$$P_P(E,t) = \frac{2}{h^3.c^2}.\frac{E^3}{exp\Big(\frac{E}{k_B.T_r}\Big) - 1} \quad (W.eV^{-1}.sr^{-1}.cm^{-2}) \tag{6.20}$$

avec :

- h : la constante de Planck égale à $\approx 4,136.10^{-15}$ eV.s $= 6,626.10^{-34}$ J.s,
- c : la vitesse de la lumière égale à $\approx 2,997.10^{10}$ $cm.s^{-1}$,
- k_B : la constante de Boltzmann égale à $\approx 8,617.10^{-5}$ $eV.K^{-1} = 1,381.10^{-23}$ $J.K^{-1}$,
- E : l'énergie en eV,
- T_r : la température radiative en K.

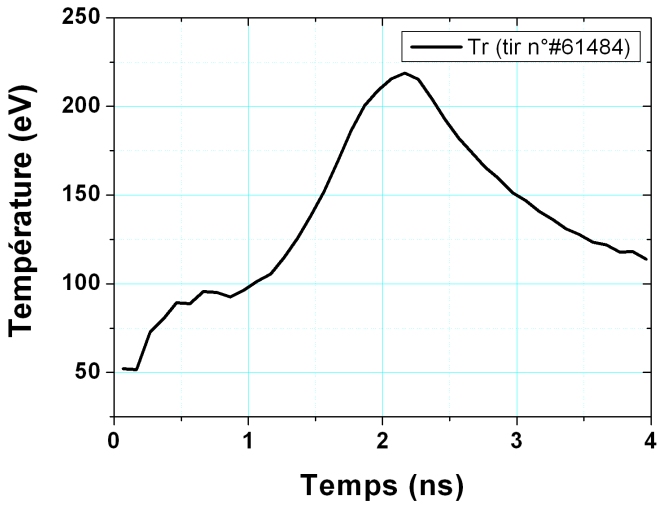
Une fois connu le spectre $P_P(E,t)$, nous pouvons donc calculer la puissance rayonnée dans la gamme spectrale 2 – 4 keV, puisque nous connaissons le spectre $P_{BMth}(E)$ ainsi que le coefficient $k(t)$ qui se détermine de telle manière à avoir $U_{Ti}(t) = U_{Ti}(t)_{mesure}$ (cf. paragraphe 2.4.1.2).

La précision de cette mesure dépendra :

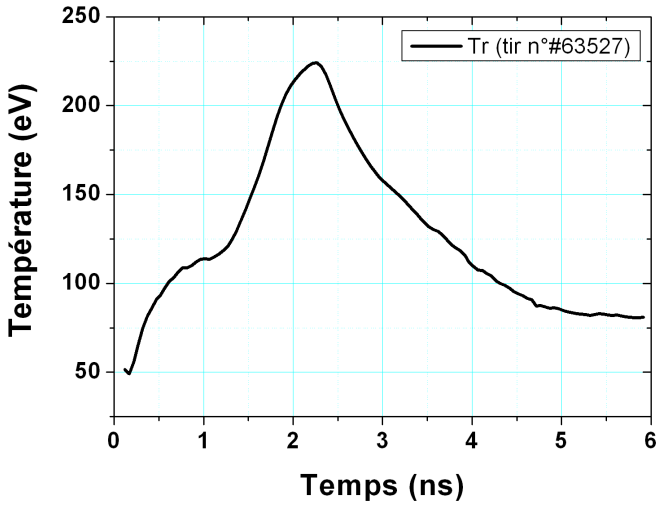
- de l'incertitude sur la mesure de la loi de température, qui est comprise entre ± 2 % et ± 4 % d'où une précision comprise entre ± 8 % et ± 16 % sur le flux.
- de la précision de la forme du spectre de bande M théorique fourni, incertitude qui est estimée à ± 20 %.
- de l'incertitude sur la sensibilité de la réponse de la voie de mesure, incertitude qui est estimée à ± 16,6 %.

Ainsi, en prenant une loi de propagation quadratique, l'incertitude totale sur cette mesure de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV avec la voie filtrée de titane est estimée à ± 30,5 %.

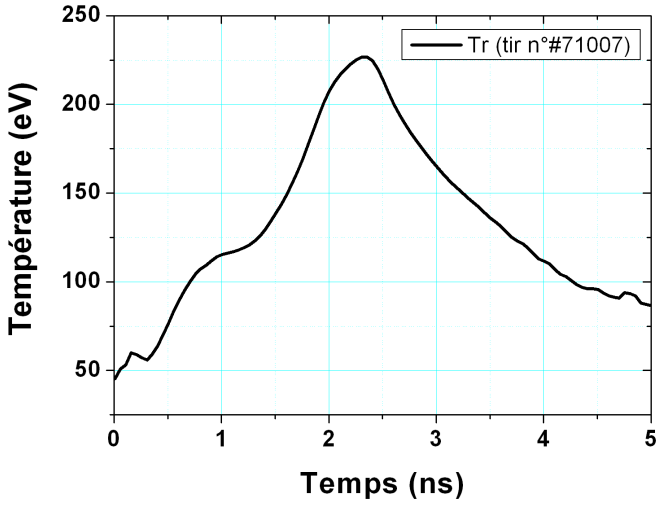
Le tableau 6.2 présente les configurations des voies de mesure avec filtre de titane 4 µm utilisées en parallèle des voies de mesure miroirs.



(a)



(b)



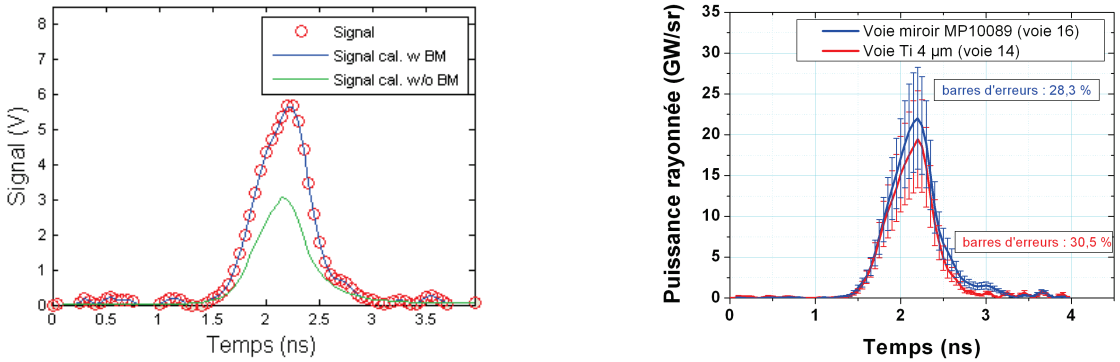
(c)

FIGURE *153 – Températures radiatives T_r déduites des mesures DMX correspondant aux tirs : (a) n°#61484 ; (b) n°#63527 ; (c) n°#71007.*

Campagne	Date	N° du tir	Voie de mesure	Angle solide Ω (sr)	Composants	Caractéristiques
Symétrie	Mars 2011	#61484	14	$1{,}64.10^{-6}$	Filtre	Titane 4 µm
					Détecteur	Coaxial
			18	$1{,}64.10^{-6}$	Filtre	Titane 4 µm
					Détecteur	Coaxial
Jalon fusion	Septembre 2011	#63527	16	$1{,}72.10^{-6}$	Filtre	Titane 4 µm
					Détecteur	Coaxial
Cavité interaction	Septembre 2013	#71007	18	$1{,}64.10^{-6}$	Filtre	Titane 4 µm
					Détecteur	Coaxial

TABLE *6.2 – Configurations des voies de mesure avec filtre de titane 4* µm *utilisées en parallèle des voies de mesure miroirs, pour le calcul de puissance dans la gamme spectrale 2 – 4 keV.*

Concernant la campagne « Symétrie », la figure 154a présente le profil du signal expérimental mesuré sur la voie 14 et sur la figure 154b, on trouve la loi de puissance rayonnée entre 2 et 4 keV déduite du signal mesuré.



(a) (b)

FIGURE *154 – Résultats expérimentaux obtenus avec la voie titane 4* µm *(voie 14) : (a) Accord obtenu entre le signal expérimental mesuré* $U_{Ti}(t)$ *(points rouges) et le signal reconstitué (courbe bleue). La courbe verte donne le niveau de signal calculé uniquement à partir du spectre de corps noir sans bande M. (b) Loi de puissance 2 – 4 keV restituée à partir du signal mesuré sur la voie titane 4* µm *(courbe rouge) et comparée avec celle restituée à partir du signal mesuré sur la voie miroir MP10089 (voie 16) (courbe bleue).*

Les figures 155a et 155b présentent les lois de puissance rayonnée entre 2 et 4 keV déduites des signaux mesurés pour les voies miroirs MP11085 et MP13018, et comparées avec celles obtenues avec la voie titane, concernant les campagnes « Jalon fusion » et « Cavité interaction ». On s'aperçoit que pour la campagne « Jalon fusion », les lois

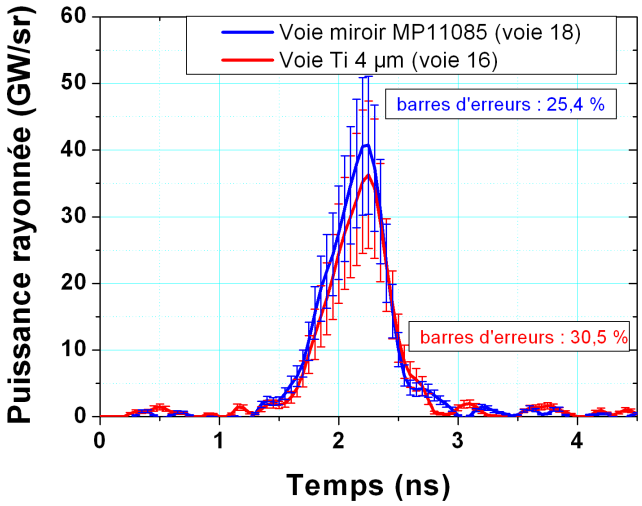
de puissance rayonnée obtenues avec les deux voies de mesure, miroir et titane 4 µm, respectivement, sont en accord à l'incertitude près. Cependant, concernant la campagne « Cavité interaction », il y a un désaccord puisque la loi de puissance rayonnée avec la voie titane 4 µm est nettement plus faible que celle obtenue avec la voie miroir. Pour la campagne « Cavité interaction », nous avons aussi essayé de calculer la loi de puissance avec la technique de calcul utilisée avec la voie titane mais en utilisant la FT réelle du miroir MP13018 (avec les oscillations dans la bande passante 2 – 4 keV). Cela permet de montrer si l'hypothèse effectuée concernant la FT avec la voie miroir (on considère que la FT est constante dans la bande passante) a un impact sur la détermination de la loi de puissance rayonnée. On obtient quasiment le même résultat que la voie miroir en utilisant la FT avec miroir dans la technique de calcul de la loi de puissance de la voie titane 4 µm. Cela tend à valider le résultat obtenu avec la voie miroir MP13018. Suite à la différence observée avec la voie titane, nous avons tout de même préféré vérifier la réflectivité du miroir MP13018 sur synchrotron. On a observé très peu d'évolution de la réflectivité suivant l'énergie par rapport à la dernière caractérisation. On est donc en train d'essayer de déterminer les sources d'erreurs possibles afin d'expliquer ces résultats différents.

Néanmoins, une nouvelle campagne de mesure a eu lieu ensuite en juin 2014, la campagne « Cavité interaction 2014 ». La voie miroir utilisant le miroir MP13018 et la voie titane 4 µm ont à nouveau été utilisées en parallèle. Je présenterai les résultats obtenus avec le tir n°#73786. Les cavités utilisées présentaient les mêmes caractéristiques que celles utilisées lors de la campagne « Cavité interaction » de septembre 2013. Pour cette campagne, la voie miroir MP13018 et la voie titane 4 µm étaient montées sur les voies 20 et 19 du DMX, respectivement (tableau 6.3).

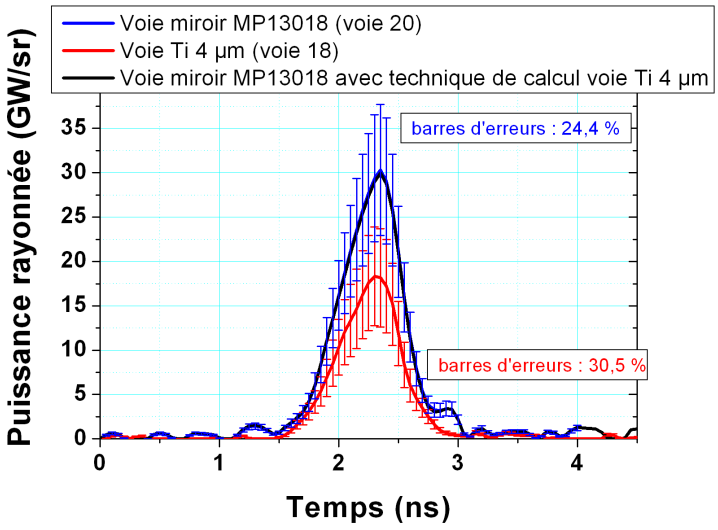
Campagne	Date	N° du tir	Voie de mesure	Angle solide Ω (sr)	Composants	Caractéristiques
Cavité interaction	Juin 2014	#73786	20	$2{,}42.10^{-6}$	Filtre	Mylar 36 µm
					Miroir	MP13018
					Détecteur	Coaxial
			19	$1{,}64.10^{-6}$	Filtre	Titane 4 µm
					Détecteur	Coaxial

TABLE *6.3 – Configurations des deux voies de mesure, miroir MP13018 et filtre de titane 4* µm*, utilisées pour le calcul de puissance dans la gamme spectrale 2 – 4 keV lors de la campagne « Cavité interaction 2014 ».*

Les lois de puissance 2 – 4 keV obtenues sont représentées sur la figure 156. On s'aperçoit que cette fois-ci, les lois de puissance restituées avec la voie miroir et avec la voie titane sont en accord à l'incertitude près. À nouveau, la loi de puissance obtenue avec la



(a)



(b)

FIGURE *155 – Lois de puissance 2 – 4 keV restituées à partir des signaux mesurés sur la voie titane (courbes rouges) lors des campagnes (a) « Jalon fusion » et (b) « Cavité interaction », respectivement. Elles sont comparées avec les lois de puissance restituées à partir des signaux mesurés sur les voies miroirs (courbes bleues) (a) MP11085 et (b) MP13018. Sur la figure (b) est aussi représentée la loi de puissance 2 – 4 keV obtenue avec la FT du miroir MP13018 en utilisant la technique de calcul de la voie titane (courbe noire).*

technique de calcul utilisée normalement avec la voie titane mais en utilisant la FT réelle du miroir MP13018 est aussi en accord avec les deux autres. Ce dernier résultat laisse supposer que la différence observée lors de la campagne « Cavité interaction » de 2013 était attribuée a posteriori à un souci sur la voie de mesure titane 4 µm.

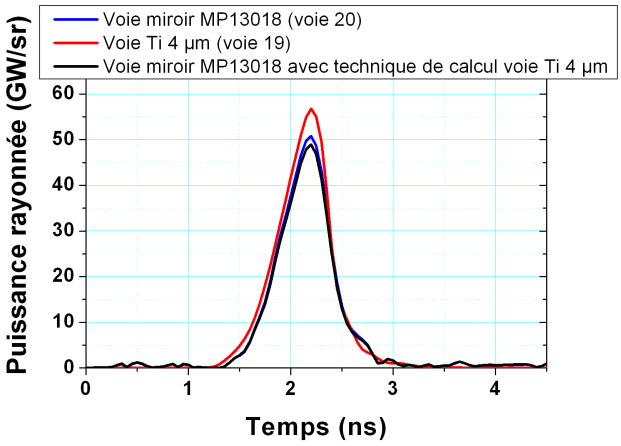


FIGURE *156 – Lois de puissance 2 – 4 keV restituées à partir des signaux mesurés sur la voie titane (courbe rouge) et la voie miroir (courbe bleue). La courbe noire représente la loi de puissance 2 – 4 keV obtenue avec la FT du miroir MP13018 en utilisant la technique de calcul de la voie titane.*

6.3 Intégrales courantes des voies de mesure

L'intérêt d'une voie de mesure miroir afin d'améliorer la précision de la mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 2 – 4 keV est mis en évidence lorsque l'on trace l'intégrale courante du produit de la réponse totale d'une voie de mesure (FT) avec le spectre X émis $P(E,t)$. En effet, le signal mesuré dans chaque bande spectrale, $U_i(t)$ peut s'écrire de la façon suivante :

$$U_i(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P(E,t).FT_i(E).dE \tag{6.21}$$

Ainsi le calcul de l'intégrale courante du produit $P(E,t).FT_i(E)$ permet de déterminer le pourcentage du signal mesuré suivant la gamme d'énergie désirée (dans notre cas 2 – 4 keV).
La figure 157 représente le spectre X émis par un plasma d'or.

L'intégrale courante du produit de la FT de la voie titane 4 µm avec le spectre, déjà présentée au paragraphe 2.4.1.1 (figure 42), est rappelée sur la figure 158.

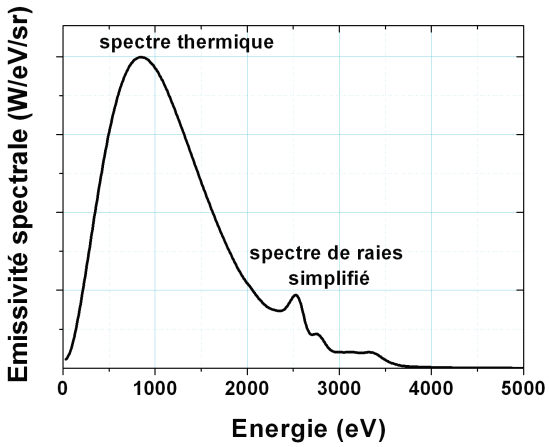


FIGURE *157 – Spectre X simplifié d'un plasma d'or créé par laser.*

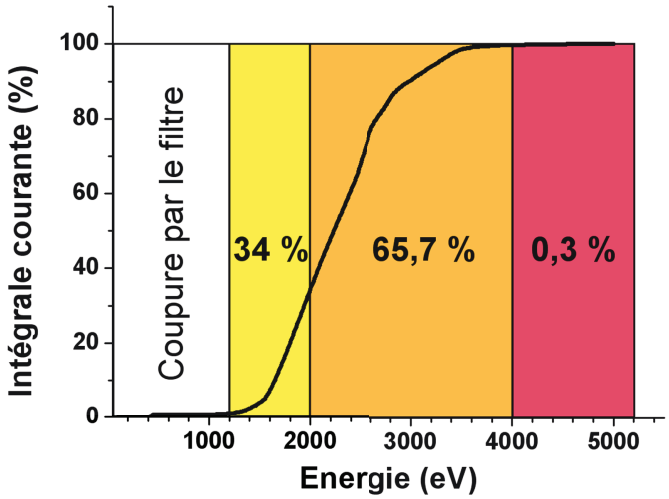


FIGURE *158 – Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie titane 4* µm *avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de titane ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

Comme nous avions pu le constater, seulement 65,7 % du signal mesuré se situe dans la bande spectrale de travail, à savoir 2 – 4 keV. En effet, 34 % de l'information est dans la gamme spectrale 1200 eV – 2 keV et 0,3 % au-delà de 4 keV. Depuis le départ nous savions que l'incertitude était élevée avec cette voie de mesure puisque la FT n'était déjà pas bien définie dans la bande passante 2 – 4 keV mais plutôt dans la gamme spectrale 1,5 keV – 5 keV.

Maintenant, comparons ce résultat avec les intégrales courantes utilisant l'ancien miroir MP11085 (figure 159) (je ne présenterai pas le cas du miroir MP10089 qui est redondant avec le cas du miroir MP11085) et le nouveau miroir MP13018 (figure 160).

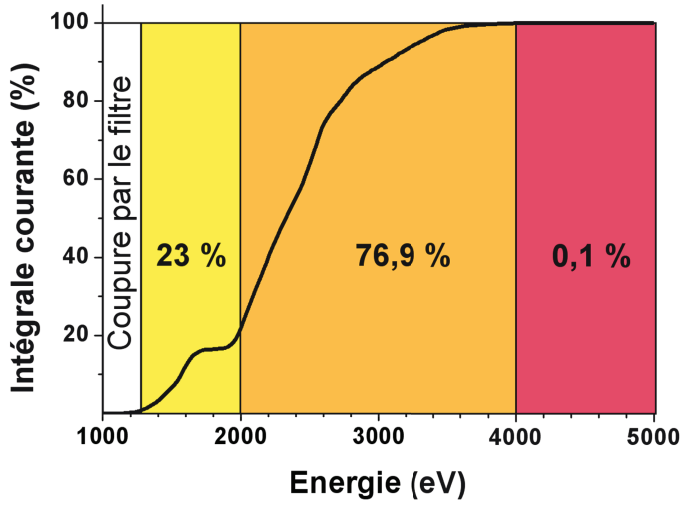


FIGURE *159 – Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie miroir MP11085 avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de Mylar de la voie ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : bande passante de la voie (2 – 4 keV) ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

On remarque tout de suite l'intérêt de la voie de mesure avec miroir par rapport à la voie utilisant le filtre de titane. En effet, l'intégrale courante de la FT utilisant le miroir MP11085 avec le spectre d'or (figure 159) montre que seulement 23 % du signal mesuré est présent aux énergies inférieures à 2 keV au lieu de 34 % avec la voie titane. Ainsi, on a maintenant 76,9 % du signal mesuré dans la bande de travail 2 – 4 keV au lieu de 65,7 % auparavant. De plus, pour les énergies supérieures à 4 keV on n'a plus que 0,1 % au lieu de 0,3 %.

Maintenant, si on s'intéresse à l'intégrale courante avec le miroir MP13018, le gain est encore plus important. En effet, seulement 6 % de l'information est présente aux énergies inférieures à 2 keV. On a 93,9 % du signal dans la gamme spectrale d'intérêt 2 – 4 keV, et si on s'intéresse à l'effet des oscillations du miroir, on constate que cette zone ne

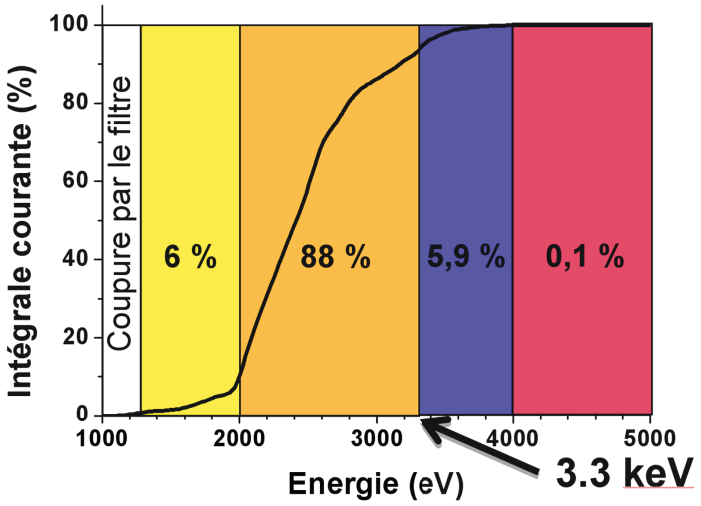


FIGURE *160 – Intégrale courante du produit de la réponse totale (FT) de la voie miroir MP13018 avec le spectre X d'un plasma d'or. En blanc : zone totalement filtrée par le filtre de Mylar de la voie ; en jaune : zone comprenant les énergies inférieures à 2 keV ; en orange : zone comprenant les énergies entre 2 keV et 3,3 keV ; en bleu : zone où les oscillations du miroirs sont présentes (3,3 – 4 keV) ; en rouge : zone comprenant les énergies supérieures à 4 keV.*

représente que 5,9 % de l'information, ce qui veut dire qu'on en a 88 % dans la zone 2 keV – 3,3 keV. Ainsi, les oscillations ont peu d'impact sur le calcul de la puissance rayonnée. Pour finir, on a seulement 0,1 % pour les énergies supérieures à 4 keV, valeur très négligeable ce qui est très satisfaisant.

Pour conclure sur cette partie, nous avons donc développé une nouvelle voie de mesure utilisant un miroir multicouche apériodique qui nous a permis de diminuer considérablement les signaux parasites en dehors de la bande passante 2 – 4 keV. On passe de 65,7 % à 93,9 % de signal utile mesuré dans la zone de travail, soit un accroissement de 28,2 %. Cependant, cette amélioration n'a pas forcément un impact sur la calcul de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV. En effet, ce n'est pas parce qu'on a 34 % d'information en dehors de la bande passante que l'incertitude sur le calcul de la loi de puissance est élevée. Si les autres voies du DMX permettent de déterminer avec une bonne précision l'énergie dans les autres bandes ($<$ 2 keV et $>$ 4 keV), on obtiendra un résultat équivalent au résultat obtenu avec la voie de mesure utilisant un miroir. Les barres d'erreurs sont plus petites avec les voies miroirs ($<$ 25 % contre $\sim$ 30 %) et l'hypothèse « réponse plate » a été validée sur un tir (n°#71007). L'avantage primordial d'une voie de mesure avec miroir par rapport à une voie de mesure classique est que la détermination de la loi de puissance dans la bande 2 – 4 keV est plus directe (moins de calcul et pas d'hypothèse a priori).

6.4 Mesure avec la voie miroir dans la gamme spectrale 4 – 6 keV

Comme dans le cas de la bande spectrale 2 – 4 keV, nous avons développé une nouvelle voie de mesure avec miroir pour diminuer l'incertitude et déterminer la mesure de la puissance rayonnée dans la bande 4 – 6 keV (chapitre 5) de manière plus directe. De la même façon, la mesure de la puissance rayonnée peut s'obtenir directement à partir du signal mesuré.

6.4.1 Mesure directe

La technique de mesure, décrite au paragraphe 2.4.2.2, permet de la même façon que pour la bande spectrale 2 – 4 keV de restituer directement la puissance rayonnée entre 4 et 6 keV en effectuant le rapport entre l'amplitude du signal mesuré à chaque instant (U(t)) et la sensibilité spectrale de la voie (S) :

$$P_{4-6\ keV}(t) = \frac{U(t)}{R.\Omega.S} \quad (en\ W/sr) \tag{6.22}$$

avec :

- $U(t)$: le signal mesuré (en V),
- $FT(E)$: la fonction de transfert de la voie de mesure (en A/W)
  $FT(E) = 0$ pour E $\notin$ [4 keV – 6 keV]
  $FT(E) =$ S pour E $\in$ [4 keV – 6 keV]
- R : l'impédance de charge (en Ohm) (50 Ω),
- Ω : l'angle solide de détection (en sr).

6.4.2 Calcul de la puissance rayonnée avec le miroir MP13091

Dans le chapitre 5, nous avons montré que la mesure de la réflectivité du miroir MP13091 est assez proche du profil théorique visé. Cependant, le résultat obtenu était moins bon qu'avec le miroir témoin MP13090. Une légère modulation à 5,7 keV est vraiment différente du gabarit et la coupure à haute énergie a lieu à plus basse énergie que prévu (E = 5,8 keV au lieu de 6,0 keV). L'allure de la fonction de transfert FT de la voie 4 – 6 keV obtenue avec le miroir MP13091 reste tout à fait correcte mais la modulation est bien présente (figure 142). Il est donc nécessaire comme dans les cas précédents de calculer S_{moy} :

$$S_{moy} = \frac{\int_{3800}^{6200} FT(E).dE}{6200 - 3800} = 3,68.10^{-8} \quad (en\ A/W) \tag{6.23}$$

De ce fait, la puissance rayonnée entre 4 keV et 6 keV est calculée comme suit :

$$P_{4-6\ keV}(t) = \frac{U(t)}{R.\Omega.S_{moy}} \quad (en\ W/sr) \tag{6.24}$$

Les résultats présentés ci-après correspondent aux configurations d'utilisation du spectromètre DMX-OMEGA, en décembre 2013, lors de la campagne « Source X » à Rochester. Pour cette campagne, le miroir fut monté sur la voie 9 du DMX. Les résultats de métrologie du filtre de fer 10 µm et du détecteur coaxial utilisés sont présentés sur la figure 161. L'incertitude concernant la transmission du filtre et la sensibilité spectrale du détecteur sont de ± 5 % et ± 15 %, respectivement.

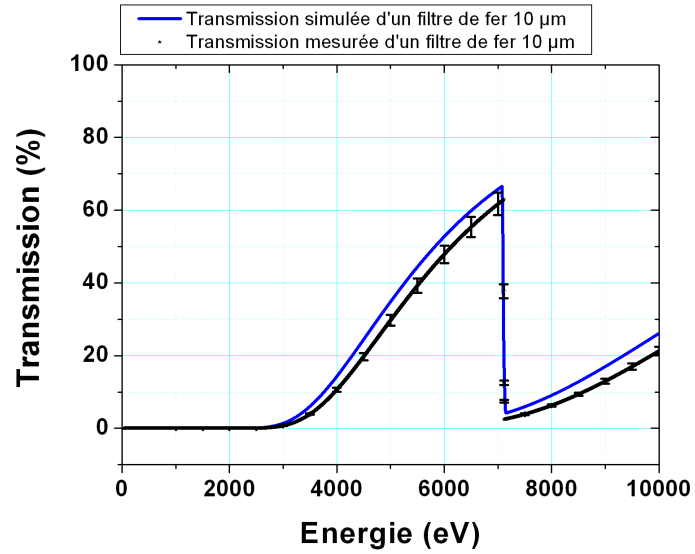
Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 5.6, la réflectivité du miroir MP13091 a été mesurée au synchrotron SOLEIL (figure 141), sachant que l'incertitude sur la mesure est d'environ ± 5 %. La réponse totale de la voie (ou appelée aussi « fonction de transfert de la voie ») obtenue par le produit des mesures expérimentales de la transmission du filtre, de la réflexion du miroir et de la sensibilité du détecteur coaxial est présentée sur la figure 162b.

Les résultats obtenus correspondent au tir n°#71837 sur une cible plane de titane de 8 µm d'épaisseur et de 4 mm de diamètre (figure 163). L'axe de mesure du DMX était normal à la face arrière de la feuille. Les résultats sont présentés sur la figure 164. La figure 164a présente le profil du signal expérimental mesuré sur la voie à miroir multicouche apériodique et sur la figure 164b est représentée la loi de puissance rayonnée entre 4 et 6 keV déduite du signal mesuré.

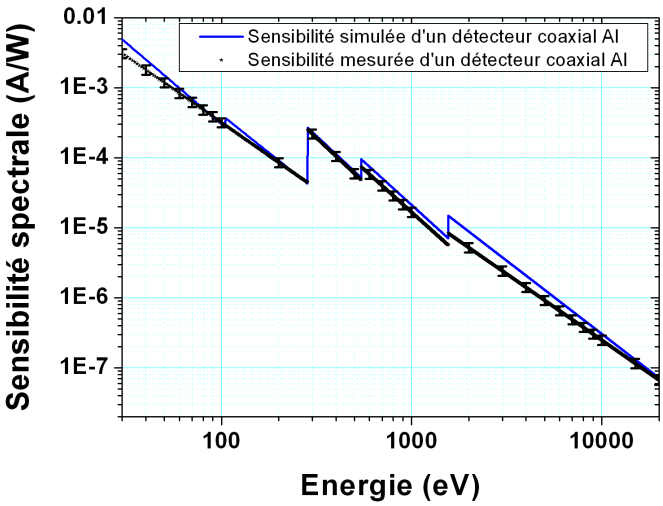
L'incertitude sur ces résultats est estimée à partir des sources d'incertitudes principales suivantes :

- l'incertitude sur la métrologie des composants, qui est estimée à ± 16,6 % (incertitude d'étalonnage du filtre, miroir et détecteur),
- l'incertitude sur le réglage angulaire du miroir MP13091. On estime que le réglage de l'angle de rasance du miroir est effectué sur le banc d'alignement avec une précision de ± 0,01°. De plus, se rajoute à cela l'incertitude liée au positionnement mécanique de la voie dans le diagnostic DMX-OMEGA, estimée à ± 0,02°. Ainsi, l'incertitude globale de ± 0,03° sur l'angle de rasance conduit à une incertitude de ± 5 % sur la fonction de transfert (FT) de la voie de mesure,
- l'incertitude liée à la représentation de la FT par une fonction créneau parfaite. L'erreur « rms » dans la bande passante est estimée à ± 11,3 % (tableau 5.5).

Maintenant, si l'on prend une loi de propagation quadratique, on obtient une incertitude globale de ± 20,7 % (barres d'erreurs de la figure 164b).

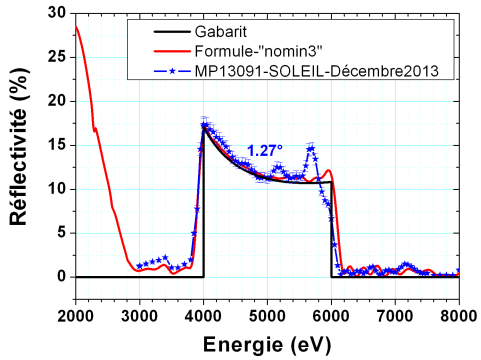


(a)

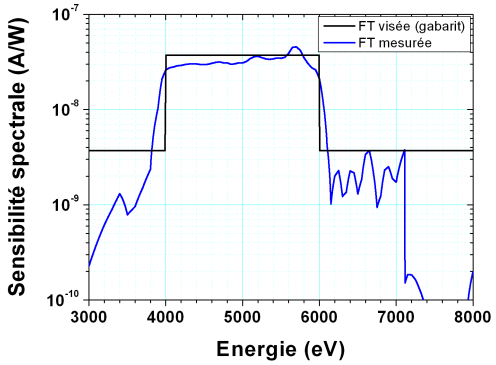


(b)

FIGURE *161 – Mesures expérimentales des composants de la voie miroir 4 – 6 keV (miroir MP13091) utilisés lors de la campagne « Source X » : (a) Transmission expérimentale du filtre de fer de 10* µm *et (b) sensibilité spectrale du détecteur coaxial.*



(a)



(b)

FIGURE *162 – (a) Mesure expérimentale de la réflectivité réalisée à SOLEIL (étoiles bleues) du miroir MP13091 à l'angle $\theta = 1{,}27°$ comparée avec la réflectivité calculée avec la formule « nomin3 » (ligne rouge) et (b) la réponse totale (FT) de la voie 4 – 6 keV obtenue (ligne bleue) comparée avec le gabarit (ligne noire).*

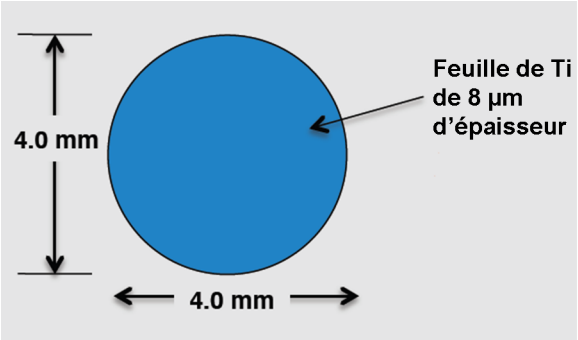
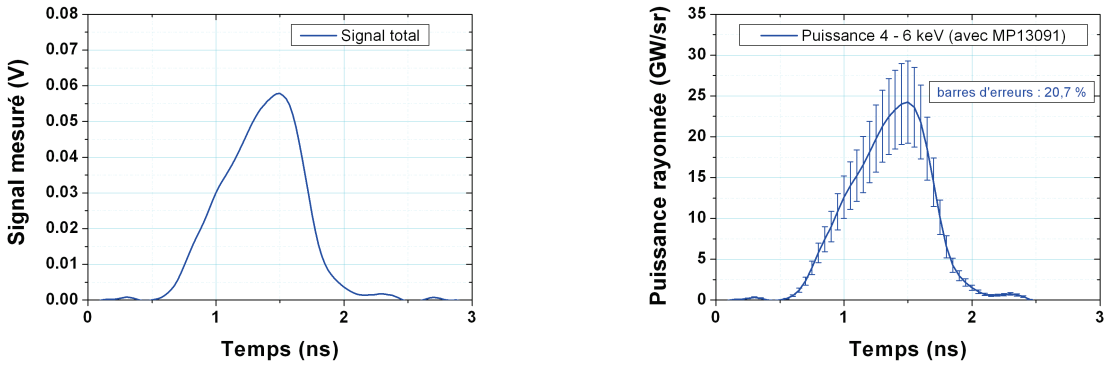


FIGURE *163 – Dimensions de la cible de titane correspondant au tir n°#71837.*



(a) (b)

FIGURE *164 – Résultats expérimentaux obtenus avec le miroir MP13091 : (a) Signal expérimental mesuré U(t) sur la voie miroir multicouche apériodique et (b) loi de puissance 4 – 6 keV déduite du signal.*

6.5 Comparaison de la mesure de la puissance avec les voies utilisées auparavant

Actuellement, pour caractériser et quantifier l'émission X multi-keV émise d'une feuille de titane, le diagnostic DMX utilise 3 ou 4 voies de mesure (cf. paragraphe 5.1). Pour cette campagne, les 3 voies de mesure utilisées sont présentées dans le tableau 6.4. La répartition spectrale des voies retenues est présentée sur la figure 165. Le spectre théorique en face arrière de titane a été fourni par L. Jacquet (CEA).

Source Titane				
Voie filtrée	**Filtre**	**Raie 1**	**Raie 2**	**Raies 3 et 4**
14	Ti 20 µm	He_α : 4740 eV	-	-
15	V 20 µm	He_α : 4740 eV	H_α : 4985 eV	-
16	Mn 20 µm	He_α : 4740 eV	H_α : 4985 eV	He_β : 5590 eV H_β : 5950 eV

TABLE *6.4 – Raies d'émission observées en fonction de la nature du filtre de la voie de mesure considérée.*

Le premier traitement consiste à reconstruire le spectre d'émission à partir des signaux mesurés et les sensibilités spectrales de chacune des voies de mesure DMX. La puissance

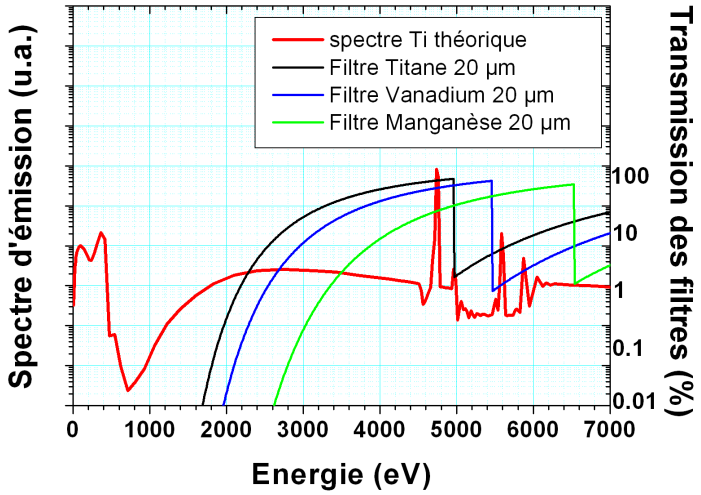


FIGURE *165 – Répartition spectrale des voies de mesure DMX dédiées à l'étude de l'émission des raies K-shell du titane (spectre en face arrière).*

spectrale rayonnée dans une voie de mesure i est égale en première approximation à :

$$P_i(t) = \frac{U_i(t)}{R.\Omega_i.Sens_i} \quad (en\ W/eV/sr) \tag{6.25}$$

avec :

- $U_i(t)$, le signal mesuré sur la voie i,
- R, l'impédance de charge (50 Ω),
- Ω_i, l'angle solide de détection pour la voie de mesure i (en sr),
- $Sens_i$, la sensibilité moyenne de la voie i (en A.eV/W).

Cela nous permet d'estimer le spectre d'émission « à l'ordre 0 », mais la méthode de traitement des données ne permet pas de résoudre précisément les raies d'émission du titane. Pour affiner l'analyse, deux méthodes ont été mises au point par Bruno Villette afin de restituer la loi de puissance rayonnée dans la bande d'énergie 4 – 6 keV. Ces deux méthodes sont :

- une méthode de « croissance de raies »,
- une méthode itérative.

6.5.1 Traitement par méthode de croissance de raies

Le traitement de cette méthode consiste à faire croître successivement les différentes raies, à chaque instant t (le pas en temps), de telle façon à restituer au mieux les signaux mesurés $U_i(t)$ des 3 voies de mesure concernées (voies avec filtres de titane, de vanadium

et de manganèse de 20 µm d'épaisseur chacun).

Paramètres de calcul			
Raie 1	**Raie 2**	**Raies 3 et 4**	**Largeur de raie**
He_α : 4740 eV	-	-	Raie 1 : 25 eV
He_α : 4740 eV	H_α : 4985 eV	-	Raie 2 : 25 eV
He_α : 4740 eV	H_α : 4985 eV	He_β : 5590 eV H_β : 5950 eV	Raie 3 : 20 eV Raie 4 : 35 eV Rapport ¾ : 2

TABLE *6.5 – Paramètres de calcul pour le traitement par méthode de croissance de raies.*

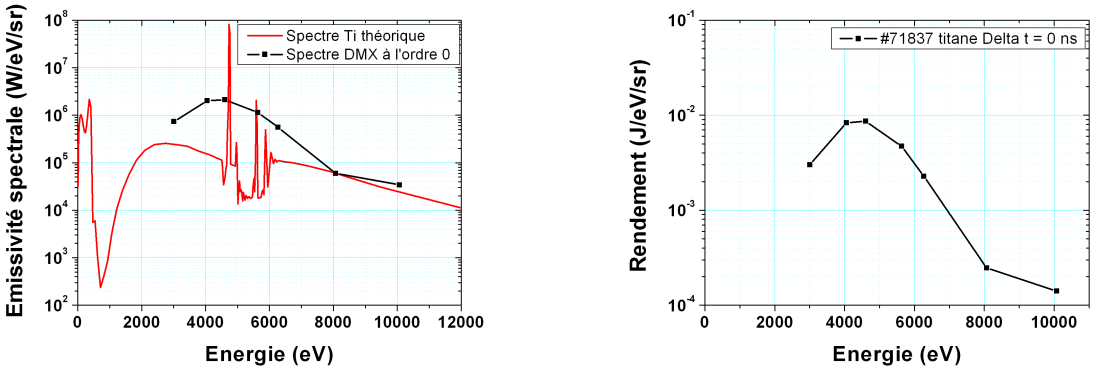
L'analyse se déroule en trois étapes :
- le spectre initial est calculé à partir d'un traitement itératif classique,
- à partir du spectre obtenu on détermine le fond continu sans les raies par interpolation logarithmique,
- du spectre ainsi obtenu, on ajoute successivement les raies, d'abord la raie 1, puis la raie 2 et enfin le doublet raies 3-4. Les raies sont positionnées aux énergies théoriques et calculées suivant un profil gaussien de largeur à mi-hauteur fixe (tableau 6.5). On fera alors varier l'amplitude de ces raies afin de restituer au mieux les signaux mesurés. Le rapport du doublet est fixé (ici = 2, ce qui veut dire que l'amplitude de la raie 3 sera toujours 2 fois plus élevée que la raie 4).

La figure 166 présente la comparaison entre le spectre DMX calculé (par convolution des données théoriques de simulation avec les FT des voies de mesure) et le spectre restitué « à l'ordre 0 » à partir des mesures expérimentales.

Il n'y a pas de mesures exploitables entre 0 et 3 keV d'où le fait que les spectres calculé et mesuré soient tronqués à basses énergies. Cependant, on remarque que la forme du spectre mesuré est en accord avec celle du spectre calculé. La figure 167 présente le spectre sans raies avec le fond continu obtenu par interpolation logarithmique.

A chaque pas en temps, la raie 1 est traitée en premier, puis la raie 2 et enfin les raies 3 et 4 regroupées en doublet avec un rapport constant de 2. L'amplitude de la raie 1 est établie de telle sorte que l'ensemble « fond continu + raie 1 » restitue le signal de la voie 14 (Ti 20 µm) (figure 168a). Puis la même chose avec cette fois l'ensemble « fond continu + raie 1 + raie 2 », afin de restituer le signal de la voie 15 (V 20 µm) (figure 168b). Enfin, on finit avec l'ensemble « fond continu + raie 1 + raie 2 + raies 3 et 4 », afin de restituer le signal de la voie 16 (Mn 20 µm) (figure 168c)

Le traitement par croissance de raies aboutit au spectre final de titane avec raies



(a) (b)

FIGURE *166 – Comparaison entre (a) les prévisions de mesure (en rouge : spectre théorique de titane en face arrière ; en noir : le spectre DMX calculé) et (b) le spectre expérimental « à l'ordre 0 ».*

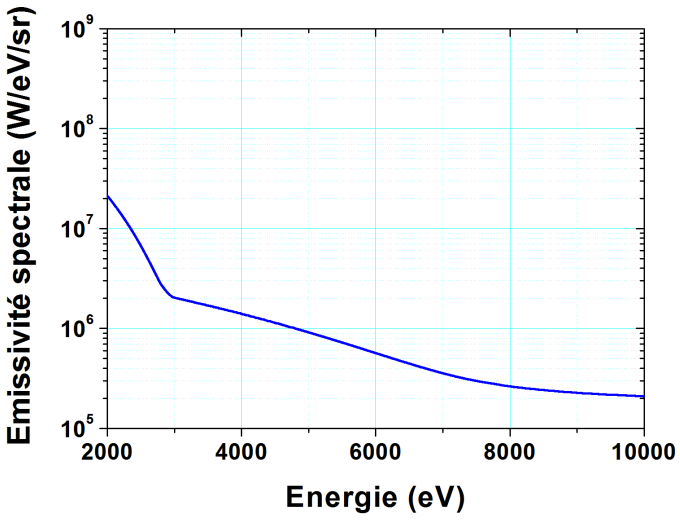
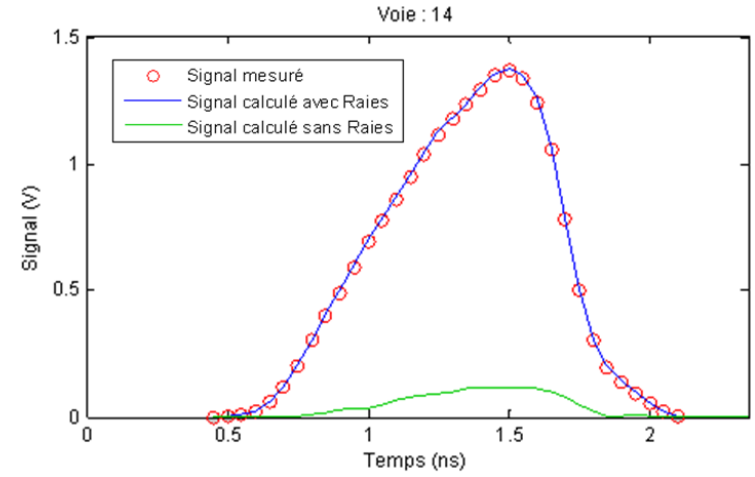
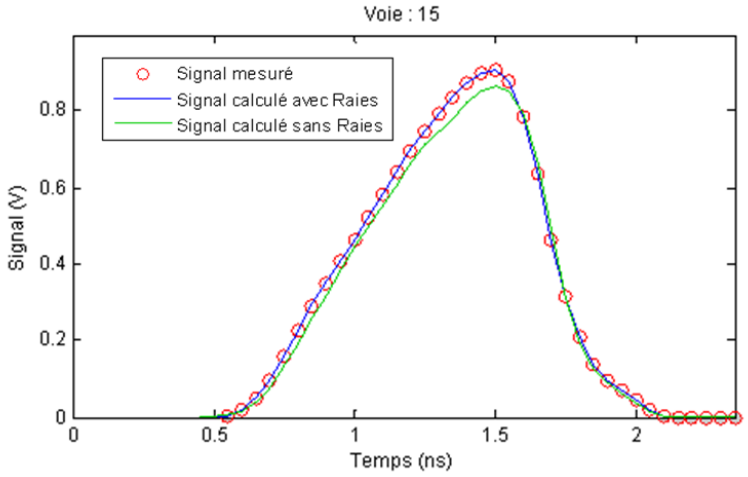


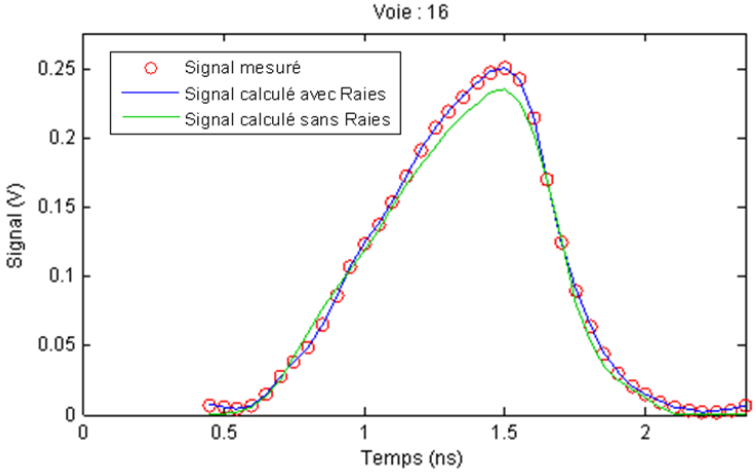
FIGURE *167 – Spectre initial de titane sans les raies avec fond continu (à t = 1,57 ns, qui correspond au maximum d'émission spectrale), obtenu par interpolation logarithmique.*



(a)



(b)



(c)

FIGURE *168 – Résultats des signaux mesurés (cercles rouges), calculés avec (lignes bleues) et sans raies (lignes vertes) pour (a) la voie 14, (b) la voie 15 et (c) la voie 16.*

$P(E,t)_{raies}$, présenté sur la figure 169.

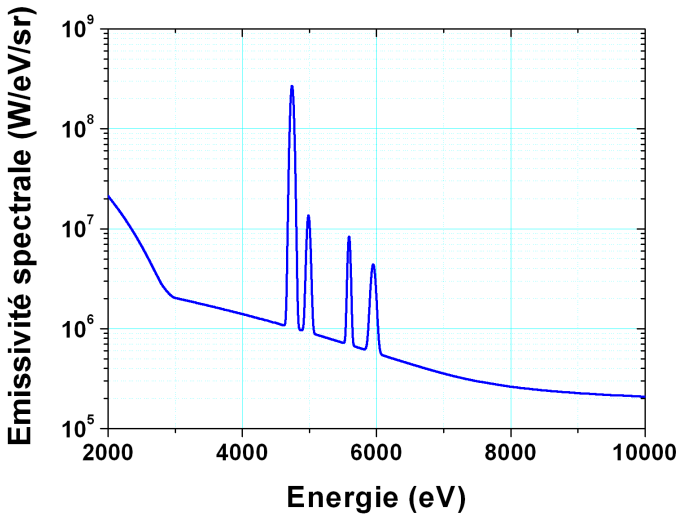


FIGURE *169 – Spectre final de titane avec les raies sur fond continu (à t = 1,57 ns, qui correspond au maximum d'émission spectrale).*

Pour obtenir la mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV, il suffit de calculer $P_{4-6keV}(t)$ telle que :

$$P_{4-6keV}(t) = \int_{4\ keV}^{6\ keV} P(E,t)_{raies}.dE \tag{6.26}$$

La loi de puissance obtenue est présentée sur la figure 170. L'incertitude sur ce résultat dépend de l'incertitude sur la métrologie des différents composants qui amène à une incertitude sur l'émissivité spectrale, restituée dans chaque bande de mesure, estimée à ± 17 %. Il faut ajouter à cela l'incertitude sur la reconstruction du spectre de raies que l'on peut estimer à ± 10 %. Si l'on utilise à nouveau une loi de propagation quadratique, cela nous donne une incertitude globale sur la puissance rayonnée de ± 20 % (barres d'erreurs de la figure 170).

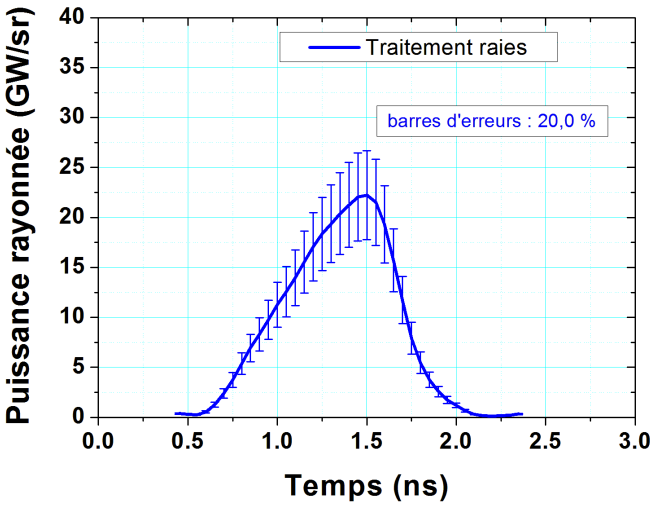


FIGURE *170 – Loi de puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV à partir de la méthode de croissance de raies.*

6.5.2 Traitement par méthode itérative

Cette méthode nécessite comme donnée d'entrée soit un spectre détaillé, soit un spectre théorique issu de simulation. Dans notre cas, on utilisera le spectre théorique $P(E,t)_{th}$ fourni par L. Jacquet (CEA). Le traitement consiste à déformer le spectre donné par itérations successives, pour chaque pas en temps, de telle façon à restituer l'ensemble des données expérimentales. Ainsi, on calcule les tensions $U_i^0(t)$:

$$U_i^0(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P(E,t)_{th}.FT_i(E).dE \tag{6.27}$$

avec :

- Ω_i, l'angle solide de détection pour la voie de mesure i (en sr),
- FT_i, la fonction de transfert de la voie de mesure i (en A/W),
- $P(E,t)_{th}$, le spectre théorique fourni (en W/eV/sr).

Ensuite, on calcule la correction $C_i^0(t)$ à effectuer entre le signal mesuré $U_i(t)_{mesure}$ et le signal calculé $U_i^0(t)$:

$$C_i^0(t) = \frac{U_i(t)_{mesure} - U_i^0(t)}{U_i(t)_{mesure}} \tag{6.28}$$

La fonction de correction $FC(E,t)$ est définie comme suit :

$$FC(E,t) = interpolation(C_i^0(t), E) \tag{6.29}$$

On calcule alors l'émissivité spectrale corrigée $P^1(E,t)$:

$$P^1(E,t) = P(E,t)_{th} \times FC(E,t) \tag{6.30}$$

Ainsi, le nouveau signal estimé à partir de $P^1(E,t)$ est :

$$U_i^1(t) = R.\Omega_i.\int_0^\infty P^1(E,t).FT_i(E).dE \tag{6.31}$$

On calcule à nouveau la correction $C_i^1(t)$:

$$C_i^1(t) = \frac{U_i(t)_{mesure} - U_i^1(t)}{U_i(t)_{mesure}} \tag{6.32}$$

Si $C_i^1(t) <$ critère d'arrêt alors on considère $P^1(E,t)$ comme étant une bonne estimation du spectre d'émission du plasma. Sinon, on continue le calcul comme précédemment. Le critère d'arrêt est soit un nombre donné d'itérations fixé au départ, soit l'erreur maximale autorisée de reconstruction des données expérimentales.
Le spectre de titane théorique $P(E,t)_{th}$ qui sert de base de calcul et le spectre final après itération $P(E,t)_{iteration}$ sont présentés sur la figure 171.

Pour obtenir la mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV, il suffit de calculer $P_{4-6keV}(t)$ telle que :

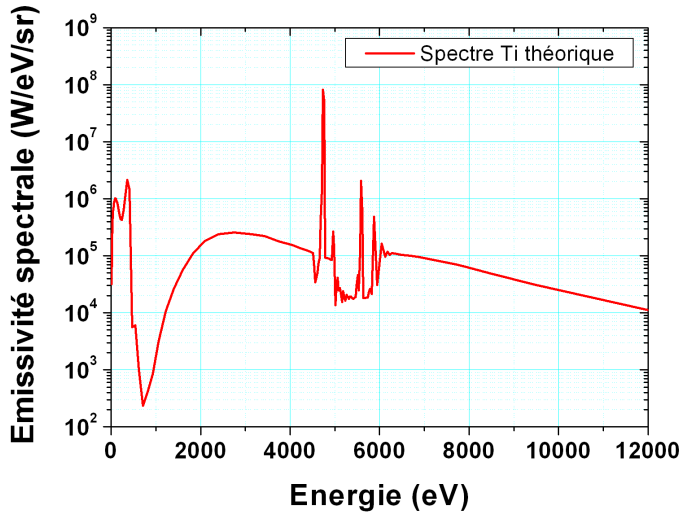
$$P_{4-6keV}(t) = \int_{4\ keV}^{6\ keV} P(E,t)_{iteration}.dE \tag{6.33}$$

La loi de puissance obtenue est présentée sur la figure 172. À nouveau, l'incertitude globale sur la puissance rayonnée est estimée à ± 20 % (barres d'erreurs de la figure 172).

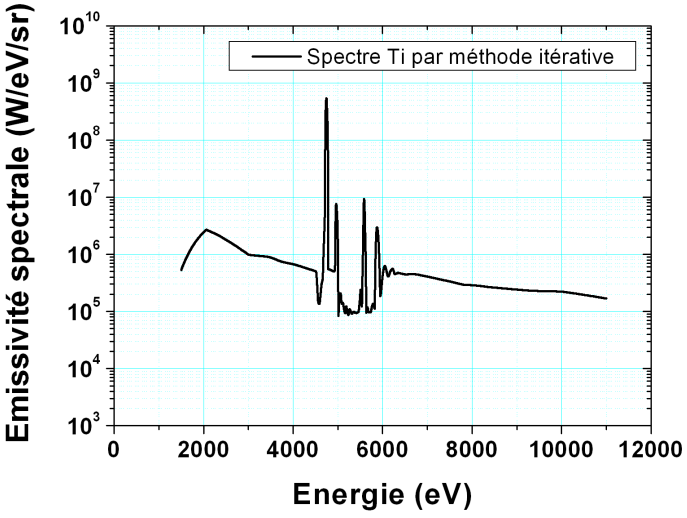
6.5.3 Comparaison de la puissance mesurée avec les 3 méthodes

Après avoir estimé la mesure de la puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV suivant les trois méthodes décrites précédemment, on peut donc comparer les résultats obtenus. Sur la figure 173 est représentée la loi de puissance rayonnée avec la voie miroir (ligne bleue), par la méthode de croissance de raies (ligne rouge) et par la méthode itérative (ligne verte). On s'aperçoit que les puissances rayonnées obtenues suivant les deux méthodes (raies et itérative) sont quasiment confondues. La puissance rayonnée en utilisant la voie miroir est comprise dans les barres d'incertitudes des deux autres méthodes et la différence maximale est inférieure à 10 %.

Ces résultats permettent de valider la nouvelle voie miroir à réponse plate de la gamme spectrale 4 – 6 keV. Ce type de voie de mesure permet un calcul plus direct de la loi de puissance 4 – 6 keV et ne nécessite qu'une seule voie de mesure. À terme, cette voie pourra



(a)



(b)

FIGURE *171 – Spectres de titane de la méthode itérative : (a) spectre théorique de simulation de départ et (b) spectre final obtenu par la méthode itérative.*

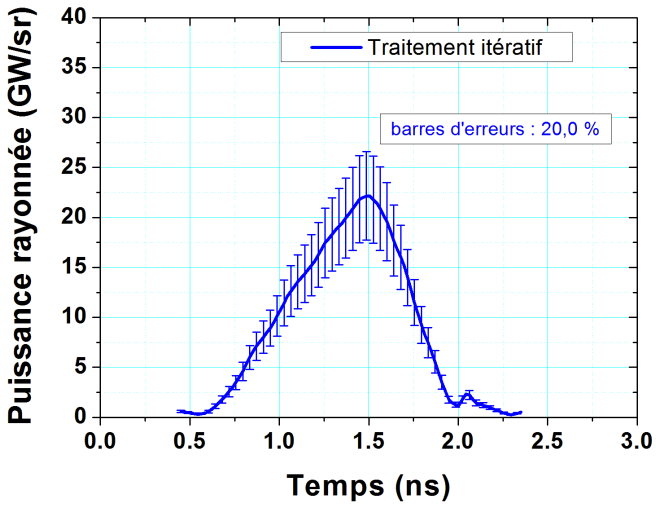


FIGURE *172 – Loi de puissance rayonnée dans la bande spectrale 4 – 6 keV à partir de la méthode itérative.*

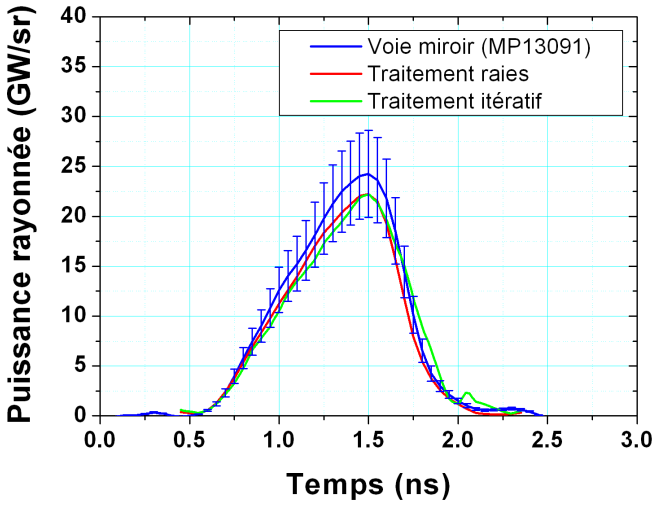


FIGURE *173 – Emission X multi-keV pour Ti restituée à partir des voies de mesure large bande de DMX : la voie miroir (ligne bleue), par la méthode de croissance de raies (ligne rouge) et par la méthode itérative (ligne verte).*

se substituer aux 3 voies utilisées pour obtenir le même type de mesure et ainsi libérer des voies de mesure pour échantillonner plus précisément d'autres bandes spectrales.

Pour conclure sur l'ensemble des mesures présentées dans ce chapitre, nous pouvons dire que ces premières expériences ont permis de valider l'utilisation des miroirs multicouches apériodiques dans les voies de mesure du spectromètre DMX. Les mesures obtenues avec les voies de mesure miroir et titane sont, dans la plupart des cas, en bon accord.

Chapitre 7

Conclusion

Les miroirs multicouches non-périodiques (appelés aussi « apériodiques »), c'est-à-dire composés de couches d'épaisseurs différentes, permettent d'élargir la bande spectrale de travail en comparaison des miroirs multicouches périodiques. Dans le cadre de cette thèse, nous souhaitions développer des voies de mesure complémentaires aux voies de mesure utilisées dans un spectromètre X large bande étalonné en absolu et résolu en temps, appelé Diagnostic de Mesure du rayonnement X (DMX). L'idée était d'avoir une redondance voire d'améliorer la précision de la mesure de la puissance rayonnée par un plasma créé par laser, en utilisant des voies de mesure avec miroir multicouche apériodique. La mesure de la puissance est obtenue par les différentes voies de mesure du spectromètre DMX.

Notre première étude a été consacrée au développement d'une voie de mesure complémentaire à la voie utilisée (voie titane 4 µm) dans la gamme spectrale 2 – 4 keV. La nouvelle voie de mesure devait posséder une réponse spectrale plate dans le domaine de travail (2 – 4 keV) et être nulle ailleurs. Elle est composée d'un filtre de mylar de 33 µm (épaisseur théorique afin d'obtenir la transmission souhaitée), d'un détecteur coaxial et d'un miroir multicouche apériodique. Le choix des matériaux chrome (Cr) et scandium (Sc), ainsi que la réalisation d'un premier miroir multicouche apériodique, ont été effectués antérieurement à mon début de thèse. Ce miroir fonctionnait à un angle de rasance $\theta = 1{,}5°$. Mon travail a été de développer et caractériser un nouveau miroir multicouche apériodique fonctionnant à un nouvel angle de travail mieux approprié, $\theta = 1{,}9°$. Ce nouvel angle permet de repousser la réflexion totale à 1,5 keV au lieu de 1,8 keV. L'intérêt est de supprimer un signal parasite présent à basse énergie sur la réponse de la voie de mesure. Cela a nécessité des nouvelles spécifications. Afin d'atteindre les objectifs de départ, les spécifications sur le pouvoir réflecteur ont été revues à la baisse, à savoir un profil de réflectivité particulier et large bande (bande passante 2 – 4 keV). Le miroir final est composé de 115 couches en Cr/Sc d'épaisseurs variant entre 0,60 et 7,30 nm et

d'une couche de protection en silice en surface d'épaisseur 3 nm.

Afin de déposer avec le maximum de précision le revêtement du miroir apériodique, nous avons présenté une méthode originale pour caractériser les couches nanométriques et subnanométriques. Cette méthode consiste à insérer la couche fine à étalonner entre deux multicouches périodiques. Nous avons appelé ces structures : multicouches de type « Fabry-Pérot ». Nous avons optimisé par simulation ce type de structures. Ces simulations ont montré que les spectres de réflectivité sont plus sensibles à une variation d'épaisseur subnanométrique avec de telles structures qu'avec les revêtements multicouches standards. Une multicouche périodique en Cr/Sc et quatre multicouches de type « Fabry-Pérot » (deux pour étalonner le Cr et deux autres pour étalonner le Sc) ont été déposées par pulvérisation cathodique magnétron. Ces échantillons ont été caractérisés à 8,048 keV, avec le goniomètre à rayons X rasants (GRX) du Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique, dans le but de fournir une démonstration expérimentale de la méthode d'étalonnage. Les effets d'interface ont été pris en compte par l'analyse de la multicouche périodique. Une précision d'environ $\pm$ 0,1 nm a été obtenue sur les épaisseurs fines de Sc et Cr par l'ajustement des spectres de réflectivités des miroirs Fabry-Pérot. Ces résultats furent confirmés par des mesures à 3 keV sur synchrotron. La méthode d'étalonnage permet un meilleur contrôle des couches d'épaisseurs nanométriques et subnanométriques. Cela peut s'avérer également très utile pour le développement de revêtements multicouches périodiques et apériodiques pour d'autres applications dans le domaine des rayons X. On peut s'attendre à obtenir une amélioration de la réflectivité dans le domaine des rayons X durs. Cette méthode n'étant pas spécifique à l'étalonnage des couches nanométriques en Cr et Sc, elle peut aussi être utilisée avec d'autres matériaux.

Suite à l'étalonnage, le revêtement a été déposé sur un substrat de silice superpoli dont les dimensions sont $80 \times 25 \times 10$ mm^3. La réflectivité du miroir a été mesurée en énergie à l'angle de travail $\theta = 1{,}9°$ entre 1,75 keV et 10 keV sur synchrotron. Le résultat est plutôt satisfaisant puisque, dans la bande passante, on respecte bien le profil de la réflectivité calculé du revêtement, même s'il y a des oscillations entre 3,3 keV et 4,0 keV. La réponse totale de la voie de mesure est encore plus satisfaisante puisque la bosse parasite, présente précédemment aux basses énergies, a disparu.

Nous avons ensuite développé, suivant le même principe que pour la gamme spectrale 2 – 4 keV, une nouvelle voie de mesure miroir pour la gamme spectrale 4 – 6 keV. Cette nouvelle voie de mesure est composée d'un filtre de fer de 10 µm, d'un détecteur coaxial et d'un miroir multicouche apériodique. Nous avons défini les matériaux à utiliser pour le revêtement du miroir par le calcul des coefficients de Fresnel en éliminant les matériaux présentant au moins un seuil d'absorption dans la bande utile 4 – 6 keV. Nous avons ainsi opté pour le couple nickel (Ni) / carbure de silicium (SiC) et avons développé des miroirs multicouches périodiques en Ni/SiC. La caractérisation des miroirs sur GRX à 8,048 keV

et des mesures de réflectométrie à 3 keV et 5 keV sur synchrotron ont mis en évidence une interdiffusion significative entre les couches des matériaux Ni et SiC. En outre, nous avons démontré que les mesures de réflectivité peuvent être ajustées en utilisant un modèle simple du type Ni_5Si_2. Suite à cela, nous avons développé un miroir multicouche apériodique en utilisant le modèle présenté. Il était composé de 80 couches avec des épaisseurs comprises entre 2,00 et 4,15 nm. Ce miroir a été conçu pour être utilisé à un angle de rasance $\theta = 1{,}3°$. Un mauvais accord entre la réflectivité mesurée et celle calculée selon la formule de l'empilement nous a poussé à étudier d'autres empilements en Ni/SiC en ajoutant des couches de tungstène (W) de 0,6 nm d'épaisseur à chaque interface. Les résultats de caractérisation ont montré que ces couches de W réduisent significativement l'interdiffusion entre le Ni et le SiC et permettent d'atteindre une meilleure précision sur les épaisseurs des couches. Suite à cette nouvelle étude, nous avons alors optimisé une nouvelle formule de revêtement apériodique en Ni/W/SiC/W pour un angle de rasance toujours égal à 1,3°. Cet empilement est constitué de 82 couches de Ni/W/SiC/W (couches de W de 0,6 nm incluses) d'épaisseurs variant entre 1,20 nm et 5,38 nm et d'une couche de SiC optimisée à 6,78 nm d'épaisseur en surface. Cet empilement a été déposé sur un échantillon témoin de silice de 25,4 mm de diamètre et 5 mm d'épaisseur. La mesure de réflectivité en énergie s'est avérée être en très bon accord avec la réflectivité calculée de la formule optimisée. Cela démontre qu'en ajoutant des couches barrières en W, nous avons atteint une très bonne précision sur les épaisseurs des couches. Le revêtement a ensuite été déposé sur un substrat de silice superpoli dont les dimensions sont $90 \times 25 \times 10$ mm^3. La réflectivité du miroir a été mesurée sur synchrotron en fonction de l'énergie à son angle de travail, le résultat étant très proche du miroir témoin.

Les deux miroirs multicouches apériodiques présentés dans ce manuscrit ont été insérés dans les deux voies de mesure du spectromètre DMX qui leurs étaient dédiées. Ils ont été utilisés durant des campagnes d'expérience laser-plasma sur l'installation laser OMEGA à Rochester (États-Unis). Les deux nouvelles voies de mesure ont permis de mesurer la puissance rayonnée dans les deux bandes spectrales 2 – 4 keV (étude de plasmas d'or) et 4 – 6 keV (étude de plasmas de titane). Concernant la bande 2 – 4 keV, la voie de mesure utilisant le miroir multicouche apériodique nous a permis de diminuer considérablement la prise en compte de l'énergie hors de la bande passante. On passe de 65,7 % à 93,9 % de signal utile mesuré dans la zone de travail, soit un accroissement de 28,2 %, soit encore une division par un facteur 5,6 du signal parasite. De plus, avec ce type de voie de mesure, la détermination de la puissance rayonnée dans la bande 2 – 4 keV est directe. Concernant la bande 4 – 6 keV, la loi de puissance rayonnée dans cette bande d'énergie déterminée avec la voie de mesure miroir est en bon accord avec celle obtenue avec les trois voies de mesure habituelles sans miroir. L'intérêt d'une telle voie est encore plus sensible à nos yeux puisque qu'avec ce type de voie de mesure, à nouveau la détermination de la loi de

puissance 4 – 6 keV est directe mais surtout cela ne nécessite qu'une seule voie de mesure au lieu de trois.

Pour conclure, l'utilisation des miroirs multicouches apériodiques dans les voies de mesure du spectromètre DMX a apporté un gain de temps en terme de calcul et de dépouillement des fichiers de mesure des différentes campagnes d'expérience. Les résultats, quasiment équivalents avec les voies de mesure classiques, permettent de valider leur utilisation pour les déterminations des lois de puissance. Il y a aussi un réel intérêt à appliquer ce type de voie de mesure pour d'autres gammes d'énergie : 50 eV – 2 keV ou encore 6 – 8 keV. D'ailleurs, il pourrait être intéressant de regarder la réflectivité du miroir, utilisé pour la bande spectrale 4 – 6 keV, à un angle plus rasant afin de regarder s'il ne peut pas être utilisé pour la gamme d'énergie 6 – 8 keV. En effet, cela serait très intéressant pour regarder la puissance rayonnée dans le cas d'un plasma de vanadium.

Ce travail de thèse a montré la possibilité de réaliser des voies de mesure avec des fonctions de transfert modulables : par exemple bornées spectralement et constantes. Cette idée pourrait être appliquée aux diagnostics imageurs X en général. Par exemple, avec des sources de radiographie de plasmas, il peut être intéressant de sélectionner précisément la bande spectrale ΔE qui est typiquement comprise entre 100 eV et 500 eV à des énergies de photons E centrées entre 1 keV et 10 keV (sources de type : Ti, V, Fe, Ni, Cu ou encore Zn). Il peut donc y avoir un intérêt à utiliser des miroirs non classiques du type multicouches apériodiques. Le fait de pouvoir borner la fonction de transfert améliore le contraste de l'image et le fait de l'avoir constante simplifie les calculs (évite des calculs de type déconvolution).

Annexes

7.1 Détermination des incertitudes de mesure du pouvoir réflecteur

La norme utilisée ici est la norme AFNOR, NF ENV 13005 d'août 1999 [132], qui est un guide pour l'expression des incertitudes des mesures. Citons aussi la norme NF X07-001 de décembre 1994, qui définit le vocabulaire à employer.
Vocabulaire :

- R : mesurande, grandeur à mesurer.
- r : mesure de la grandeur R.
- $u(R)$: incertitude type.
- $u_c(R)$: incertitude type composée.
- $U(R)$: incertitude élargie.
- $\frac{U(R)}{r}$: incertitude relative.

L'opérateur doit chercher et évaluer les sources d'erreurs. Pour rappel, la réflectivité est donnée par le rapport :

$$R = \frac{i_{d1} - i_b}{i_{d0} - i_b} \tag{7.1}$$

avec :

- i_{d1} : intensité mesurée par la diode, du faisceau réfléchi par le miroir ;
- i_{d0} : intensité mesurée par la diode, du faisceau direct ;
- i_b : intensité mesurée par la diode, du bruit de fond.

En prenant une composition quadratique des incertitudes, on a :

$$\Delta(i_{d1} - i_b) = \sqrt{\Delta(i_{d1})^2 + \Delta(i_b)^2} \tag{7.2}$$

de même :

$$\Delta(i_{d0} - i_b) = \sqrt{\Delta(i_{d0})^2 + \Delta(i_b)^2} \tag{7.3}$$

Les incertitudes $\Delta(i_{d1})$, $\Delta(i_{d0})$ et $\Delta(i_b)$ sur les mesures de courant sont fournies par le constructeur KEITHLEY, dans la fiche de spécifications SPEC-6517B Rev.A [133]. Elles sont différentes suivant le calibre utilisé par l'électromètre, qui fonctionne en mode auto-range. En toute rigueur, le courant dépend aussi d'autres paramètres comme les incertitudes :

- sur l'angle d'incidence et la position verticale (Tz) du miroir (déterminée lors de la phase d'alignement du miroir),
- sur la stabilité et la reproductibilité du faisceau.

1. Incertitude en angle :
   Pour déterminer cette incertitude, on fixe le détecteur à 2θ et on cherche l'angle correspondant au centre du balayage ; cet angle est θ. Ce réglage est nécessaire avant toute mesure et il est présenté dans le journal de bord des expériences réalisées sur synchrotron. On apprécie la position de θ à 0,005° près, ce qui correspond à un pas de balayage de nos mesures (mais ce n'est qu'un hasard, il n'y a pas de correspondance entre le pas et cette incertitude). Cependant, cette incertitude reste fixe tout au long de la mesure, c'est-à-dire que s'il y a une erreur de 0,005° sur l'angle, elle correspondra à un décalage sur le spectre observé (par exemple le 0 sera à - 0,005° ou 0,005°).
2. Incertitude sur la position en Tz :
   On estime que l'erreur maximale possible en Tz est de l'ordre de ± 25 µm. Dans ce cas, à un angle donné, le faisceau n'éclaire pas le miroir au même endroit. Il y a alors un décalage d en longueur tel que $d = \frac{0,025}{sin(\theta)}$ (figure 174). Nous avons choisi $\theta = 1°$, angle le plus pessimiste et pénalisant pour notre étude, car si θ est petit l'incertitude augmente. D'où :

$$d = \frac{0,025}{sin(1°)} = 1,43\ mm \tag{7.4}$$

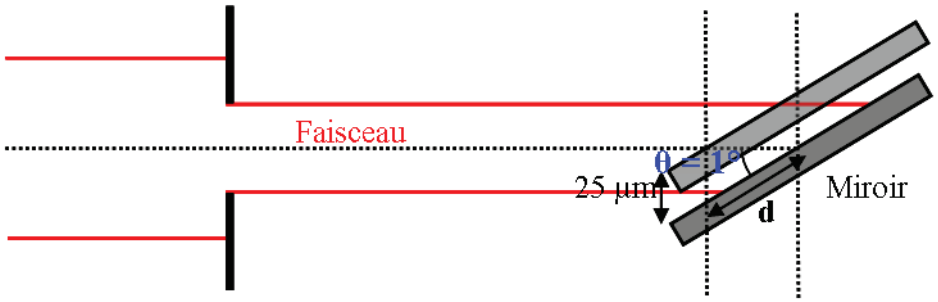


FIGURE *174 – Détermination du décalage d sur le miroir.*

Ensuite, nous avons scanné le miroir sur sa longueur (correspondant à TS1) en mesurant l'intensité réfléchie par le miroir. Cela nous a permis d'estimer l'incertitude due à un déplacement de ± 1,43 mm. On a au final $\frac{\Delta(i_{d1})}{i_{d1}} = \frac{0,5.10^{-9}}{12.10^{-9}} = 4{,}2\ \%$, c'est-à-dire ± 4,2 % de la valeur mesurée i_{d1}.
Comme nous l'avons précédemment dit, l'incertitude sur l'électromètre KEITHLEY n'est pas la même suivant sa gamme d'utilisation. Cependant, on peut maximiser son erreur en prenant l'incertitude maximum, qui est selon sa fiche de spécification [133] de l'ordre de 1 %.

3. Incertitude sur la stabilité et la reproductibilité du faisceau :
   Il est nécessaire de séparer cette incertitude en deux parties. En effet, il y a à la fois une incertitude due à la décroissance naturelle du faisceau dans l'anneau (système « Top-up » avec réinjection dans l'anneau dès qu'il y a une perte de 1 mA du courant à 400 mA, donc 1/400 = 0,25 %) et une incertitude sur la reproductibilité des faisceaux directs avant et après chaque série de mesures (1h30). Celle-ci est excellente, l'écart mesuré est en général de l'ordre de 1 %.
   Ainsi, $\Delta(i_{d0}) = \Delta(i_b) = \pm\ 1\%$ de leur valeur mesurée (i_{d0} ou i_b)

Au final, l'incertitude sur l'intensité du faisceau réfléchi est :

$$\frac{\Delta(i_{d1})}{i_{d1}} = \sqrt{(0,010)^2 + (0,010)^2 + (0,042)^2} = \sqrt{0,001964} \Rightarrow \frac{\Delta(i_{d1})}{i_{d1}} = 4,4\ \% \quad (7.5)$$

L'incertitude sur le courant réfléchi mesuré est donc ± 4,4 % de la valeur mesurée i_{d1}.

Le tableau 7.1 présente les différentes incertitudes des intensités.

Incertitude	Valeurs
Δi_{d0}	± 1,0 % de la valeur mesurée i_{d0}
Δi_{d1}	± 4,4% de la valeur mesurée i_{d1}
Δi_b	± 1,0 % de la valeur mesurée i_b

TABLE *7.1 – Incertitudes des intensités mesurées.*

Si l'incertitude est telle que : $\Delta i = \pm\ldots$ alors, sauf indication contraire, on peut supposer que les valeurs de i sont distribuées selon une loi normale (format de distribution de type gaussien) (paragraphe 4.3.4 de la norme AFNOR). Si on peut énoncer qu'« il y a environ deux chances sur trois pour que la valeur i soit située dans l'intervalle compris entre $[i - \Delta i, i + \Delta i]$ », on peut alors prendre raisonnablement $u(i) = \Delta(i)$ (paragraphe 4.3.6).

Selon la norme AFNOR (paragraphe 5.1.6), si R est de la forme $R = c.X_1^{p_1}.X_2^{p_2}...X_N^{p_N}$ et si les exposants p_i sont des nombres connus, positifs ou négatifs, d'incertitudes négli-

geables, la variance composée : $u_c^2(r) = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 . u^2(x_i)$, peut être exprimée sous la forme : $\left[\frac{u_c(r)}{r}\right]^2 = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{p_i . u(x_i)}{x_i}\right]^2$. C'est une forme analogue à l'équation précédente, mais avec la variance composée $u_c^2(r)$ exprimée sous la forme d'une variance composée relative $\left[\frac{u_c(r)}{r}\right]^2$ et avec la variance estimée $u^2(x_i)$ associée à chaque estimation d'entrée exprimée sous la forme d'une variance relative estimée $\left[\frac{u(x_i)}{x_i}\right]^2$.
L'incertitude calculée est donc la racine de la variance composée relative, qui correspond à l'incertitude-type composée relative $\frac{u_c(r)}{|r|}$.
Comme les variables i_{d1} et i_{d0} sont non corrélées :

$$\left[\frac{u_c(r)}{r}\right]^2 = \left[\frac{u(i_{d1} - i_b)}{i_{d1} - i_b}\right]^2 + \left[\frac{u(i_{d0} - i_b)}{i_{d0} - i_b}\right]^2 \tag{7.6}$$

$$\Rightarrow u_c^2(r) = \left[\left(\frac{\Delta(i_{d1} - i_b)}{i_{d1} - i_b}\right)^2 + \left(\frac{\Delta(i_{d0} - i_b)}{i_{d0} - i_b}\right)^2\right] . r^2 \tag{7.7}$$

$$\Rightarrow u_c^2(r) = \left[\frac{\Delta(i_{d1})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d1} - i_b)^2} + \frac{\Delta(i_{d0})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d0} - i_b)^2}\right] . r^2 \tag{7.8}$$

$$\Rightarrow u_c(r) = \sqrt{\frac{\Delta(i_{d1})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d1} - i_b)^2} + \frac{\Delta(i_{d0})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d0} - i_b)^2}} . r \tag{7.9}$$

$$\tag{7.10}$$

Bien que $u_c(r)$ puisse être utilisée dans les calculs, on présente généralement l'incertitude finale sous la forme d'une incertitude élargie $U(R)$. Elle s'obtient en multipliant l'incertitude-type composée $u_c(r)$ par un facteur d'élargissement k (choisi selon le niveau de confiance souhaité) : $U(R) = k . u_c(r)$.

- pour k = 1, le niveau de confiance du résultat est de 68,27 %.
- pour k = 2, le niveau de confiance du résultat est de 95,45 %.
- pour k = 3, le niveau de confiance du résultat est de 99,73 %.

Par convention, dans le milieu scientifique, on choisit souvent k = 2. Donc :

$$U(R) = 2 . r . \sqrt{\frac{\Delta(i_{d1})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d1} - i_b)^2} + \frac{\Delta(i_{d0})^2 + \Delta(i_b)^2}{(i_{d0} - i_b)^2}} \tag{7.11}$$

Pour exemple, voici les incertitudes relatives $\frac{U(R)}{r}$ du miroir A (MP12035) à quelques angles caractéristiques :

- à $\theta = 1°$: $\frac{U(R)}{r}$ = 8,8 %,
- à $\theta = 2°$: $\frac{U(R)}{r}$ = 9,1 %,

- à $\theta = 5°$: $\dfrac{U(R)}{r} = 16{,}5\ \%$,
- à $\theta = 8°$: $\dfrac{U(R)}{r} = 285{,}0\ \%$ (très grand mais la mesure est dans le bruit de fond !).

Pour conclure, il est nécessaire de préciser que l'évaluation de l'incertitude n'est jamais une tâche de routine, elle dépend de la connaissance détaillée de la nature du mesurande et du mesurage. Cette étude met en évidence l'importance de la phase d'alignement du miroir, puisque c'est l'incertitude prépondérante dans nos mesures.

7.2 Méthode statistique appliquée à l'analyse des données de spectrométrie

Cette annexe est extraite des travaux effectués par Bruno Villette (CEA/DIF) sur les calculs d'incertitudes des mesures obtenues avec le spectromètre DMX.

Dans le cas du diagnostic de spectrométrie large bande DMX, la grandeur physique recherchée, $P(E,t)$, résulte de la fusion de plusieurs résultats de mesures élémentaires. Chacune de ces mesures élémentaires est elle-même le résultat de la convolution d'une quantité physique par les différentes fonctions de transfert caractérisant la chaîne de mesure ayant produit le résultat. Dans ce système complexe l'estimation du mesurande global $P(E,t)$ et de son incertitude associée sont difficilement accessibles par des méthodes de calcul analytique. La méthode utilisée étudie le problème suivant une étude statistique qui utilise un algorithme de type Monte-Carlo pour propager les incertitudes.

Tous les composants entrant dans une chaîne de mesure du spectromètre DMX sont caractérisés en laboratoire au moyen de sources X spécifiques et de détecteurs étalons secondaires.

7.2.1 Propagation des incertitudes par simulations de Monte-Carlo

L'estimation de l'incertitude sur l'émissivité spectrale peut être calculée par une méthode statistique de type Monte-Carlo qui se base sur la propagation des incertitudes. Chacune des variables est définie par une loi de distribution normale centrée sur la valeur d'étalonnage, et caractérisée par une largeur à $\pm\ 2\sigma$ égale à l'incertitude sur cet étalonnage. Le système est multivariable et comprend plus de 70 variables à gérer.

Avec la méthode de simulations de Monte-Carlo, on réalise m traitements successifs à partir du même jeu de données expérimentales. À chaque pas, chaque variable (transmission de filtre, réflectivité de miroir, sensibilité de détecteur, coefficient de recalage temporel) est tirée aléatoirement suivant leur loi de distribution respective. Chaque valeur d'une variable n'est accessible qu'une seule fois au cours des m traitements. Cette technique permet de propager l'ensemble des incertitudes tout au long du traitement et ainsi de chiffrer l'incertitude finale sur la mesure de l'émissivité spectrale du plasma et des mesures dérivées comme la loi de puissance rayonnée dans une bande spectrale donnée, ou la loi de température radiative.

Exemple : Estimation de l'incertitude sur la mesure de la loi de puissance dans la gamme spectrale $0 - 2$ keV.

La puissance rayonnée dans la gamme spectrale 0 – 2 keV se calcule comme suit :

$$P_{0-2\ keV}(t) = \int_0^{2\ keV} P(E,t).dE \tag{7.12}$$

Pour reconstruire le spectre $P(E,t)$ (cf. paragraphe 6.2), on mesure la puissance spectrale dans chaque bande ΔE_i telle que :

$$P(\Delta E_i, t) = \frac{U_i(t)}{R.\Omega_i.\int_{\Delta E_i} S_i(E).dE} = \frac{U_i(t)}{R.\Omega_i.Smoy_i} \tag{7.13}$$

On doit donc estimer la sensibilité moyenne $Smoy_i$ d'une voie de mesure i qui se calcule comme suit :

$$Smoy_i = \int_{\Delta E_i} S_i(E).dE \tag{7.14}$$

L'incertitude sur $Smoy$ est la somme quadratique des variances telle que :

$$u(Smoy) = \sqrt{{u_1}^2 + {u_2}^2 + {u_3}^2 + {u_4}^2} \tag{7.15}$$

avec u_i les incertitudes estimées des différents composants.
Les incertitudes types des composants sont présentées ci-dessous :

- incertitude sur la transmission de filtre : ± 5 % à ± 2σ,
- incertitude sur la réflectivité de miroir : ± 5 % à ± 2σ,
- incertitude sur la sensibilité du détecteur : ± 15 % à ± 2σ,

À partir de cela, on peut effectuer le nombre de tirages m, qui est généralement fixé à 2000 tirages. Un exemple de la procédure effectuée est présentée sur la figure 175.

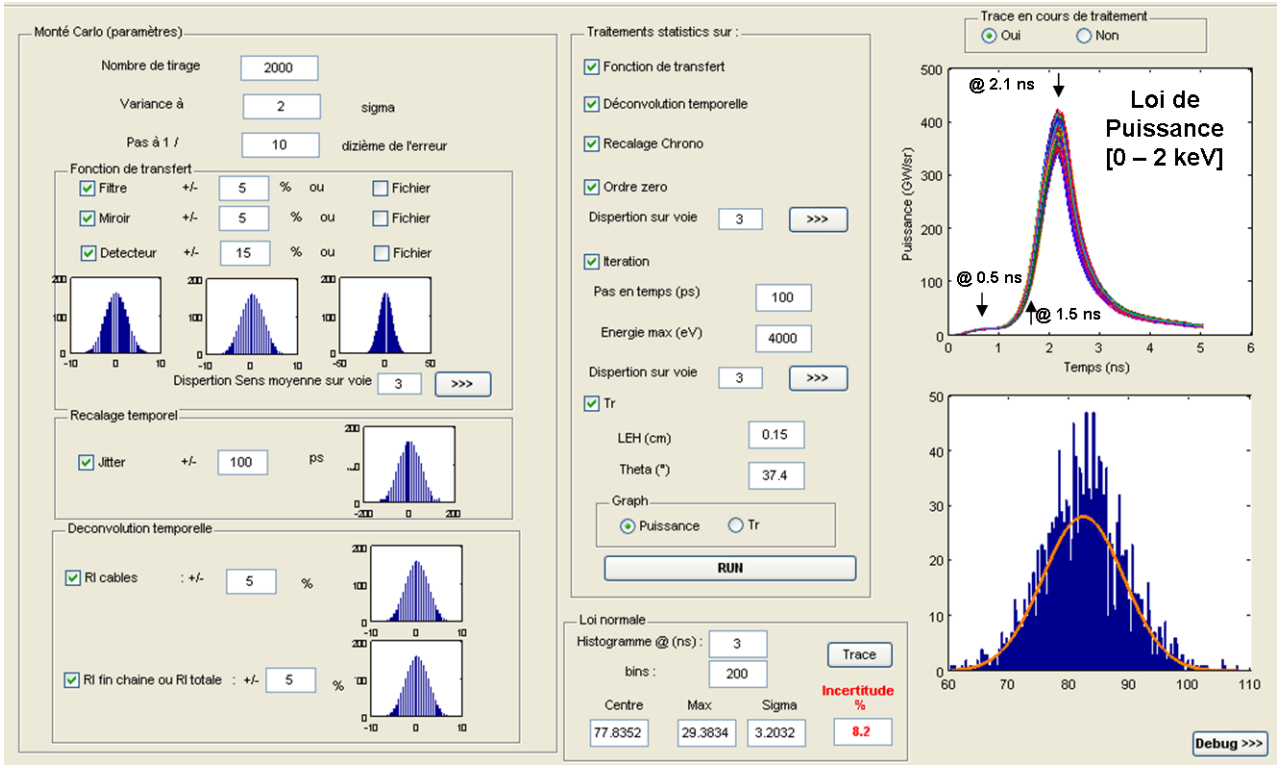


FIGURE *175 – Procédure de propagation des incertitudes par un algorithme de type Monte-Carlo. Ici le nombre de tirages est fixé à* $m = 2000$.

Publications

- **X-ray broadband Ni/SiC multilayers : improvement with W barrier layers**
  B. Emprin, Ph. Troussel, G. Soullié, Ph. Stemmler, P. Mercère, E. Meltchakov, A. Jérôme, F. Delmotte,
  Optics Express, 22, 25853 (2014)

- **Characterization of subnanometric layers by grazing incidence X-ray reflectometry**
  B. Emprin, Ph. Troussel, G. Soullié, Ph. Stemmler, P. Mercère, E. Meltchakov, A. Jérôme, F. Delmotte,
  Thin Solid Films, 556, 54 (2014)

- **Spectral filtering optimization of a measuring channel of an X-ray broadband spectrometer**
  B. Emprin, Ph. Troussel, B. Villette, F. Delmotte,
  Proceeding of SPIE, 8777, 87771B-1 (2013)

- **Absolute radiant power measurement for the Au M lines of laser-plasma using a calibrated broadband soft X-ray spectrometer with flat-spectral response**
  Ph. Troussel, B. Villette, B. Emprin, G. Oudot, V. Tassin, F. Bridou, F. Delmotte, M. Krumrey,
  Review of Scientific Instruments, 85, 013503 (2014)

Bibliographie

[1] B. Diu, C. Guthmann, D. Lederer, and B. Roulet, *Physique Statistique*, HERMANN - Editeurs des Sciences et des Arts, 1996.

[2] J. L. Delcroix, *Physique des plasmas - Tome 1 & 2*, Monographies - Dunod, 1963.

[3] F. Hamann, *Conception de cavités radiatives chauffées par plasmas de striction magnétique en régime 100 ns*, Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2003.

[4] T. R. Boehly, R. S. Craxton, T. H. Hinterman, J. H. Kelly, T. J. Kessler, S. A. Kumpan, S. A. Letzring, R. L. Mccrory, S. F. B. Morse, W. Seka, S. Skupsky, J. M. Soures, and C. P. Verdon, *Review Of Scientific Instruments* **66**, 508 (1995).

[5] D. Babonneau, L. Bonnet, S. Jacquemot, J. Bocher, J. Boutin, J. Jadaud, and B. Villette, *Laser And Particle Beams* **17**, 459 (1999), 25th European Conference on Laser Interaction with Matter (ECLIM 1998), FORMIA, ITALY, 1998.

[6] R. Kauffman, L. Suter, C. Darrow, J. Kilkenny, H. Kornblum, D. Montgomery, D. Phillion, M. Rosen, A. Theissen, R. Wallace, and F. Ze, *Physical Review Letters* **73**, 2320 (1994).

[7] D. R. Kania, H. Kornblum, B. A. Hammel, J. Seely, C. Brown, U. Feldman, G. Glendinning, P. Young, E. Hsieh, M. Hennesian, L. DaSilva, B. J. MacGowan, D. S. Montgomery, C. A. Back, R. Doyas, J. Edwards, and R. W. Lee, *Phys. Rev. A* **46**, 7853 (1992).

[8] D. Juraszek, C. Bayer, M. Bernard, J. Bocher, F. Garaude, and G. Thiell, *Journal Of Applied Physics* **70**, 1980 (1991).

[9] W. C. Röntgen, *Science (New York, N.Y.)* **3**, 227 (1896).

[10] D. T. Attwood, *Soft X-rays and Extreme Ultraviolet Radiation : Principles and Applications*, Cambridge University Press, 2009.

[11] R. D. L. Kronig, *J. Opt. Soc. Am.* **12**, 547 (1926).

[12] H. A. Kramers, *Atti Cong. Intern. Fisica, Como* **2**, 545 (1927).

[13] B. Henke, E. Gullikson, and J. Davis, *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **54**, 181 (1993).

[14] A. J. Fresnel, *Compte rendu de l'Académie des Sciences* (1823).

[15] W. H. Bragg and W. L. Bragg, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A* **88**, 428 (1913).

[16] A. C. Thompson, D. T. Attwood, E. M. Gullikson, M. R. Howells, K.-J. Kim, J. Kirz, I. Kortright, J. B.and Lindau, Y. Liu, P. Pianetta, A. L. Robinson, J. H. Scofield, J. H. Underwood, and G. P. Williams, *X-ray Data Booklet*, Lawrence Berkeley National Laboratory, 2009.

[17] R. Dautray and J. Watteau, *La fusion thermonucléaire inertielle par laser*, CEA, Editions Eyrolles, 1993.

[18] L. Von Hamos, *Zeitschrift für Kristallographie* **101**, 17 (1939).

[19] A. Hauer, J. D. Kilkenny, and O. L. Landen, *Review of Scientific Instruments* **56**, 803 (1985).

[20] B. P. Byrnak, F. E. Christensen, N. J. Westergaard, and H. W. Schnopper, *Appl. Opt.* **24**, 2543 (1985).

[21] B. L. Henke, H. T. Yamada, and T. J. Tanaka, *Review of Scientific Instruments* **54**, 1311 (1983).

[22] A. Poquerusse, *Optics Communications* **58**, 108 (1986).

[23] Y. Cauchois, *J. Phys. Radium* **3**, 320 (1932).

[24] H. Johann, *Zeitschrift für Physik* **69**, 185 (1931).

[25] T. Johansson, *Zeitschrift für Physik* **82**, 507 (1933).

[26] J. P. Le Breton, E. Alozy, J. Y. Boutin, A. Duval, S. Gary, D. Gontier, S. Jasmin, M. Naudy, C. Reverdin, R. Rosch, S. Schmitt, G. Soullie, P. Stemmler, B. Villette, R. Wrobel, S. Hulin, C. Meyer, and P. Romary, *Review of Scientific Instruments* **77**, 10F530 (2006).

[27] C. Reverdin, *LLE Review*, volume 132, chapter X-Ray Crystal Spectrometers, pp. 289 – 291, Laboratory for Laser Energetics, 2012.

[28] R. Marjoribanks, M. Richardson, J. Delettrez, S. Letzring, W. Seka, and D. Villeneuve, *Optics Communications* **44**, 113 (1982).

[29] LLE, *LLE review*, volume 14, chapter Transmission-Grating Streak Spectrograph, pp. 19 – 21, Laboratory for Laser Energetics, 1983.

[30] J. L. Bourgade, P. Combis, M. Louis-Jacquet, J. P. Le Breton, J. de Mascureau, D. Naccache, R. Sauneuf, G. Thiell, C. Keane, B. MacGowan, and D. Matthews, *Review of Scientific Instruments* **59**, 1840 (1988).

[31] J. L. Bourgade, E. Guilly, J. Bruneau, S. Gary, D. Gontier, P. Renaudin, C. Reverdin, G. Thiell, K. Eidmann, and G. Winhart, *Review of Scientific Instruments* **68**, 1064 (1997).

[32] D. Babonneau, D. Billon, J. Bocher, G. Di Bona, X. Fortin, and G. Thiell, *Laser Interaction and Related Plasma Phenomena* **6**, 817 (1984).

[33] J. Lambert, *Sumptibus Vidae Eberhardi Klett* (1760).

[34] A. Beer, *Ann. Phys. Chem.* **163**, 78 (1852).

[35] D. L. Windt, *Computers In Physics* **12**, 360 (1998).

[36] P. A. Ross, *J. Opt. Soc. Am.* **16**, 433 (1928).

[37] J. Hubbell, P. Trehan, N. Singh, B. Chand, D. Mehta, M. Garg, R. Garg, S. Singh, and S. Puri, *Journal Of Physical And Chemical Reference Data* **23**, 339 (1994).

[38] M. O. Krause and J. H. Oliver, *Journal of Physical and Chemical Reference Data* **8**, 329 (1979).

[39] M. O. Krause, *Journal of Physical and Chemical Reference Data* **8**, 307 (1979).

[40] J. L. Miquel, J. L. Bourgade, D. Schirmann, J. Veaux, J. P. Gex, C. Cavailler, J. de Mascureau, V. Frotté, and R. Trochet, *Review of Scientific Instruments* **63**, 5097 (1992).

[41] P. Dhez, *Techniques de l'ingénieur* (1996).

[42] H. Koeppe, *Dissertation Giessen* (1923).

[43] W. Deubner, *Annalen der Physik* **397**, 261 (1930).

[44] J. W. M. DuMond and J. P. Youtz, *Phys. Rev.* **48**, 703 (1935).

[45] J. DuMond and J. P. Youtz, *Journal of Applied Physics* **11**, 357 (1940).

[46] F. Abelès, *Annales De Physique* **3**, 504 (1948).

[47] F. Abelès, *Ann. Phys.* **5**, 604 (1950).

[48] A. F. Turner, *J. Phys. Radium* **11**, 444 (1950).

[49] J. B. Dinklage, *Journal of Applied Physics* **38**, 3781 (1967).

[50] A. F. Turner and P. W. Baumeister, *Appl. Opt.* **5**, 69 (1966).

[51] E. Spiller, *Applied Physics Letters* **20**, 365 (1972).

[52] E. Spiller, *Appl. Opt.* **15**, 2333 (1976).

[53] A. V. Vinogradov and B. Y. Zeldovich, *Appl. Opt.* **16**, 89 (1977).

[54] J. Kirz and H. Rarback, *Review Of Scientific Instruments* **56**, 1 (1985).

[55] J. H. Underwood, T. W. Barbee, and C. Frieber, *Applied Optics* **25**, 1730 (1986).

[56] C. Reverdin, J. L. Bourgade, J. Bruneau, M. Charret, D. Desenne, A. Dulieu, H. Dumont, M. Louis-Jacquet, R. Sauneuf, D. Schirmann, and P. Troussel, *Review of Scientific Instruments* **63**, 5112 (1992).

[57] L. B. Da Silva, R. C. Cauble, G. Frieders, J. A. Koch, B. J. MacGowan, D. L. Matthews, S. Mrowka, D. B. Ress, J. E. Trebes, and T. L. Weiland, *Proc. SPIE* **2012**, 158 (1994).

[58] J. H. Underwood, M. E. Bruner, B. M. Haisch, W. A. Brown, and L. W. Acton, *Science* **238**, 61 (1987).

[59] J. H. Underwood and T. W. Barbee, *Applied Optics* **20**, 3027 (1981).

[60] T. W. Barbee, S. Mrowka, and M. C. Hettrick, *Applied optics* **24**, 883 (1985).

[61] F. Mezei, *Communications On Physics* **1**, 81 (1976).

[62] T. Ebisawa, N. Achiwa, S. Yamada, T. Akiyoshi, and S. Okamoto, *Journal Of Nuclear Science And Technology* **16**, 647 (1979).

[63] A. Erko, F. Schäfers, B. Vidal, A. Yakshin, U. Pietsch, and W. Mahler, *Review Of Scientific Instruments* **66**, 4845 (1995).

[64] K. Yamashita, P. J. Serlemitsos, J. Tueller, S. D. Barthelmy, L. M. Bartlett, K. W. Chan, A. Furuzawa, N. Gehrels, K. Haga, H. Kunieda, P. Kurczynski, G. Lodha, N. Nakajo, N. Nakamura, Y. Namba, Y. Ogasaka, T. Okajima, D. Palmer, A. Parsons, Y. Soong, S. M. Stahl, H. Takata, K. Tamura, Y. Tawara, and B. J. Teegarden, *Applied Optics* **37**, 8067 (1998).

[65] P. Hoghoj, E. Ziegler, J. Susini, A. K. Freund, K. D. Joensen, P. Gorenstein, and J. L. Wood, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms* **132**, 528 (1997).

[66] D. L. Windt, F. E. Christensen, W. W. Craig, C. Hailey, F. A. Harrison, M. Jimenez-Garate, R. Kalyanaraman, and P. H. Mao, *Journal Of Applied Physics* **88**, 460 (2000).

[67] H. Maury, F. Bridou, P. Troussel, E. Meltchakov, and F. Delmotte, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section A-Accelerators Spectrometers Detectors And Associated Equipment* **621**, 242 (2010).

[68] J. P. Champeaux, P. Troussel, B. Villier, V. Vidal, T. Khachroum, B. Vidal, and M. Krumrey, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section A-Accelerators Spectrometers Detectors And Associated Equipment* **581**, 687 (2007).

[69] P. Troussel, D. Dennetiere, A. Rousseau, S. Darbon, P. Hoghoj, S. Hedacq, and M. Krumrey, *Review Of Scientific Instruments* **83**, 10E533 (2012).

[70] F. Schäfers, M. Mertin, D. Abramsohn, A. Gaupp, H.-C. Mertins, and N. Salashchenko, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **467**, 349 (2001).

[71] D. L. Windt, E. M. Gullikson, and C. C. Walton, *Optics Letters* **27**, 2212 (2002).

[72] M. Fernández-Perea, M.-A. Descalle, R. Soufli, K. P. Ziock, J. Alameda, S. L. Baker, T. J. McCarville, V. Honkimäki, E. Ziegler, A. C. Jakobsen, F. E. Christensen, and M. J. Pivovaroff, *Phys. Rev. Lett.* **111**, 027404 (2013).

[73] F. Choueikani, B. Lagarde, F. Delmotte, M. Krumrey, F. Bridou, M. Thomasset, E. Meltchakov, and F. Polack, *Opt. Lett.* **39**, 2141 (2014).

[74] A. L. Aquila, F. Salmassi, F. Dollar, Y. Liu, and E. Gullikson, *Opt. Express* **14**, 10073 (2006).

[75] C. Bourassin-Bouchet, S. de Rossi, J. Wang, E. Meltchakov, A. Giglia, N. Mahne, S. Nannarone, and F. Delmotte, *New Journal of Physics* **14**, 023040 (2012).

[76] D. L. Windt, S. Donguy, C. J. Hailey, J. Koglin, V. Honkimaki, E. Ziegler, F. E. Christensen, H. Chen, F. A. Harrison, and W. W. Craig, *Appl. Opt.* **42**, 2415 (2003).

[77] Z. S. Wang, X. B. Cheng, J. T. Zhu, Q. S. Huang, Z. Zhang, and L. Y. Chen, *Thin Solid Films* **519**, 6712 (2011).

[78] F. Bridou, F. Delmotte, P. Troussel, and B. Villette, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section A-Accelerators Spectrometers Detectors And Associated Equipment* **680**, 69 (2012).

[79] P. Troussel, B. Villette, B. Emprin, G. Oudot, V. Tassin, F. Bridou, F. Delmotte, and M. Krumrey, *Review Of Scientific Instruments* **85**, 013503 (2014).

[80] W. H. Bragg, *Nature* **91**, 477 (1913).

[81] P. Lee, *Optics Communications* **37**, 159 (1981).

[82] J.-M. André, R. Barchewitz, F. Bridou, B. Pardo, S. Bac, V. Greiner, and P. Troussel, *J. Phys. IV France* **8**, Pr5 (1998).

[83] L. G. Parratt, *Phys. Rev.* **95**, 359 (1954).

[84] J. L. Bocher, J. L. Bourgade, J. Y. Boutin, L. Endignoux, L. Le Corre, C. Reverdin, and B. Villette, *Chocs : revue scientifique et technique de la direction des applications militaires* **21**, 11 (1999).

[85] W. F. Lindsay, *Fast transient high-intensity gamma-ray solid state detectors*, Lawrence Radiation Laboratory, Livermore, Ca., 1961.

[86] F. Ziemba, G. Pelt, G. Ryan, L. Wang, and R. Alexander, *Nuclear Science, IRE Transactions on* **9**, 155 (1962).

[87] G. F. Knoll, *Radiation Detection and Measurement; 2nd edition*, Wiley, New York, NY, 1989.

[88] B. Brullot, *Comparaison de détecteurs photoconducteurs rapides fonctionnant à température ambiante. Application à la détection de rayonnements X, gamma, neutrons et protons*, Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur (Strasbourg), 1994, Thesis.

[89] C. L. Wang, J. D. Eckels, W. V. Morgan, M. D. Pocha, D. R. Slaughter, B. A. Davis, D. R. Kania, and R. S. Wagner, *Review of Scientific Instruments* **57**, 2182 (1986).

[90] J. L. Bocher, *Rapport interne CEA* , 86 (1980).

[91] J. L. Bourgade, B. Villette, J. L. Bocher, J. Y. Boutin, S. Chiche, N. Dague, D. Gontier, J. P. Jadaud, B. Savale, R. Wrobel, and R. E. Turner, *Review of Scientific Instruments* **72**, 1173 (2001).

[92] H. G. Ahlstrom, L. W. Coleman, J. F. Rienecker, and V. W. Slivinsky, *J. Opt. Soc. Am.* **68**, 1731 (1978).

[93] H. N. Kornblum, R. L. Kauffman, and J. A. Smith, *Review Of Scientific Instruments* **57**, 2179 (1986).

[94] C. Sorce, J. Schein, F. Weber, K. Widmann, K. Campbell, E. Dewald, R. Turner, O. Landen, K. Jacoby, P. Torres, and D. Pellinen, *Review of Scientific Instruments* **77**, (2006).

[95] J. L. Kline, K. Widmann, A. Warrick, R. E. Olson, C. A. Thomas, A. S. Moore, L. J. Suter, O. Landen, D. Callahan, S. Azevedo, J. Liebman, S. H. Glenzer, A. Conder, S. N. Dixit, P. Torres, V. Tran, E. L. Dewald, J. Kamperschroer, L. J. Atherton, R. Beeler, L. Berzins, J. Celeste, C. Haynam, W. Hsing, D. Larson, B. J. MacGowan, D. Hinkel, D. Kalantar, R. Kauffman, J. Kilkenny, N. Meezan, M. D. Rosen, M. Schneider, E. A. Williams, S. Vernon, R. J. Wallace, B. Van Wonterghem, and B. K. Young, *Review Of Scientific Instruments* **81**, 10E321 (2010).

[96] C. Hecquet, *Conception, réalisation et métrologie de miroirs multicouches pour l'extrême ultraviolet résistants aux environnements du spatial et des sources EUV.*, Thèse de doctorat, Université Paris Sud-Paris XI, 2009.

[97] TFCalc, *Software Spectra Inc., 14025* .

[98] L. Nevot and P. Croce, *Revue de Physique appliquée* **15**, 761 (1980).

[99] A. V. Tikhonravov, *Applied Optics* **32**, 5417 (1993).

[100] J. Gautier, *Etude et élaboration de revêtements multicouches pour l'optique extrême UV dans la gamme spectrale 30-50 nm*, Thèse de doctorat, Université Paris Sud-Paris XI, 2005.

[101] C. Montcalm, S. Bajt, P. Mirkarimi, E. Spiller, F. Weber, and J. Folta, *Emerging Lithographic Technologies II, Y. Vladimirsky, ed.* **Proc. SPIE 3331**, 42 (1998).

[102] M. Schuster and H. Göbel, *Journal Of Physics D-Applied Physics* **28**, A270 (1995).

[103] A. Liénard, *L'Eclairage Electrique* **16**, 5 (1898).

[104] D. Ivanenko and A. Sokolov, *Doklady Akademii Nauk SSSR* **59**, 1551 (1948).

[105] J. Schwinger, *Physical Review* **75**, 1912 (1949).

[106] M. Idir, P. Mercère, T. Moreno, A. Delmotte, P. Da Silva, and M. H. Modi, *Sri 2009 : The 10th International Conference On Synchrotron Radiation Instrumentation* **1234**, 485 (2010).

[107] M. Krumrey and G. Ulm, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section A-Accelerators Spectrometers Detectors And Associated Equipment* **467**, 1175 (2001).

[108] A. Ulyanenkov, *Advances In Computational Methods For X-Ray And Neutron Optics* **5536**, 1 (2004).

[109] P. Troussel and B. Villette, *Brevet* **WO 2013093334 (A1)** (2013).

[110] Z. C. Li, X. H. Jiang, S. Y. Liu, T. X. Huang, J. A. Zheng, J. M. Yang, S. W. Li, L. A. Guo, X. F. Zhao, H. B. Du, T. M. Song, R. Q. Yi, Y. G. Liu, S. E. Jiang, and Y. K. Ding, *Review Of Scientific Instruments* **81**, 073504 (2010).

[111] F. LeGuern, P. Troussel, J. Andre, D. Friart, T. Jalinaud, M. LeGloahec, D. Desenne, J. Boutin, J. Dutrannoy, C. Nazet, P. Davi, and R. Barchewitz, *Review Of Scientific Instruments* **67**, 2107 (1996).

[112] R. Klein, C. Laubis, R. Müller, F. Scholze, and G. Ulm, *Microelectronic Engineering* **83**, 707 (2006), Micro- and Nano-Engineering {MNE} 2005 Proceedings of the 31st International Conference on Micro- and Nano-Engineering.

[113] A. Gottwald, U. Kroth, M. Krumrey, M. Richter, F. Scholze, and G. Ulm, *Metrologia* **43**, S125 (2006).

[114] CEA-IOGS, *Convention de collaboration* **09-31-C-SACO** (2009).

[115] A. Hardouin, *Développement de composants optiques asphériques avec traitement de multicouches réflectives pour l'analyse X*, Thèse de doctorat, Université Paris Sud-Paris XI, 2007.

[116] A. Hardouin, F. Delmotte, M. Ravet, F. Bridou, A. Jerome, F. Varniere, C. Montcalm, S. Hedacq, E. Gullikson, and P. Aubert, *Journal of Vacuum Science & Technology A* **26**, 333 (2008).

[117] B. Emprin, P. Troussel, G. Soullié, P. Stemmler, P. Mercère, E. Meltchakov, A. Jérôme, and F. Delmotte, *Thin Solid Films* **556**, 54 (2014).

[118] T. W. Barbee and J. H. Underwood, *Optics Communications* **48**, 161 (1983).

[119] E. Spiller, *Soft X-Ray Optics*, 1994.

[120] H. Kiessig, *Ann. Phys.* **402**, 769 (1931).

[121] J. Friedrich, I. Diel, C. Kunz, S. Di Fonzo, B. R. Müller, and W. Jark, *Appl. Opt.* **36**, 6329 (1997).

[122] H.-C. Mertins, F. Schäfers, H. Grimmer, D. Clemens, P. Böni, and M. Horisberger, *Appl. Opt.* **37**, 1873 (1998).

[123] F. Eriksson, N. Ghafoor, F. Schäfers, E. M. Gullikson, and J. Birch, *Thin Solid Films* **500**, 84 (2006).

[124] H. Hochst, D. W. Niles, G. W. Zajac, F. T. H., B. C. Johnson, and J. M. Meese, *Journal Of Vacuum Science & Technology B* **6**, 1320 (1988).

[125] J. H. Gulpen, A. A. Kodentsov, and F. J. J. Vanloo, *Zeitschrift Fur Metallkunde* **86**, 530 (1995).

[126] A. S. Edelstein, D. J. Gillespie, S. F. Cheng, J. H. Perepezko, and K. Landry, *Journal Of Applied Physics* **85**, 2636 (1999).

[127] C. P. Jensen, K. K. Madsen, and F. E. Christensen, Investigation of new material combinations for hard x-ray telescope designs, in *Proc. SPIE*, volume 6266, pp. 626612–1, 2006.

[128] M. R. Jackson, R. L. Mehan, A. M. Davis, and E. L. Hall, *Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science* **14**, 355 (1983).

[129] R. C. J. Schiepers, F. J. J. Vanloo, and G. Dewith, *Journal Of The American Ceramic Society* **71**, C284 (1988).

[130] A. V. Vinogradov, Y. P. Pershin, E. Zubaryev, D. L. Voronov, O. Penkov, V. V. Kondratenko, Y. A. Uspenskii, I. A. Artioukov, and J. F. Seely, Structure, thermal stability, and reflectivity of Sc/Si and Sc/W/Si/W multilayer x-ray mirrors, in *Proc. SPIE*, volume 4505, pp. 230–235, 2001.

[131] D. L. Windt, J. A. Bellotti, B. Kjornrattanawanich, and J. F. Seely, *Applied Optics* **48**, 5502 (2009).

[132] AFNOR, *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*, Norme NF ENV 13005, 1999.

[133] KEITHLEY, *SPEC-6517B Rev. A* (2008).

Résumé :

Dans le cadre de ses recherches menées sur la fusion par confinement inertiel, le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives met en œuvre un spectromètre X large bande étalonné en absolu et résolu en temps, appelé Diagnostic de Mesure du rayonnement X. Ce diagnostic, composé de 20 voies de mesure, permet de mesurer l'émissivité spectrale d'un plasma créé par laser entre 50 eV et 20 keV. Nous avons développé des voies de mesure complémentaires aux voies existantes, afin d'obtenir une redondance et une amélioration de la précision de la mesure. Le principe de ces nouvelles voies de mesure repose sur un concept original permettant d'obtenir des fonctions de transfert spectrales bornées et constantes. Deux voies ont été développées pour les gammes spectrales 2 – 4 keV et 4 – 6 keV, utilisant des miroirs multicouches apériodiques réalisés au Laboratoire Charles Fabry en Cr/Sc et Ni/W/SiC/W, respectivement. Ces miroirs ont ensuite été caractérisés sur synchrotrons puis intégrés dans le spectromètre. Les nouvelles voies ont été utilisées durant des campagnes d'expériences laser-plasma sur l'installation laser OMEGA à Rochester (États-Unis). Elles ont permis de déterminer la puissance rayonnée directement avec une seule voie de mesure par bande spectrale et avec une meilleure précision qu'avec celles utilisées habituellement.

Mots clés : spectromètre X large bande, rayonnement X, émissivité spectrale, miroir multicouche apériodique, synchrotron.

Abstract :

Within the framework of the research on inertial confinement fusion, the « Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives » has studied and implemented an absolute calibrated time-resolved broadband soft X-ray spectrometer, called « Diagnostic de Mesure du rayonnement X ». This diagnostic, composed of 20 measurement channels, measures the emitted radiant power from a laser created plasma in the range from 50 eV to 20 keV. We have developed additional measurement channels to obtain redundancy and an improvement in measurement accuracy. The principle of these new channels is based on an original concept to obtain spectral bounded flat-responses. Two channels have been developed for the 2 – 4 keV and 4 – 6 keV spectral ranges, using aperiodic multilayer mirrors made at the « Laboratoire Charles Fabry » with Cr/Sc and Ni/W/SiC/W layers respectively. These mirrors were characterized at synchrotron radiation facilities and integrated into the spectrometer. The two new channels were used during laser-plasma experimental campaigns at the OMEGA laser facility in Rochester (USA). This allowed us to determine directly the radiant power with only one measurement within a certain spectral band, and with a better precision when compared with using standard channels.

Keywords : broadband X-ray spectrometer, X-rays, radiant power, aperiodic multilayer mirror, synchrotron radiation.