



HAL
open science

Miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet pour la physique solaire

Jennifer Rebellato

► **To cite this version:**

Jennifer Rebellato. Miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet pour la physique solaire. Optique [physics.optics]. Université Paris-Saclay, 2020. Français. NNT : 2020UPASP059 . tel-03165571

HAL Id: tel-03165571

<https://pastel.hal.science/tel-03165571v1>

Submitted on 10 Mar 2021

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.

Miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet pour la physique solaire

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 572, Ondes et Matière (EDOM)

Spécialité de doctorat : Physique

Unité de recherche : Université Paris-Saclay, Institut d'Optique Graduate School, CNRS,

Laboratoire Charles Fabry, 91127, Palaiseau, France.

Référent : Institut d'Optique

Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 8 décembre
2020, par

Jennifer REBELLATO

Composition du Jury

Pascal AUBERT

Professeur, Université Paris-Saclay

Président & Examineur

Marie-Anne DESCALLE

Senior researcher, Lawrence Livermore
National Laboratory

Rapporteur & Examinatrice

Julien LUMEAU

Chercheur, Institut Fresnel, CNRS

Rapporteur & Examineur

Regina SOUFLI

Senior researcher, Lawrence Livermore
National Laboratory

Examinatrice

Franck DELMOTTE

Professeur, Laboratoire Charles Fabry

Directeur de thèse

Frédéric AUCHERE

Astronome, OSUPS

Co-Encadrant de thèse

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES DE L'UNIVERSITE PARIS-SACLAY

par

Jennifer REBELLATO

Miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet pour la physique solaire

Ecole doctorale n°572: Ondes et Matière, EDOM

Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 8 Décembre 2020

Composition du Jury

Pascal AUBERT

Professeur, Université Paris-Saclay

Président & Examineur

Marie-Anne DESCALLE

Senior researcher, Lawrence Livermore
National Laboratory

Rapporteur & Examinatrice

Julien LUMEAU

Chercheur, Institut Fresnel, CNRS

Rapporteur & Examineur

Regina SOUFLI

Senior researcher, Lawrence Livermore
National Laboratory

Examinatrice

Franck DELMOTTE

Professeur, Laboratoire Charles Fabry

Directeur de thèse

Frédéric AUCHERE

Astronome, OSUPS

Co-Encadrant de thèse

“Remember to look up at the stars and not down at your feet. Try to make sense of what you see and wonder about what makes the universe exist. Be curious. And however difficult life may seem, there is always something you can do and succeed at. It matters that you don’t just give up.” – Stephen Hawking (1942 – 2018)

*A mes parents, à ma sœur,
et à Philippe, qui a eu le courage de me suivre dans cette aventure au quotidien*

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, un grand merci aux membres du jury ayant examiné mes travaux et assisté à la soutenance pour leurs questions et leurs remarques pertinentes sur mes résultats.

Les mots me manquent pour exprimer à quel point je suis reconnaissante de la chance qui m'a été donnée de pouvoir travailler sur cette thèse. Bien sûr, je suis consciente qu'un mélange de rencontres, de phrases d'encouragement (et de découragement) ainsi qu'une succession d'échecs et d'opportunités saisies au bon moment m'ont amenée jusqu'ici, mais dans mon cas une personne a joué un rôle clé dans toute cette aventure hors du commun. Franck, un immense merci à toi d'avoir cru en moi dès nos premiers échanges, de m'avoir permis de te prouver que je serai à la hauteur du challenge que représentaient ces trois ans (et même ces quatre ans) de travail, merci pour ton soutien, ta disponibilité, tes enseignements et ta confiance tout au long de cette véritable épopée. Très sincèrement, je ne pense pas qu'il soit possible d'avoir un meilleur directeur de thèse !

Un grand merci aussi à Frédéric Auchère pour m'avoir impliquée sur les projets spatiaux Solar Orbiter et le début de l'aventure de Solar-C. J'ai pris beaucoup de plaisir à en apprendre plus sur l'instrumentation optique pour la physique solaire au cours des trois années de thèse grâce à toi. En bonus, j'ai réalisé un véritable rêve d'enfant à assister au décollage de Solar Orbiter depuis Cape Canaveral, et mes premiers pas au Japon pour le lancement du projet Solar-C resteront de superbes souvenirs. Il semble que cela valait bien la peine de persévérer sur les milliers de simulations pour l'étalonnage du Full Sun Imager, et de traverser mon premier typhon au 10^{ème} étage d'un hôtel à Tokyo... Merci pour tout.

Je tiens aussi à remercier très chaleureusement le directeur du laboratoire Charles Fabry, Patrick Georges, pour ses mots encourageants dès mes premiers pas à l'Institut d'Optique et son soutien tout au long de ma thèse. Je remercie aussi ma responsable du côté du CNES, Karine Mathieu, qui m'a aussi soutenue à distance depuis Toulouse. Plus généralement, je remercie aussi toutes les personnes de l'Institut d'Optique, du CNES et de l'Université Paris-Saclay qui ont rendu cette thèse possible.

Regina Soufli, ce fût un honneur pour moi de te rencontrer et de collaborer avec toi tout au long de cette thèse. Merci mille fois pour tes encouragements, tes conseils, ton soutien et ton enthousiasme sans limite. Ce n'est pas un secret, je suis très admirative de ton parcours, et à mes yeux tu représentes exactement ce vers quoi j'aimerais évoluer dans ma future carrière en tant que femme scientifique.

Un grand merci à tous les collaborateurs qui ont permis d'obtenir de nombreux résultats présentés dans ces travaux de thèse. A big thank you to Eric Gullikson for the reflectometry results measured on the 6.3.2. beamline at the Advanced Light Source synchrotron. Merci à Cédric Baumier et à mon ancien camarade de Master, Florian Pallier, pour leur expertise en microscopie électronique en transmission, et pour m'avoir appris comment préparer mes lames. Merci Xueyan Zhang et Anne Philippon pour les données de FSI et de Solar-C. Etienne Eustache de Thalès pour la diffraction X, Philippe Jonnard du LCPMR pour les mesures XPS, et Patrick Nguyen de ELEMCA pour les préparations par FIB.

Mes capacités de remerciements me semblent bien limitées pour dire à quel point j'ai apprécié travailler dans le groupe Optique XUV. Cependant, pour commencer je dois d'énormes remerciements à Evgueni Meltchakov pour ton expertise sur la pulvérisation cathodique et donc pour tous les échantillons réalisés qui m'ont permis de mener à bien ces travaux de thèse ! Moins sérieusement, Monsieur Arnaud Jérôme, j'ai été ravie de polluer ton atmosphère de bureau par ma présence et que tu me tiennes compagnie, par défaut je le sais bien, pour nos pauses café/déjeuner pendant presque quatre terribles années. Anne-Lise, merci pour tous ces moments de grandes discussions, pour tous tes conseils, tes prêts de livres, et même un merci particulier pour tes actes de soins le jour où ma fatigue a pris sournoisement le dessus. Vraiment un grand merci à toi. Charles, je garderai en tête toutes nos grandes discussions à refaire le monde. Et puis surtout, merci beaucoup pour les formations Optique de l'Extrême, Matlab (plus qu'utile pour toutes les figures de ce manuscrit) et pour ton aide lorsque j'étais dans l'impasse sur mes bouts de code. Sébastien, merci de m'avoir partagé ton expertise en optique, ton aide aussi pour certaines simulations, et surtout tes conseils qui m'ont apaisée dans une période où de nombreuses questions m'empêchaient de dormir. Merci aussi à Marc Rouillay, à Blandine et à Buntha. J'ai également été heureuse de croiser le chemin de Françoise Bridou, de Françoise Varnière, et j'ai une pensée émue pour Bruno Pardo que j'ai eu la chance de connaître un peu au travers d'une blague ou deux dans notre couloir.

Je souhaite remercier chaleureusement toutes les personnes travaillant du côté de l'atelier d'optique car sans leur travail de précision sur les miroirs, les revêtements multicouches développés dans le groupe XUV seraient bien inutiles ! J'ai été très heureuse de connaître et de côtoyer les grands maîtres Christian Beurthe avant son départ à la retraite, et Raymond Mercier, ainsi que la relève avec Sophie Coumar et Clément Oriol. Merci aussi à Patrick Roth et à Jean-René Rullier de l'atelier mécanique de m'avoir permis d'abuser de l'encre de votre méga-imprimante pour mes posters de conférence (parfois beaucoup trop) colorés... Je remercie aussi Christophe Hecquet, Marc Cheneau, et merci aussi à Marie-Laure, Graça et Bruno pour tout ce que vous faites au quotidien pour l'institut.

Enfin, merci à tous les autres doctorants que j'ai croisé sur mon chemin de thèse, Maha, Simon B., Natalia et bien d'autres du LCF, du CNES et d'ailleurs pour les moments partagés. Je ne vous souhaite que du bonheur pour la suite ! Amr, you're next, I wish you good luck for this new adventure!

Pour terminer, je dois remercier mes parents et ma sœur pour leur soutien dans cette aventure, ainsi que tous mes amis qui gardaient un œil sur mes péripéties. Philippe, on s'est mariés en cours de route et tu as été mon pilier de A à Z, ainsi que mon cobaye pour la majorité de mes écrits et de mes présentations. Je sais que tout ça n'a pas été simple pour toi non plus, alors encore merci pour tout.

TABLE DES MATIERES

Introduction.....	1
Chapitre 1. Contexte historique et scientifique des travaux.....	3
1. Rayonnement XUV et sources astrophysiques.....	4
1.1. Rappels théoriques sur le rayonnement XUV	4
1.1.1. Découverte des rayons X et définition de la gamme spectrale XUV	4
1.1.2. Interactions rayons X-matière : effet photoélectrique et fluorescence.....	6
1.1.3. Facteurs de diffusion atomique et indices optiques	7
1.2. Les astres et objets astrophysiques sources de rayonnement EUV	12
1.2.1. Les différentes sources de rayonnement EUV	12
1.2.2. Le Soleil : les rayons EUV de sa couronne	14
2. Les miroirs multicouches interférentiels au service de la physique solaire.....	21
2.1. De la lunette astronomique aux télescopes réflecteurs	21
2.2. Principe des miroirs interférentiels	24
2.2.1. Principe théorique de fonctionnement des revêtements interférentiels.....	24
2.2.2. Des premiers développements de miroirs interférentiels multicouches à nos jours	29
2.3. Historique des missions d'observation solaire dans l'EUUV	31
2.4. Motivations et objectifs des travaux de thèse	34
Chapitre 2. Moyens expérimentaux et méthodes.....	37
1. Conception et élaboration de miroirs interférentiels multicouches EUV	38
1.1. Choix des matériaux	38
1.2. Optimisation des structures multicouches idéales	39
1.3. Modélisation et optimisation des structures multicouches avec IMD.....	41
1.4. Méthodes de dépôts de couches minces	43
1.4.1. Environnement Salle Blanche du LCF	43
1.4.2. Pulvérisation cathodique magnétron : modes DC et RF.....	44
1.4.3. Autres techniques de fabrication de films minces	48
2. Caractérisation des propriétés optiques et structurales des multicouches.....	48
2.1. Réflectométrie : RRX & synchrotron	49
2.1.1. Réflectométrie X en angle rasant	49
2.1.2. Réflectométrie EUV sur synchrotron.....	51
2.2. Microscopie électronique en transmission	54
2.2.1. Principe de la microscopie électronique en transmission.....	54
2.2.2. Techniques de préparation des échantillons.....	58
2.3. Diffraction de rayons X	63
2.4. Spectrométrie de photoélectrons X	64

Chapitre 3. Indices optiques dans l'Extrême Ultraviolet	66
1. Définition et état de l'art des indices optiques dans l'EUV	67
1.1. Principales méthodes de mesure des indices optiques dans l'EUV	67
1.2. Etat de l'art des tables d'indices optiques dans l'EUV	68
2. Méthode de sélection d'indices optiques d'après des mesures expérimentales d'échantillons connus dans l'EUV	76
2.1. Démarche scientifique.....	76
2.1.1. Méthodologie	76
2.1.2. Filtres métalliques et miroirs multicouches étudiés	76
2.2. Analyses des données en transmission des filtres optiques	77
2.3. Analyse des données en réflectivité des miroirs multicouches	80
3. Résultats et discussion	84
4. Conclusions et perspectives	85
Chapitre 4. Etalonnage du télescope EUV Full Sun Imager de Solar Orbiter	86
1. Présentation de la mission Solar Orbiter.....	87
1.1. Contexte et objectifs de Solar Orbiter	87
1.2. Instruments à bord de Solar Orbiter	88
1.3. Extreme Ultraviolet Imager	88
1.3.1. Description de EUI	88
1.3.2. Full Sun Imager	90
2. Etalonnage du Full Sun Imager	91
2.1. Méthodologie	91
2.2. Réponse spectrale des composants optiques de FSI.....	94
2.2.1. Le filtre d'entrée	94
2.2.2. Les filtres focaux	98
2.2.3. Miroir interférentiel bi-bande Al/Mo/SiC.....	103
2.3. Réponse spectrale de l'instrument FSI complet.....	109
2.3.1. Efficacité spectrale.....	109
2.3.2. Uniformité	111
3. Conclusions et perspectives	113
Chapitre 5. Nouveaux miroirs interférentiels efficaces dans l'Extrême Ultraviolet.....	116
1. Etat de l'art et motivations.....	117
1.1. Etat de l'art des multicouches dans l'EUV	117
1.2. Choix des matériaux	118
2. Etude d'échantillons multicouches périodiques Al/Sc et AlMg/Sc	121
2.1. Plan d'expérience	121
2.2. Caractérisation de la microstructure des multicouches Al/Sc et AlMg/Sc.....	122

2.2.1.	Réflectométrie X à 8 keV	122
2.2.2	Diffraction X aux grands angles	125
2.2.3	Microscopie électronique en transmission et diffraction électronique.....	126
2.2.4.	Spectrométrie de photoélectrons X	135
2.3.	Réflectivité des systèmes multicouches Al/Sc et AlMg/Sc dans l'EUV	138
2.3.1.	Performances des multicouches Al/Sc dans l'EUV	138
2.3.2.	Performances des multicouches AlMg/Sc dans l'EUV	144
2.3.3.	Evolution des performances avec le temps des systèmes Al/Sc	146
2.3.4.	Effet de barrière SiC dans les systèmes Al/Sc.....	147
2.4.	Conclusions de l'étude sur les échantillons multicouches Al/Sc et AlMg/Sc	149
3.	Optimisation de structures périodiques efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde.....	150
3.1.	Plan d'expérience	150
3.2.	Caractérisation des systèmes multicouches optimisés	151
3.2.1.	Réflectométrie X pour trois systèmes multicouches Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc.....	151
3.2.2.	Performances en réflectivité dans l'EUV	152
3.2.3.	Discussion des résultats.....	159
4.	Conclusions et perspectives	161
	Conclusions et perspectives des travaux de thèse	164
	Annexe	170
1.	TFcalc.....	170
2.	Microscopie à Force Atomique	172
	Références	174

INTRODUCTION

Les miroirs interférentiels multicouches sont des revêtements optiques constitués de couches minces nanométriques de matériaux. La fabrication de ces structures repose sur une sélection de matériaux appropriée selon leurs indices optiques, leurs propriétés structurales et leurs épaisseurs. Ainsi, grâce aux interférences issues des rayons partiellement réfléchis à chaque interface entre deux couches minces de matériaux, on peut obtenir une modulation de la réponse en réflectivité efficace de l'empilement.

Ces miroirs interférentiels ont rendu possible l'utilisation en incidence normale de multiples instruments optiques dans l'extrême ultraviolet (EUV de 10 à 100 nm de longueur d'onde) pour la physique solaire et planétaire, les diagnostics plasma, les lasers à électrons libres, et les sources génératrices d'harmoniques d'ordres élevés. S'agissant de la physique solaire, la couronne solaire en particulier est source de rayonnement EUV à cause des températures extrêmes qui y règnent. Dans un contexte de développement de plus en plus concret d'occupation de l'espace par l'humanité (multiplication des satellites, conquête de Mars, retour sur la Lune...), les éruptions solaires et éjections de masse coronale sont de plus en plus étudiées et surveillées dans un cadre de météorologie spatiale, étant donné qu'elles peuvent endommager les satellites, nuire aux astronautes et à l'ensemble des activités humaines sur Terre. Une autre motivation à l'étude du Soleil est aussi qu'il s'agit de l'étoile la plus proche de notre planète, ce qui en fait le sujet d'étude idéal pour mieux comprendre ses mécanismes et ceux d'autres étoiles, ainsi que la formation de notre système solaire et même l'apparition de la vie sur Terre. Pour toutes ces raisons, les raies spectrales EUV caractéristiques de l'atmosphère solaire et des événements violents qui s'y produisent sont actuellement analysées par plusieurs télescopes spatiaux équipés de miroirs interférentiels à bord de missions comme SoHO (1995) [1], STEREO (2006) [2], SDO (2010) [3] et plus récemment Solar Orbiter [4] lancée depuis Cape Canaveral en février 2020.

L'élaboration de miroirs interférentiels efficaces dans l'EUV dépend essentiellement de la connaissance des propriétés optiques des matériaux dans cette gamme. Or il s'avère que les tables d'indices disponibles dans la littérature comportent des incertitudes et des lacunes importantes dans l'EUV notamment à cause des seuils d'absorption des matériaux. Jusqu'à aujourd'hui, la plupart des imageurs et des spectromètres EUV dédiés à l'observation de la couronne solaire ont été conçus pour détecter les raies d'émission principalement liées au fer et à l'hélium dont les longueurs d'ondes sont comprises entre 10 nm et 40 nm. Pourtant, d'intéressantes raies d'émission existent aussi entre 40 et 80 nm, comme la raie de Ne VII à 46,5 nm, He I à 58,4 nm et O V à 63 nm, mais cette région reste peu explorée essentiellement parce que peu d'indices optiques entre 40 nm et 100 nm sont disponibles ou suffisamment fiables dans la littérature. L'étalonnage d'instruments optiques sur l'ensemble de la gamme spectrale EUV est aussi impactée par ces incertitudes concernant les indices optiques des

matériaux. Il vient alors trois problématiques auxquelles ces travaux de thèse devront répondre qui sont :

- Comment vérifier et choisir les meilleures valeurs d'indices optiques des matériaux utilisés dans la conception des miroirs interférentiels EUV ?
- Comment procéder à l'étalonnage du télescope EUV plein champ de Solar Orbiter malgré les lacunes d'indices optiques relevées ?
- Quelles sont les différentes étapes pour développer des miroirs interférentiels efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde ?

Pour répondre à la première problématique, on proposera une méthodologie basée sur un état de l'art comparatif des différents indices optiques tabulés dans la littérature, et sur des simulations de réponse spectrale dans l'EUV de composants optiques connus qui permettront de sélectionner les tables d'indices optiques les plus adaptées. Ce bilan permettra ensuite de fournir des modèles de réponse spectrale suffisamment précis à la fois pour chaque composant optique (filtre et miroir), et pour l'intégralité du télescope EUV plein champ (Full Sun Imager) de Solar Orbiter. Dans le cadre de son étalonnage, les modèles seront combinés aux mesures expérimentales partielles disponibles pour fournir une réponse spectrale étendue dans le domaine EUV. Enfin, le développement de miroirs interférentiels efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde sera aussi basé sur des simulations employant les tables d'indices optiques les plus fiables définies au préalable. L'association des techniques expérimentales de fabrication, et de caractérisation optiques et structurales des revêtements multicouches au laboratoire et au travers de collaborations nationales et internationales, permettront d'obtenir de nombreux résultats prometteurs en adéquation avec cet objectif.

Dans ce manuscrit, le premier chapitre est consacré au contexte scientifique et historique des travaux de thèse. Il vise à expliquer les particularités du rayonnement XUV et le fonctionnement des revêtements interférentiels, tout en illustrant les motivations astrophysiques de ces travaux. Le second chapitre décrit les méthodes employées pour modéliser, optimiser, fabriquer et caractériser les revêtements interférentiels multicouches afin de mieux appréhender la nature des résultats exposés dans les chapitres suivants. Le troisième chapitre porte sur l'analyse des tables d'indices optiques des matériaux dans l'EUV, et les travaux effectués pour l'étalonnage du télescope EUV plein champ de Solar Orbiter sont exposés dans le quatrième chapitre. Enfin, le processus de développement de nouveaux miroirs interférentiels multicouches efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde est présenté dans le cinquième chapitre. On y présente toutes les étapes jusqu'à l'obtention de structures aux performances prometteuses pour une future génération d'instruments d'observation solaire.

CHAPITRE 1. CONTEXTE HISTORIQUE ET SCIENTIFIQUE DES TRAVAUX

Quelles sont les particularités du rayonnement XUV ? Comment peut-on l'observer ? Quel est le lien avec la physique solaire ? Qu'est-ce qu'un revêtement interférentiel multicouche ?

Ce premier chapitre introduit les principes physiques théoriques des interactions entre lumière XUV et la matière. On y expose les sources de ce rayonnement en astrophysique et plus particulièrement son origine dans l'atmosphère de notre étoile. Ces éléments permettent ensuite de comprendre le fonctionnement et l'intérêt des miroirs multicouches interférentiels au cœur de ces travaux de thèse.

Les missions spatiales d'observation solaire de ces 30 dernières années ont prouvé que les miroirs interférentiels ont permis d'améliorer les performances optiques des télescopes XUV. Aujourd'hui, l'objectif de cette thèse est de développer de nouveaux miroirs interférentiels efficaces dans cette gamme spectrale particulière pour la prochaine génération d'instruments.

Pour cela, il est essentiel de maîtriser les propriétés optiques des matériaux utilisés qui nous permettront d'affiner et d'optimiser nos modélisations. Dans la suite des travaux, nous exposerons comment ces modélisations seront utilisées pour développer de nouvelles combinaisons de matériaux, et pour l'étalonnage optique d'un télescope dans l'extrême ultraviolet embarqué à bord de Solar Orbiter.

1. RAYONNEMENT XUV ET SOURCES ASTROPHYSIQUES

1.1. Rappels théoriques sur le rayonnement XUV

1.1.1. Découverte des rayons X et définition de la gamme spectrale XUV

Historiquement, les rayons X ont été découverts par le physicien allemand Wilhelm Röntgen en 1895. Alors qu'il reproduisait l'expérience du tube à décharge électrique de Crookes pour en étudier les rayons cathodiques, il a observé la fluorescence d'un écran en papier recouvert de platinocyanure de baryum exposé aux rayons du tube. Dans l'article de sa découverte publié en décembre 1895 [5], il a constaté l'absorption de ces rayons inconnus (d'où les « rayons X » aussi appelés « rayons de Röntgen ») par la matière en fonction de la densité, comme observé avec la célèbre photographie de la main de sa femme exposée aux rayons X (Figure 1). Il a également observé les effets de leur diffusion par fluorescence, l'impression sur plaque photographique, et enfin que ces rayons X déchargent les corps chargés électriquement. Cette découverte lui a valu le prix Nobel de physique en 1901.



Figure 1. Première radiographie X de la main de la femme de Wilhelm Röntgen prise en 1895 (Source : Deutsches Museum, Munich, Federal Republic of Germany)

Les applications optiques abordées dans ces travaux de thèse sont optimisées pour un domaine spectral intermédiaire entre les rayons X et les rayons ultraviolets, que l'on désignera par région spectrale extrême ultraviolet (EUV). Dans la littérature, la frontière entre les domaines des EUV, X mous et X durs varie selon les auteurs et les communautés scientifiques, mais toutes ces régions spectrales sont caractérisées par la présence des seuils d'absorption atomiques de la majorité des matériaux. La limite entre chaque domaine est donc souvent définie de façon arbitraire selon les

applications. En considérant la plupart des télescopes EUV dédiés à l'étude de la couronne solaire dans le cadre de ces travaux de thèse, on choisit de définir la gamme spectrale EUV entre 10 et 100 nm de longueur d'onde (λ) environ (Figure 2) comprenant le seuil L du silicium à 12,4 nm, et allant jusqu'à la limite de l'ultraviolet du vide (VUV) que l'on pourrait représenter par le seuil d'absorption du fluorure de lithium (LiF). Dans ce premier chapitre où l'on présente les principes fondamentaux des interactions lumière-matière, notre définition de la région spectrale XUV comprend les rayons X mous et l'EUV, soit entre 0,1 et 100 nm environ.

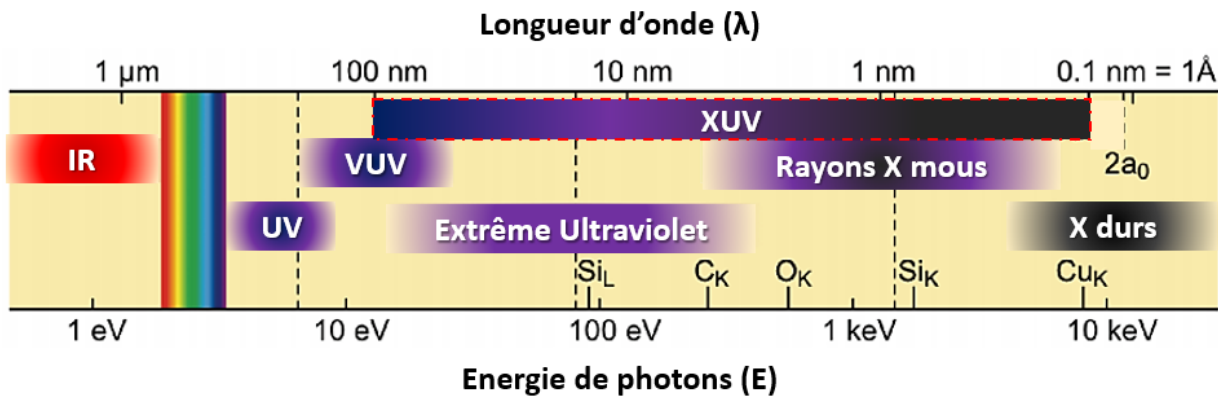


Figure 2. Spectre électromagnétique : région des courtes longueurs d'onde. (d'après Attwood 1999). IR : Infrarouge, UV : Ultraviolet, VUV : Vacuum Ultraviolet - Ultraviolets du vide

Comme représenté sur la Figure 2, on pourra aussi bien raisonner en longueur d'onde qu'en énergie de photons par conversion d'après la relation de Planck-Einstein suivante :

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \hbar\omega \quad (1)$$

avec E l'énergie des photons en Joule (J), λ la longueur d'onde en m, h la constante de Planck ($h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$), c la célérité de la lumière dans le vide ($c = 299792458 \text{ m/s}$), $\hbar = \frac{h}{2\pi}$ et ω la pulsation du photon. L'énergie des photons est généralement exprimée en électrons-volts (eV) telle que $E \text{ (eV)} = \frac{E \text{ (J)}}{e}$ où e est la charge élémentaire de l'électron qui vaut $1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$. On utilise fréquemment la relation de conversion sous la forme :

$$E \text{ (eV)} \approx \frac{1239,8}{\lambda \text{ (nm)}} \quad (2)$$

La littérature comporte de nombreux ouvrages de qualité qui décrivent en détail les interactions lumière-matière dans notre gamme d'intérêt, et traitent des systèmes optiques interférentiels multicouches. Nous citerons plusieurs articles tout au long de ce manuscrit, mais établir une bibliographie historique complète serait bien trop lourd et hors de propos dans le cadre de cette thèse. Pour simplifier et ne garder que l'essentiel, on peut se référer à quelques ouvrages relativement récents dans lesquels on trouve des bibliographies et des références plus anciennes, qui complètent totalement les quelques principes que nous présentons dans la suite de ce chapitre. On peut citer les travaux de Eberhard Spiller [6] sur le développement des revêtements optiques

interférentiels pour la gamme des rayons X mous, dans lesquels il passe en revue les grands principes de l'optique similaires à ceux que nous présentons. On trouve également de nombreux détails théoriques plus généralistes dans les travaux sur les filtres optiques interférentiels de Angus MacLeod [7]. Plus particulièrement, on choisit de s'appuyer ici sur les travaux de David Attwood [8], une réédition mise à jour de son livre édité pour la première fois en 2000, pour rappeler les principes théoriques de ces interactions dans la gamme XUV, puisque ils nous seront très utiles pour comprendre la physique des revêtements interférentiels au cœur de ces travaux de thèse.

1.1.2. Interactions rayons X-matière : effet photoélectrique et fluorescence

Dans la gamme de rayonnement XUV, on abordera deux grands types d'interaction lumière-matière que sont **l'effet photoélectrique** et **la fluorescence**.

Les photons XUV peuvent interagir avec les électrons des niveaux électroniques d'un atome par effet photoélectrique. On rappelle qu'au sein d'un atome, les électrons sont répartis sur plusieurs niveaux électroniques (K, L, M, etc.), eux-mêmes divisés en sous-couches (L_1, L_2, L_3 ou M_1, M_2 , etc). Par exemple, si l'énergie $h\nu$ du photon incident est supérieure à l'énergie de liaison de la couche K notée $E_{abs,K}$, alors le photon sera absorbé par l'atome et expulsera un électron de la couche K d'énergie cinétique $E_{cinétique} = h\nu - E_{abs,K}$. Ce mécanisme correspond à **un seuil ou une raie d'absorption** spécifique à l'atome considéré. La spectroscopie de photoélectrons X est une technique de caractérisation de surface d'échantillon qui repose sur ce principe (voir Chapitre 2 – Spectrométrie de photoélectrons X). Parallèlement, lorsqu'un atome se trouve dans un état excité et qu'il manque un électron sur une couche interne, l'atome peut revenir à un état stable par transition d'un électron d'une couche supérieure vers la couche inférieure incomplète. Cette transition peut s'accompagner de l'émission d'un photon – phénomène de fluorescence - dont l'énergie correspond à la différence d'énergie entre les deux couches impliquées : c'est **une raie d'émission caractéristique de l'atome d'origine**. On désigne par $K\alpha$ une raie d'émission issue d'une transition électronique d'un niveau L vers un niveau K ; s'il s'agit d'une transition d'un niveau M à un niveau K, on aura une raie d'émission $K\beta$ et ainsi de suite. Selon les sous-couches on indiquera un seuil d'absorption L_1, L_2, L_3 , etc. On indique dans la Figure 3 un diagramme de quelques transitions électroniques possibles et quelques valeurs de seuils d'absorption de l'élément cuivre.

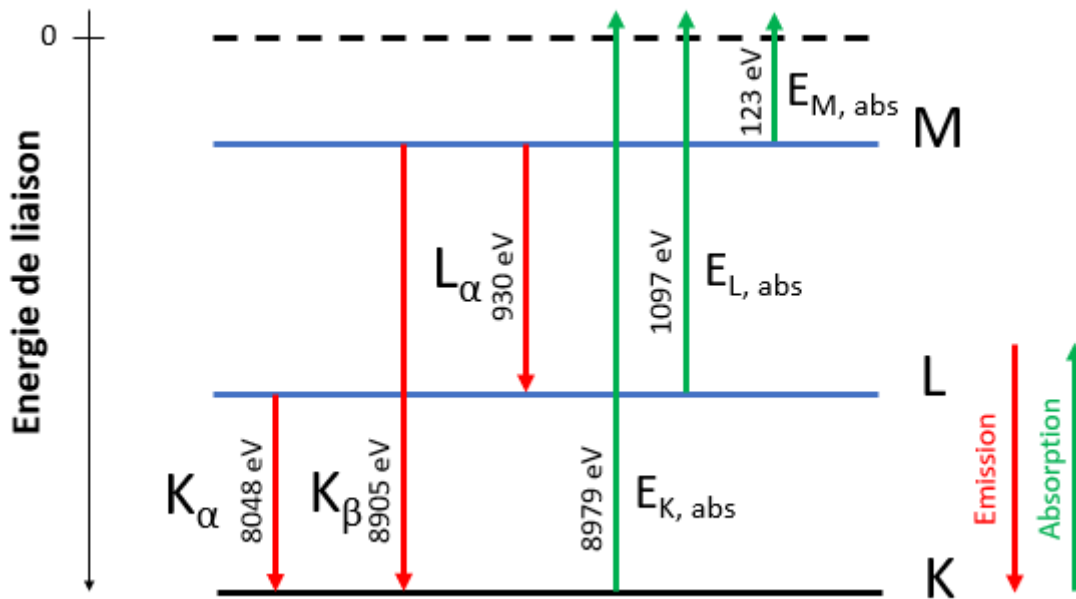


Figure 3. Schéma simplifié de quelques valeurs de raies d'émission et de seuils d'absorption entre les niveaux électroniques du Cuivre

Il peut également y avoir photoexcitation si l'énergie est inférieure au seuil d'ionisation. Dans ce cas, on aura aussi une raie d'absorption. Nous verrons par la suite que les seuils d'absorption jouent un rôle prépondérant dans la conception des revêtements interférentiels, et que des raies d'émission EUV provenant de la couronne solaire sont d'un très grand intérêt pour les astrophysiciens puisqu'elles sont porteuses de nombreuses informations sur les phénomènes atmosphériques de notre Soleil.

1.1.3. Facteurs de diffusion atomique et indices optiques

Dans cette section, nous nous sommes basés sur le formalisme développé dans l'ouvrage de David Attwood [8]. Les principales formules qui nous seront utiles sont exposées ici et les détails des démonstrations peuvent être trouvées dans la référence citée.

- **Facteur de diffusion atomique : processus d'interaction à l'échelle microscopique**

Dans le domaine spectral XUV, on peut décrire les propriétés optiques d'un matériau d'après son **facteur de diffusion atomique**. Les photons sont diffusés par les électrons des atomes qu'ils rencontrent, et cette interaction caractéristique de l'atome sondé dépend de la pulsation de l'onde incidente ω et des pulsations de résonance des différents électrons ω_s , selon leur énergie de liaison au noyau. En utilisant le modèle de l'électron élastiquement lié, le facteur de diffusion atomique complexe $f^{(0)}(\omega)$ qui rend compte de ces paramètres peut s'écrire :

$$f^{(0)}(\omega) = \sum_s \frac{g_s \omega^2}{\omega^2 - \omega_s^2 + i\gamma\omega} \quad (3)$$

où γ est le facteur représentant les pertes d'énergies liées à la dissipation de l'onde – l'amortissement, et g_s représente la force de l'oscillateur, c'est-à-dire le nombre d'électrons intervenant à la pulsation de résonance ω_s . Les différents g_s vérifient :

$$\sum_s g_s = Z \quad (4)$$

avec Z le numéro atomique de l'atome considéré.

La probabilité de diffusion d'un photon XUV par un atome peut être définie par la section efficace de diffusion $\sigma(\omega)$:

$$\sigma(\omega) = \sigma_e |f^{(0)}(\omega)|^2 = \frac{8\pi}{3} r_e^2 |f^{(0)}(\omega)|^2 \quad (5)$$

avec σ_e la section efficace de diffusion par un électron libre, et r_e est le rayon classique de l'électron tel que $r_e = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} \approx 2,82 \cdot 10^{-15} \text{ m}$.

On décompose couramment le facteur de diffusion atomique sous sa forme complexe :

$$f^{(0)}(\omega) = f_1^{(0)}(\omega) - i f_2^{(0)}(\omega) \quad (6)$$

avec la partie réelle $f_1^{(0)}(\omega)$ qui correspond au nombre d'électrons libres participant à la résonance électronique, donc à la diffusion du rayonnement incident. La partie imaginaire $f_2^{(0)}(\omega)$ correspond à l'ensemble des processus d'atténuation de l'onde incidente dans le milieu.

- **Indice de réfraction : processus d'interaction à l'échelle macroscopique**

D'un point de vue macroscopique, un milieu est caractérisé par son indice de réfraction :

$$n(\omega) = \frac{c}{v_\phi} \quad (7)$$

qui relie la vitesse de phase de l'onde dans le milieu v_ϕ et la vitesse de l'onde dans le vide c .

L'indice de réfraction dépend fortement de la fréquence et surtout près des seuils de résonance, ce qui explique le phénomène de dispersion car les ondes de différentes fréquences se propagent à des vitesses de phases différentes. Si on se place dans le cas d'une équation de propagation d'une onde plane électromagnétique telle que :

$$E(z, t) = E_0 \exp[-i(\omega t - kz)] \quad (8)$$

Avec $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ le vecteur de propagation de l'onde dirigé vers l'avant, alors l'indice de réfraction en fonction de la fréquence s'écrit exactement :

$$n(\omega) \equiv \left[1 - \frac{e^2 n_a}{\epsilon_0 m} \sum_s \frac{g_s}{\omega^2 - \omega_s^2 + i\gamma\omega} \right]^{1/2} \quad (9)$$

Pour le rayonnement XUV, ω^2 est très grand devant le facteur $\frac{e^2 n_a}{\epsilon_0 m}$, donc on peut noter :

$$n(\omega) = 1 - \frac{1}{2} \frac{e^2 n_a}{\epsilon_0 m} \sum_s \frac{g_s}{\omega^2 - \omega_s^2 + i\gamma\omega} \quad (10)$$

Cette équation convient à la fois pour décrire une dispersion positive ou négative selon si la fréquence ω est inférieure ou supérieure à la fréquence de résonance ω_s .

A partir des équations 1.3 et 1.9, on peut exprimer l'indice de réfraction en fonction des facteurs de diffusion atomique :

$$\tilde{n}(\omega) = 1 - \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} \left[f_1^{(0)}(\omega) - i f_2^{(0)}(\omega) \right] \quad (11)$$

que l'on peut simplifier sous la forme :

$$\tilde{n}(\omega) = 1 - \delta(\omega) + i\beta(\omega) \quad (12)$$

$$\text{avec } \delta(\omega) = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_1^{(0)}(\omega) \quad (13) \quad \text{et } \beta(\omega) = \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} f_2^{(0)}(\omega) \quad (14)$$

avec n_a la densité atomique (nombre d'atomes par unité de volume) et λ la longueur d'onde.

Pour un milieu composé d'atomes différents, l'indice tient compte de la densité atomique de chaque espèce :

$$\tilde{n}(\omega) = 1 - \frac{n_a r_e \lambda^2}{2\pi} \sum_j n_j \left[f_{1,j}^{(0)}(\omega) - i f_{2,j}^{(0)}(\omega) \right] = 1 - \delta(\omega) + i\beta(\omega) \quad (15)$$

avec n_j la densité atomique de chaque espèce et $f_{1,j}^{(0)}$ et $f_{2,j}^{(0)}$ ses facteurs de diffusion atomique.

Maintenant que l'on a une expression simple de l'indice optique, si on considère l'équation de l'onde plane initiale et sa propagation dans un matériau avec une amplitude initiale E_0 , on peut écrire sa relation de dispersion sous la forme :

$$\frac{\omega}{k} = \frac{c}{n} = \frac{c}{1 - \delta + i\beta} \quad (16)$$

Et en remplaçant la valeur du vecteur d'onde k dans la direction définie par $\mathbf{k} \cdot \mathbf{z} = kz$ par son expression $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ dans l'équation de propagation, on peut identifier chaque terme comme suit :

$$E(z, t) = E_0 \underbrace{e^{-i\omega(t-\frac{z}{c})}}_{\text{Terme de propagation dans le vide}} \underbrace{e^{-i\left(\frac{2\pi\delta}{\lambda}\right)z}}_{\text{Terme de déphasage}} \underbrace{e^{-\left(\frac{2\pi\beta}{\lambda}\right)z}}_{\text{Terme d'atténuation}} \quad (17)$$

La particularité de cette gamme de rayonnement à courtes longueurs d'ondes, est que la fréquence de l'onde incidente ω est souvent supérieure à la fréquence de résonance des électrons ω_s , surtout près des seuils contrairement au reste du spectre électromagnétique. Les rayons XUV se propagent alors dans les matériaux avec une vitesse de phase supérieure à la célérité dans le vide, ce qui explique que l'indice de réfraction d'un matériau dans l'EUV peut être légèrement inférieur à l'unité (donc à l'indice du vide). La vitesse de groupe cependant reste toujours inférieure à la célérité de la lumière dans le vide. Ce sont ces propriétés qui donnent lieu au phénomène de réflexion totale.

- **Phénomène de réflexion totale**

Si on néglige l'absorption, on peut décrire la réfraction à l'interface entre un matériau d'indice \tilde{n} et le vide en appliquant les lois de Snell-Descartes :

$$\sin \phi_i = \tilde{n} \sin \phi_{refr} \quad (18)$$

Avec ϕ_i et ϕ_{refr} l'angle d'incidence et l'angle après réfraction mesurés par rapport à la normale respectivement (Figure 4).

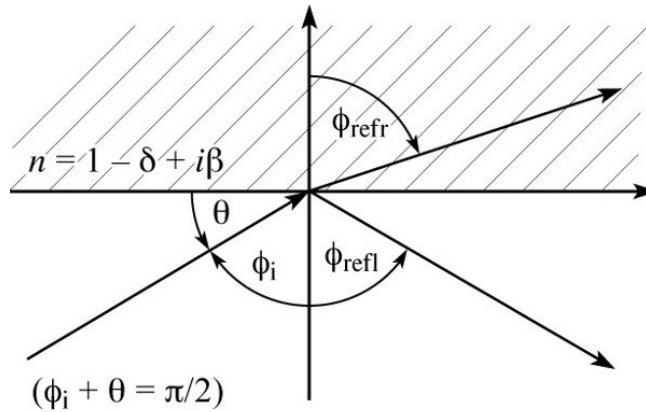


Figure 4. Schéma de réfraction et de réflexion à une interface [8]

Le phénomène de réflexion totale externe (Figure 5) se produit lorsque l'angle d'incidence sur le matériau est supérieur à une valeur critique $\phi_{i,c}$ telle que $\phi_{refr,c} = \frac{\pi}{2}$. De manière équivalente, l'onde est totalement réfléchi lorsque l'angle de rasance θ est inférieur à l'angle de rasance critique θ_c , ce qu'on peut décrire par :

$$\sin \phi_{i,c} = \cos \theta_c = 1 - \delta \quad (19)$$

Et pour $\theta_c \ll 1$, l'angle critique s'écrit :

$$\theta_c \cong \sqrt{2\delta} = \sqrt{\frac{n_a r_e \lambda^2}{\pi} f_1^{(0)}(\omega)} \quad (20)$$

(Ce résultat a été obtenu pour la première fois par Compton en 1922.)

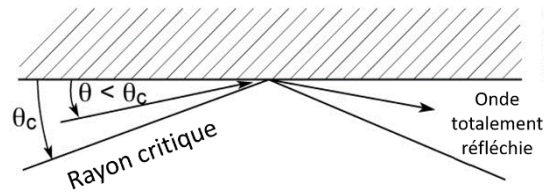


Figure 5. Schéma de principe de la réflexion totale

Dans ces conditions, l'angle critique est directement lié à la partie réelle de l'indice optique du matériau. De plus, du fait que la densité atomique n_a varie très lentement dans la table périodique des éléments, la valeur de l'angle critique est proportionnelle au numéro atomique Z :

$$\theta_c \propto \lambda \sqrt{Z} \quad (21)$$

De façon plus réaliste, lorsque le matériau est absorbant (ce qui est systématiquement le cas dans l'EUV), la réflexion n'est pas totale et diminue quand l'angle d'incidence augmente (Figure 6). Cette décroissance est d'autant plus lente que le rapport β/δ est petit [9].

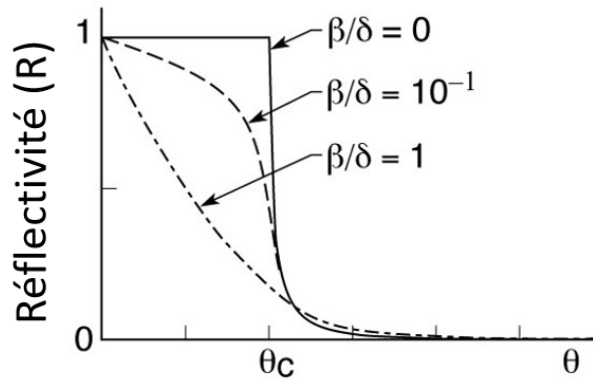


Figure 6. Effet du rapport β/δ sur la réflectivité et l'angle critique [8]

- **Longueur d'atténuation**

A cause de l'absorption, le champ électrique de l'onde incidente décroît de façon exponentielle dans le milieu. On peut déterminer la longueur d'atténuation l_{att} de l'onde se propageant dans le matériau d'après la loi de Beer-Lambert qui reste valable dans le domaine XUV. Pour une onde d'intensité $I(z)$ se propageant selon la direction z dans le milieu d'indice $\tilde{n} = 1 - \delta + i\beta$, on peut écrire :

$$I(z) = I_0 \exp(-z/l_{att}) \quad (22)$$

où I_0 est l'intensité de l'onde incidente sur le milieu. Selon les équations de propagation, cela équivaut à :

$$I(z) = I_0 \exp\left(-z \times \frac{4\pi\beta}{\lambda}\right) \quad (23)$$

D'où la longueur d'atténuation d'une onde dans un matériau qui s'écrit :

$$l_{att} = \frac{\lambda}{4\pi\beta} \quad (24)$$

Dans le chapitre 3, on abordera plus en détails la question des indices optiques et notamment les incertitudes des valeurs entre 10 et 100 nm de longueur d'onde. Dans l'EUV, la longueur d'atténuation est de l'ordre de la centaine de nanomètres. Pour l'exemple, on peut illustrer ici quelques valeurs de longueurs d'atténuation de matériaux utilisés dans ces travaux.

Tableau 1. Valeurs de longueur d'atténuation et de coefficients d'indices optiques pour plusieurs longueurs d'onde et matériaux d'après la base de données du CXRO

	λ (nm)	Al	Sc	Mo	SiC
D (g/cm³)		2,699	2,989	10,22	3,217
l_{att} (μm)	20	0,73	0,12	0,014	0,11
	40	0,41	0,031	0,025	0,031
	0,154	79,1	17,93	6,55	71,17
δ	20	0,0043	0,07619	0,2096	0,0602
	40	0,0989	-0,1442	0,3254	0,2603
	0,154	8,4652.10 ⁻⁶	9,0979.10 ⁻⁶	2,8640.10 ⁻⁵	1,0420.10 ⁻⁵
β	20	0,0022	0,0131	0,1113	0,0148
	40	0,0078	0,1014	0,1255	0,1017
	0,154	1,5496.10 ⁻⁷	6,8362.10 ⁻⁷	1,8724.10 ⁻⁶	1,7220.10 ⁻⁷

1.2. Les astres et objets astrophysiques sources de rayonnement EUV

Du fait de l'absorption non-négligeable dans l'EUV, cette gamme spectrale a été longtemps écartée au profit de rayonnements plus faciles à détecter pour sonder le ciel. Cependant, de nombreuses sources EUV existent dans l'Univers, et ces photons sont riches d'informations car ils sont liés à la structure même de leur atome d'origine. Dans cette section, on illustre les différentes origines astrophysiques de rayonnement EUV, et en particulier les émissions provenant de la couronne solaire.

1.2.1. Les différentes sources de rayonnement EUV

Dans leur livre « Extreme Ultraviolet Astronomy » [10], les auteurs mettent en lumière les enjeux de l'astronomie dans l'extrême ultraviolet (10 nm à 100 nm de longueur d'onde). Ils y font un retour historique sur les missions orbitales depuis les années 1960 qui embarquaient les premiers systèmes d'observation dans l'EUV avec leurs limitations technologiques, et sur les premiers catalogues des différentes sources astrophysiques d'émission dans l'EUV.

Les rayonnements EUV sont principalement associés à l'existence de gaz chauds dans l'Univers de l'ordre de $10^5 - 10^7$ K. Ils peuvent provenir de la recombinaison d'ions et d'électrons dans un plasma chaud optiquement mince, donnant lieu à des spectres discrets de raies d'émission typiques d'atmosphères solaires et stellaires actives, d'étoiles chaudes de catégorie O et B, de rémanents de supernova et de groupements de galaxies. Les naines blanches chaudes, les étoiles centrales de nébuleuses planétaires et les étoiles à neutron sont des sources potentielles de spectres EUV essentiellement continus, caractéristiques d'un milieu chaud plus opaque.

L'absorption par la densité de poussière du milieu interstellaire (en anglais ISM pour Interstellar Medium) sur de très longues distances est un facteur limitant les observations dans l'EUV de galaxies ou d'étoiles lointaines. Pendant longtemps, il était admis que cette gamme spectrale resterait inobservable à cause de ce paramètre jusqu'à ce que Cruddace et al. (1974) [11] en prédise la possibilité. Les missions Einstein [12] et EXOSAT [13] lancés en 1978 et en 1983 respectivement, étaient les premiers véritables observatoires spatiaux équipés de télescopes imageurs optimisés dans le domaine spectral des rayons X mous, mais ils présentaient tout de même une réponse spectrale possible jusque dans l'EUV. Ensuite, les missions ROSAT WFC (1990) [14] et EUVE (1992) ont permis d'établir les premiers catalogues de sources EUV : le Bright Source Catalogue [15] puis sa mise à jour 2 RE [16] pour les données de WFC, et les relevés de EUVE [17] ont permis le recensement d'environ 732 sources différentes.

Les configurations en incidence rasante des télescopes employés pour ces premières missions ne permettaient pas une résolution optimale pour analyser les détails des données recensées. Les missions ALEXIS [18] puis J-PEX [19] ont permis de compléter ces données en visant des gammes spectrales moins étendues mais plus résolues grâce à des miroirs interférentiels multicouches en incidence normale pour ALEXIS, puis grâce à des réseaux de diffraction en réflexion pour le spectroscopie haute-résolution J-PEX.

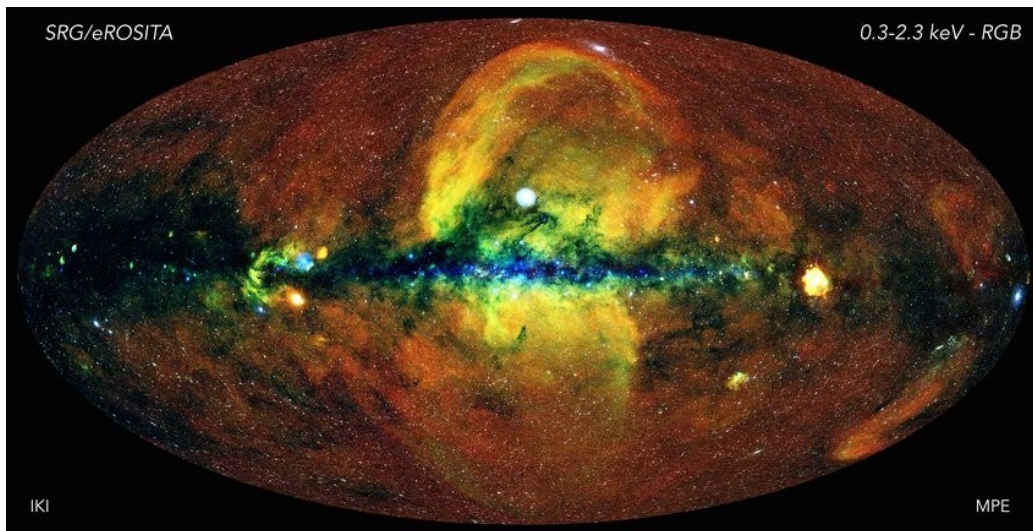


Figure 7. Nouvelle cartographie de l'Univers visible avec près d'un million de sources X détectées par eROSITA, lancée en juillet 2019. En rouge sur la carte pour la bande [300-600 eV], en vert pour la bande [0,6-1 keV] et en bleu pour la bande [1-2,3 keV].

Bien moins pénalisés par la densité de poussière dans le milieu interstellaire, les rayons X sont plus couramment étudiés pour caractériser divers objets astronomiques allant des étoiles jusqu'aux groupements de galaxies, en passant par des trous noirs [20]. Lancée en juillet 2019, la sonde eROSITA [21] par exemple a permis d'établir une nouvelle carte de l'Univers visible en détectant près d'un million de sources différentes de rayons X en couvrant une gamme d'énergie allant de 0,3 à 2,3 keV (Figure 7).

1.2.2. *Le Soleil : les rayons EUV de sa couronne*

Dans ces travaux, on s'intéresse particulièrement au Soleil et l'activité intense de sa couronne. Situé à 149,6 millions de kilomètres de la Terre, le Soleil est l'une des 250 milliards (+/- 150 milliards) étoiles de la Voie Lactée, mais sa proximité avec la Terre en fait l'astre idéal à étudier. Comme toutes les étoiles, il se maintient en équilibre hydrostatique entre les forces de répulsion liées aux mécanismes de fusion des noyaux d'hydrogènes et d'hélium – son carburant - en son cœur, et sa propre gravité. On peut définir le rayon solaire comme la distance allant du centre jusqu'à la photosphère, en-dessous de laquelle les gaz sont si denses que la structure est opaque, et au-delà de laquelle ils deviennent transparents. Sa structure interne est constituée d'un cœur en fusion atteignant près de 15 millions de kelvins, d'une zone de radiation puis d'une zone de convection. La densité de la zone radiative (entre 0,25 et 0,7 rayon solaire) est si importante que les photons X et gamma produits prennent entre 10 000 et 150 000 ans pour transiter du cœur à la surface à cause des absorptions et réémissions successives. La température de la zone radiative diminue jusqu'à 2 millions de kelvin, puis la zone convective baisse encore jusqu'à 5800 kelvins ce qui correspond à la température superficielle de l'étoile. La zone convective est séparée de la zone radiative par une limite épaisse d'environ 3000 km désignée sous le nom de tachocline. Cette zone intermédiaire est une

couche qui subit un cisaillement fort (on passe d'une rotation solide en-dessous à une rotation différentielle avec la latitude au-dessus) dans laquelle on soupçonne que le champ magnétique se forme par effet dynamo (Figure 8).

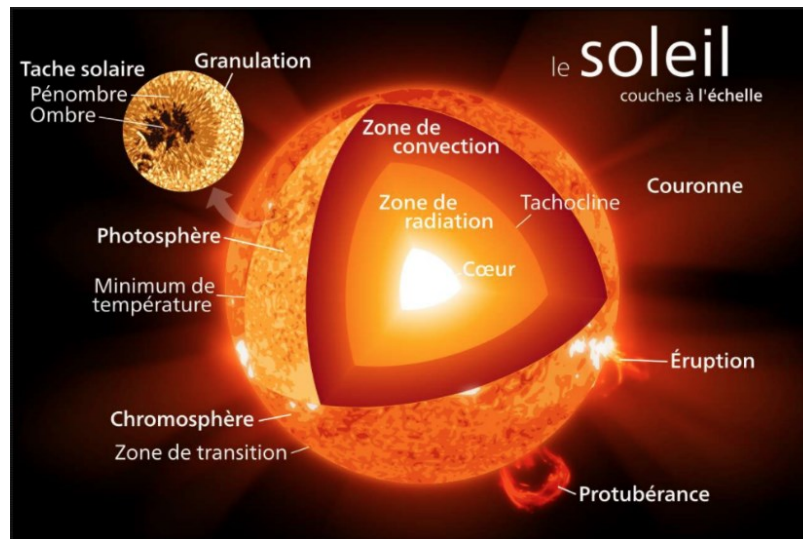


Figure 8. Schéma de la structure du Soleil à l'échelle (Source : Futura-Sciences)

D'après le diagramme d'Hertzsprung-Russell (Figure 9), le Soleil peut être placé dans la catégorie des étoiles de classe G de la séquence principale dont la température superficielle atteint les 5800 K. Cette température est déterminée selon la loi de Wien reliant la longueur d'onde λ_{max} correspondant au maximum d'émission, exprimé en mètres, à la température de surface du corps incandescent T , exprimée en Kelvin : $\lambda_{max} \times T = 2,89. 10^{-3} m. K$. On peut alors supposer que les modèles déduits de son observation peuvent s'appliquer aux autres étoiles de sa catégorie.

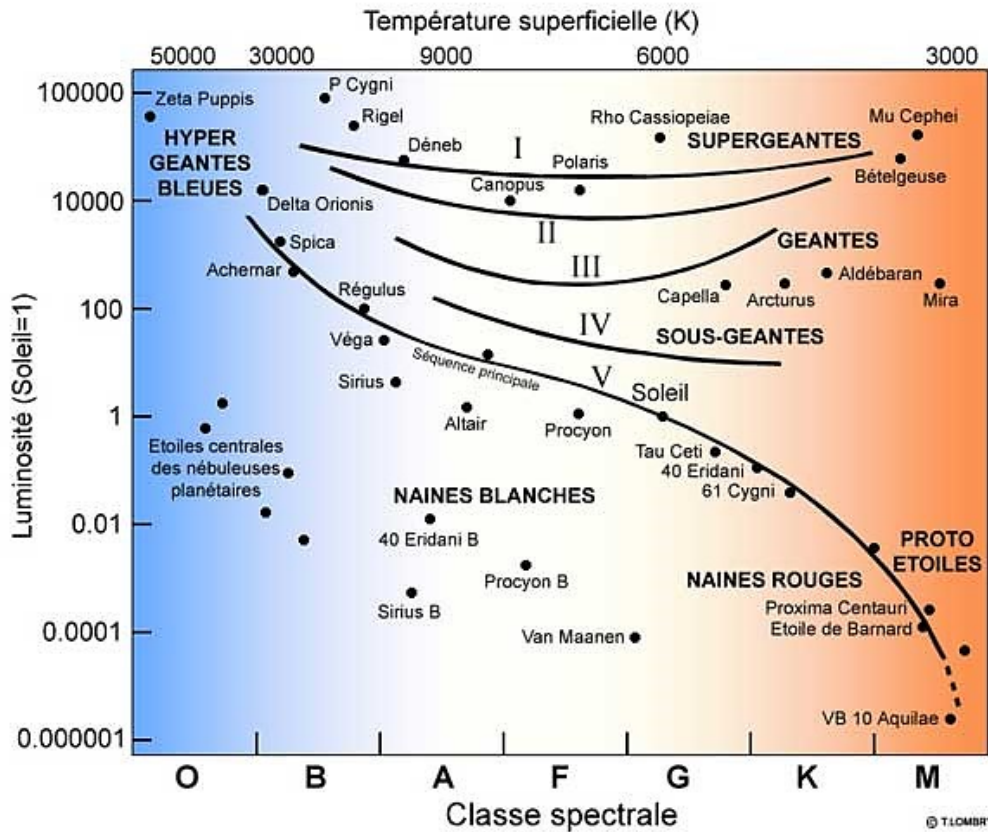


Figure 9. Diagramme de Hertzsprung-Russell donnant la relation entre température superficielle et luminosité d'une étoile (Crédit : T. Lombry – Source : Site Observatoire de Paris)

Actuellement, des observatoires terrestres équipés d'optiques adaptatives très performantes tels que le télescope DKIST (Daniel K. Inouye Solar Telescope, Hawaii) [22] couvrant une large gamme de longueurs d'onde du visible à l'infrarouge – de 380 nm à 5000 nm - permettent d'obtenir des images hautement résolues de la surface du Soleil (Figure 10). Sur ces images, on distingue les gigantesques cellules de convection qui correspondent à l'activité perpétuelle de la zone convective dans laquelle la matière très chaude (2 millions de K) migre en surface pour refroidir à 5800 K, puis plonge à nouveau en profondeur et ainsi de suite, formant ces structures bien observables dans l'IR et le visible.

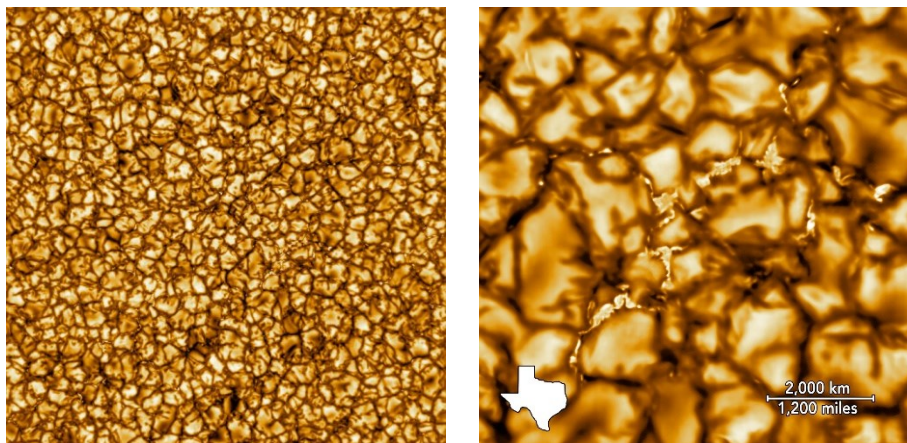


Figure 10. Premières images publiées de la surface du Soleil prises par le télescope DKIST (Daniel K. Inouye, Hawaii) le 28 janvier 2020. Il s'agit des images les plus hautement résolues dans le spectre visible-infrarouge actuelles. Chaque "cellule" à la surface du Soleil fait environ la taille du Texas. La résolution de DKIST est d'environ 30 km. (Source : NSO/NSF/AURA)

Cependant, une partie du spectre solaire prend la forme de raies discrètes dans l'extrême ultraviolet et est émise par la couronne (Figure 11). Elle est la couche la plus externe de l'atmosphère solaire et est constituée d'un plasma chaud et optiquement mince atteignant jusqu'à 2 millions de degrés contrastant avec les 5800 K de la surface. La température y est telle que les atomes y sont très fortement ionisés et émettent des raies d'émission élémentaires EUV. Totalement absorbés par l'atmosphère terrestre, ces photons ne peuvent donc être observés uniquement par des télescopes spatiaux embarqués à bord de satellites ou de fusées-sondes.

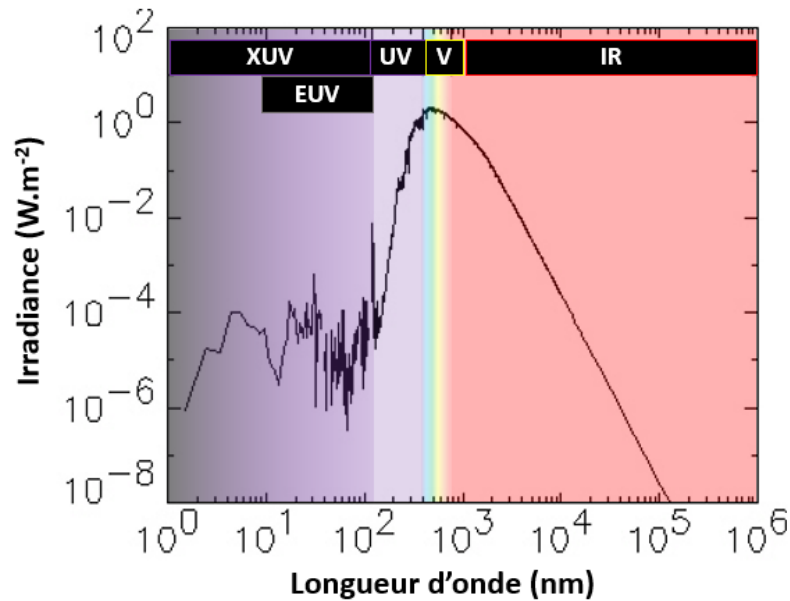


Figure 11. Spectre d'émission du Soleil

Dans le plasma de la couronne solaire, l'état d'ionisation (nombre d'électrons arrachés) dépend surtout des énergies de liaison des différents électrons et de la température électronique du plasma κT_e . Les électrons les plus externes dans un atome à multiples électrons sont maintenus par seulement quelques électron volts, alors que les électrons des niveaux de cœur K, L et M sont plus proches du noyau et sont maintenus avec une énergie plus grande, allant d'une centaine à plusieurs milliers d'électron volts. Généralement, de multiples états d'ionisation sont créés ayant chacun leurs propres raies d'émission caractéristiques, d'où l'émission d'un spectre complexe et riche de plusieurs raies spectrales. Plus précisément, les électrons du plasma sont caractérisés par une seule température électronique κT_e avec la constante de Boltzmann $\kappa = 8,6174 \times 10^{-5} \text{ eV/K}$. Ainsi, une température de 100 eV correspond à $1,16 \times 10^6$ Kelvin (K) lorsqu'elle est exprimée en énergie. La détection des différentes raies d'émission donne alors des informations sur le plasma solaire pour différentes altitudes en fonction de la température et de la densité électronique, et par extension pour différentes zones de l'atmosphère solaire (Figure 12).

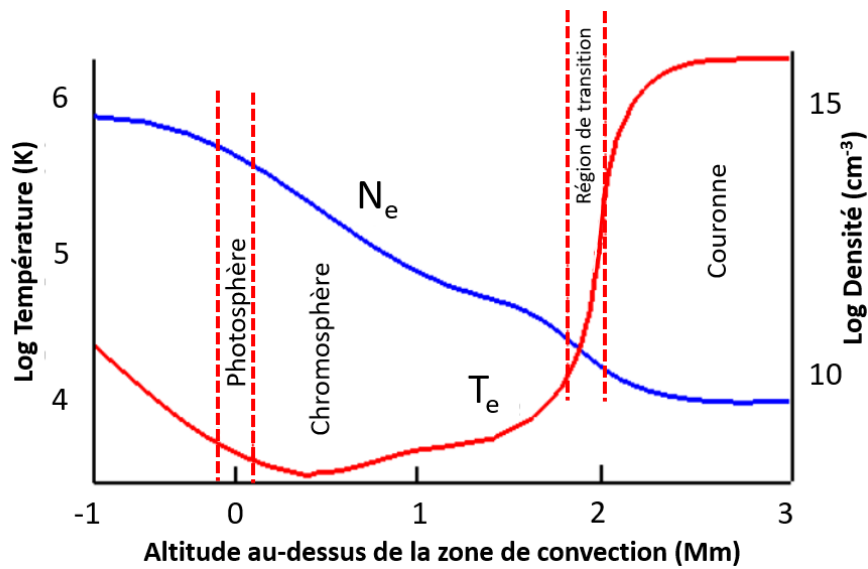


Figure 12. Evolution de la température et de la densité électronique du plasma solaire en fonction de l'altitude au-dessus de la photosphère d'après [23]

La base de données CHIANTI, dont on présente un extrait dans le Tableau 2, référence les différentes raies d'émission dans l'EUV de l'atmosphère solaire avec les énergies, températures et intensités caractéristiques des raies spectrales associées à leurs ions émetteurs et les régions d'où elles sont émises [24].

Tableau 2. Raies spectrales EUV émises par la couronne solaire d'après la base de données CHIANTI

E (eV)	λ (nm)	Ion Emetteur	Log(T) [K]	Région de l'atmosphère du Soleil
132,6	9,35	Fe XVIII	6,8	Zone d'éruption
94,6	13,1	Fe VIII	5,7	Région de transition
93,9	13,2	Fe XX	7,0-7,1	Zone d'éruption
91,2	13,6	Fe XXII	7,1	Zone d'éruption
72,5	17,1	Fe IX	5,9	Couronne calme, région de transition haute
70,8	17,5	Fe X	6	Couronne calme, région de transition haute
64,6	19,2	Fe XXIV	7,2	Couronne et « flare » chaud
63,6	19,5	Fe XII	6,1-6,2	Couronne et « flare » chaud
58,8	21,1	Fe XIV	6,3	Région active de la couronne
49,0	25,3	Fe XXII	7,1	Région active
48,6	25,5	Fe XXIV	7,2	Région active
43,7	28,4	Fe XV	6,4	Région active
40,8	30,4	He II	4,9	Chromosphère, région de transition
37,0	33,5	Fe XVI	6,8	Région active
26,7	46,5	Ne VII	5,7	Région de transition
21,2	58,4	He I	4,5	Chromosphère
19,7	63	O V	5,3	Région de transition

Plusieurs phénomènes liés à l'activité solaire peu ou non observables dans le reste du spectre électromagnétique, sont particulièrement intéressants à observer dans l'EUV comme le vent solaire, les éruptions solaires et les éjections de masse coronale (CMEs Coronal Mass Ejections).

Le Soleil émet en continu des particules chargées hors de son atmosphère, ce que l'on appelle le vent solaire constitué, comme le reste du Soleil, essentiellement d'électrons, de protons et de particules alpha ($^4\text{He}^{2+}$) ayant une énergie cinétique comprise entre 0,5 et 10 keV. Ce vent solaire est associé au champ magnétique héliosphérique qui se propage dans tout le système solaire, et il atteint des vitesses supersoniques allant de 250 à 750 kilomètres par seconde. Les mécanismes d'accélération du vent solaire sont encore aujourd'hui à l'étude. Par ailleurs, les éruptions et les éjections de masse coronale sont des phénomènes énergétiques se produisant dans la couronne solaire. Leur observation est particulièrement riche d'informations dans l'EUV (Figure 13 & Figure 14) et les mécanismes de formation dans l'atmosphère solaire sont très complexes à analyser.

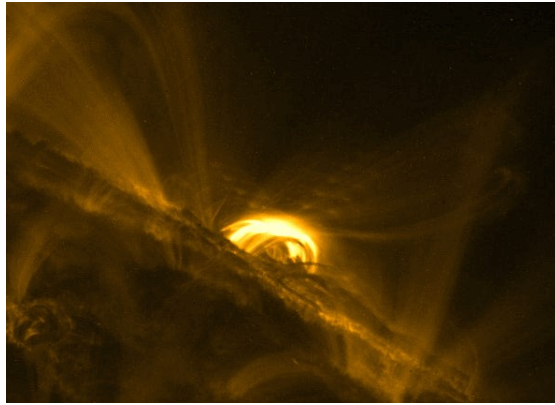


Figure 13. Eruption "flare" de classe X observée par TRACE à 16:45 UT le 22 Novembre 1998 dans la bande passante 17,1 nm, caractéristique d'un plasma de 1 million de degrés (<http://soi.stanford.edu/results/SolPhys200/Schrijver/TRACEpodarchive.html>)

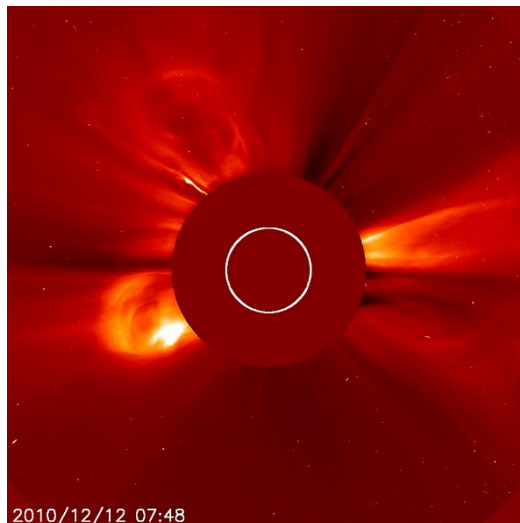


Figure 14. Trois éjections de masse coronale (CME) observées par le coronographe C2 de SOHO le 12 Décembre 2010 (<https://sohowww.nascom.nasa.gov/pickoftheweek/old/17dec2010/>)

Le Soleil suit un cycle d'activité d'environ 11 ans se caractérisant par l'apparition régulière de taches réparties autour de la ceinture équatoriale. Elles correspondent aux régions actives observées dans

l'EUV et l'on observe un nombre d'éruptions plus élevé en période de maximum d'activité. (Figure 15).

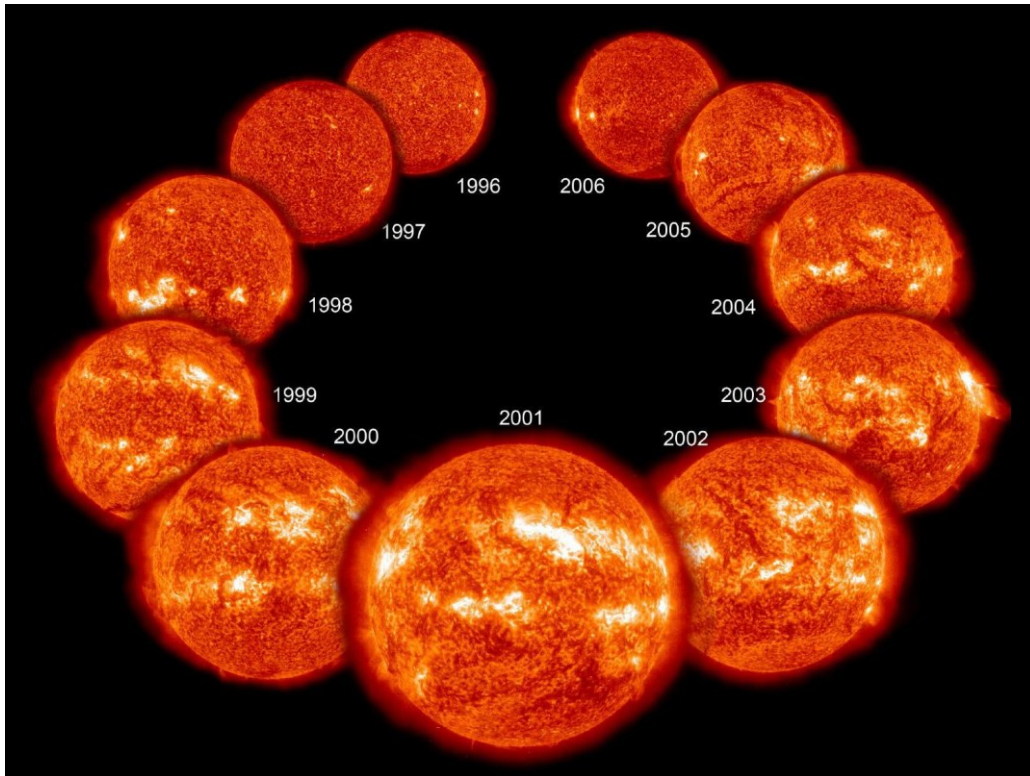


Figure 15. Images du Soleil prises par le satellite SoHO (He II à 30,4 nm de longueur d'onde) au cours d'un cycle solaire. Le maximum d'activité a été atteint en 2001 alors que les années 1996 et 2006 correspondent aux minima d'activité solaire. Source : NASA – SoHO

Tous ces événements se produisent dans les différentes régions de l'atmosphère solaire citées dans le Tableau 2. Leur occurrence peut impacter les activités humaines, la Terre et l'ensemble du système solaire, c'est pourquoi l'observation des raies d'émission EUV qui y sont associés sont essentielles pour comprendre leurs mécanismes, et éventuellement les prévoir dans le cadre du développement de la météorologie spatiale.

Nous allons voir dans la section qui suit l'évolution des télescopes de leur invention jusqu'à nos jours dans un bref rappel historique, avant de mettre en lumière le principe et l'importance des miroirs interférentiels multicouches pour les instruments d'observation solaire dans l'extrême ultraviolet.

2. LES MIROIRS MULTICOUCHES INTERFERENTIELS AU SERVICE DE LA PHYSIQUE SOLAIRE

2.1. De la lunette astronomique aux télescopes réflecteurs

Nous avons vu précédemment que les rayons XUV sont très vite absorbés par la matière et cela comprend l'atmosphère terrestre. Afin d'observer les émissions XUV des différents objets astrophysiques évoqués, nous avons besoin de conditions d'observation et d'instrumentation optique adaptées. Toute observation XUV devra se faire soit à très haute altitude à l'aide de fusées-sondes ou idéalement à bord de satellites. L'absorption exclut d'utiliser des systèmes optiques réfractifs, c'est-à-dire équipés de lentilles. Seuls les télescopes réflecteurs équipés de miroirs peuvent être envisagés.

Tableau 3. Différents types de télescopes réflectifs adaptés au spectre visible avec leur date d'invention et leurs principales caractéristiques

Invention	Type de télescope	Miroir primaire	Miroir secondaire	Avantages	Inconvénients
1671	Newton	Concave parabolique	Plan incliné à 45°	Peu cher, construction facile, observation confortable	Aberration de coma (miroir parabolique) => réduction champ utilisable
1672	Cassegrain	Concave parabolique percé sur axe optique	Convexe hyperbolique	Compacité, pas d'aberration sphérique	Aberration de coma (miroir parabolique) => réduction champ utilisable
1673	Gregory	Concave parabolique	Concave elliptique	Construction facile, utilisation jusqu'à fin XIXème siècle	Aberration de coma (miroir parabolique) => réduction champ utilisable
1845	Nasmyth	Concave parabolique percé sur axe optique	Convexe hyperbolique + miroir plan incliné à 45°	Efficacité du Cassegrain et confort d'observation du Newton.	Aberration de coma (miroir parabolique) => réduction champ utilisable
1927	Ritchey-Chrétien	Concave hyperbolique	Convexe hyperbolique	Pas d'aberration sphérique, pas d'aberration de coma	Astigmatisme, courbure de champ. Obstruction centrale limite la performance en contraste (25%).
1930	Schmidt-Cassegrain	Concave sphérique percé sur axe optique + lame de Schmidt (lentille)	Convexe hyperbolique	Sphérique simple à fabriquer, moins cher. Correction d'aberration sphérique avec lame de Schmidt. Peu d'aberrations chromatiques, adapté aux objets assez lumineux.	Aberration de coma. Surface de focalisation non plane, bord du champ pas net. Obstruction centrale limite la performance en contraste (12%).
1941	Maksutov-Cassegrain	Concave sphérique percé sur axe optique + ménisque légèrement divergent	Convexe sphérique	Correction de coma et aberration chromatique. Peu cher, construction facile	

Historiquement, le premier instrument optique conçu pour l'observation du ciel était une lunette astronomique à lentille mise au point par Galilée en 1609. Cette invention revient cependant au néerlandais Hans Lippershey qui fut le premier à proposer une lunette d'approche grossissant jusqu'à trois fois les objets en les déformant en 1608. Malgré une composition simple, elle permit à Galilée d'observer pour la première fois de l'Histoire les lunes de Jupiter : Io, Ganymède, Europe et Callisto, ainsi que les phases de Mars et les détails de la surface de la Lune. L'Histoire avançant, les systèmes optiques réfractifs évoluent jusqu'aux très grandes lunettes de la fin du XIXème abandonnées pour les systèmes réflecteurs (miroirs) à partir du début du XXème siècle. Le premier télescope de Newton présenté en 1671, est constitué de miroirs en bronze poli dont le primaire est un miroir concave parabolique, et le secondaire un miroir plan incliné à 45°. S'en sont suivis les télescopes réflecteurs de Cassegrain en 1672, Gregory en 1673 et Ritchey-Chrétien en 1927 (Tableau 3). Exception aux télescopes à deux miroirs, le faible pouvoir réflecteur des premiers miroirs métalliques a également amené William Herschel (1738-1822) à développer un télescope équipé d'un unique miroir pour économiser une surface réfléchissante et améliorer la luminosité de l'instrument.

Pour l'astronomie X en particulier, un type de télescope réflectif fonctionnant en incidence rasante - typiquement entre $0,1^\circ$ et 2° donc proche de l'angle critique de réflexion totale - a été mis au point par Hans Wolter en 1952. Il s'agit d'utiliser deux miroirs confocaux (ayant le même foyer) à symétrie de révolution (paraboloïde, hyperboloïde ou ellipsoïde) réfléchissant les faisceaux X de la source à l'infini successivement pour former une image au foyer commun. Hans Wolter décrit trois types de télescopes possibles (type I, II et III) mais le type I est majoritairement utilisé car il présente l'avantage d'avoir la focale la plus courte, et la possibilité d'accroître fortement la surface réfléchissante en imbriquant des miroirs les uns dans les autres (Figure 16). La mission Einstein mise en orbite en 1978 était la première à embarquer un télescope de type Wolter I. Sa surface collectrice était de 300 cm^2 pour des énergies inférieures à 2 keV, mais diminuait drastiquement à 50 cm^2 pour des énergies supérieures à 3,5 keV.

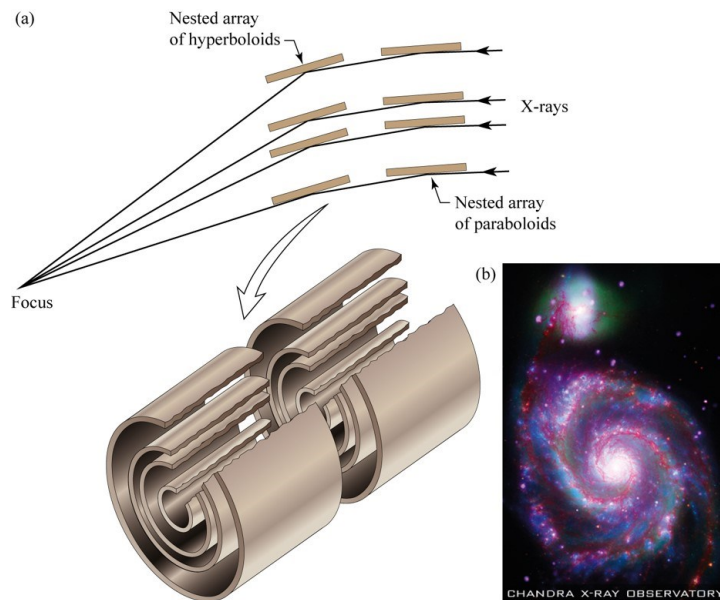


Figure 16. Schéma de principe d'un télescope Wolter de type I avec un montage de miroirs imbriqués (a) et image composite de la galaxie M51 prise par le satellite Chandra X-Ray Observatory (b) (Courtesy of D. Schwartz – Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics and NASA – from Attwood AST210 Chap.1)

Les missions d'observation solaire dans l'EUV évoquées dans ces travaux sont équipées principalement de télescopes de type Ritchey-Chrétien (Figure 17). Comme on l'explique dans la section suivante, pour les rendre efficaces dans la gamme EUV en incidence normale, les miroirs doivent être traités par un revêtement optique interférentiel comme cela a été le cas pour l'instrument EIT/SoHO [1] ou encore pour EUVI (A & B)/STEREO [2,25].

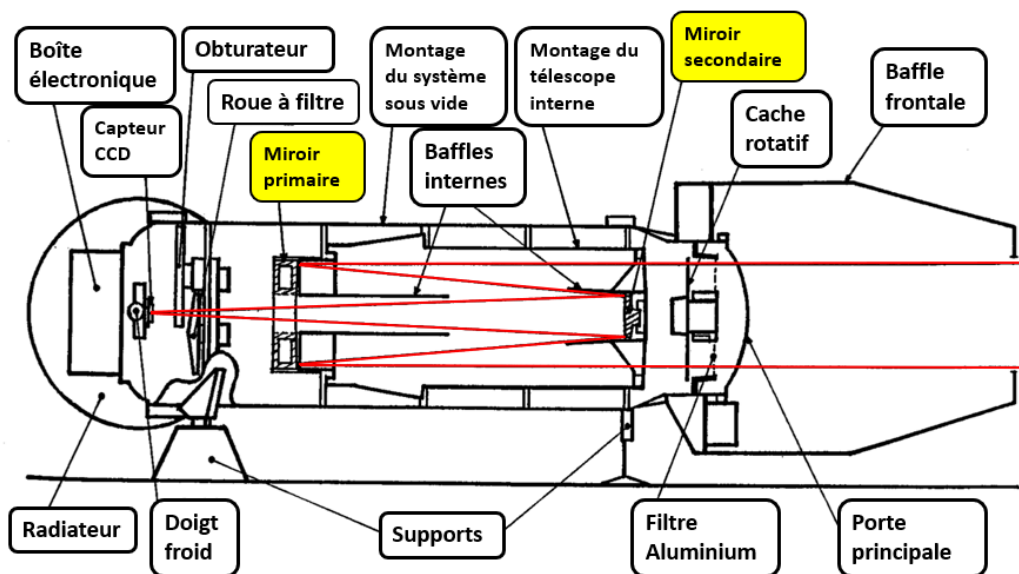


Figure 17. Schéma du télescope EIT en configuration Ritchey-Chrétien à bord de SoHO [1] (comme TRACE, EUVI A & B/STEREO, AIA/SDO, EUISolar Orbiter)

2.2. Principe des miroirs interférentiels

Après avoir montré les principales interactions lumière-matière dans la première partie de ce chapitre, on s'intéresse maintenant à la réflexion de ce rayonnement à l'interface entre deux milieux puis au sein d'une structure multicouche, qui est l'unique moyen de réfléchir efficacement la lumière XUV en incidence normale grâce au phénomène d'interférence.

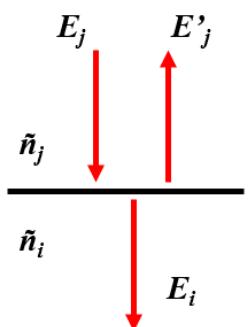
2.2.1. Principe théorique de fonctionnement des revêtements interférentiels

Historiquement, Thomas Young est le premier à énoncer le principe d'interférence de la lumière en 1801 s'opposant ainsi à la théorie corpusculaire de la lumière de Newton jusqu'alors faisant l'unanimité. Cependant, c'est à partir des travaux de Augustin Jean Fresnel qui va développer la théorie ondulatoire de la lumière en 1818, et donc de la diffraction, que la théorie corpusculaire va passer en second plan. Fresnel est dès lors considéré comme le fondateur de l'optique moderne.

- **Réflexion des rayons XUV à l'interface entre deux milieux**

Pour décrire la réflexion ou la transmission d'un faisceau XUV à l'interface entre deux milieux, on peut établir les coefficients de réflexion et de transmission en amplitude du champ électrique de l'onde considérée, encore appelées **coefficients de Fresnel**. Pour cela, on considère une onde électromagnétique plane incidente à une interface parfaite entre deux milieux d'indices complexes \tilde{n}_i et \tilde{n}_j . On appelle E_j le champ électrique de l'onde incidente, E_j' celui de l'onde réfléchie et E_i celui de l'onde transmise. Les coefficients de réflexion et de transmission en amplitude du champ électrique (respectivement $r_{j,i}$ et $t_{j,i}$) peuvent être calculés en utilisant les relations de continuité des champs électrique et magnétique à l'interface.

Dans le cas d'une incidence normale, on obtient :



$$\frac{|E_j'|}{|E_j|} = \frac{\tilde{n}_j - \tilde{n}_i}{\tilde{n}_j + \tilde{n}_i} \equiv r_{j,i} \quad (25)$$

$$\frac{|E_i|}{|E_j|} = \frac{2\tilde{n}_j}{\tilde{n}_j + \tilde{n}_i} \equiv t_{j,i} \quad (26)$$

Ainsi, on peut calculer la réflexion en incidence normale ($\phi = 0$) à l'interface entre le vide (indice vaut 1) et un matériau d'indice n :

$$R = |r_{1,n}|^2 = \frac{|1 - n|^2}{|1 + n|^2} = \frac{(1 - n)(1 - n^*)}{(1 + n)(1 + n^*)} \quad (27)$$

Et pour $n = 1 - \delta + i\beta$,

$$R = \frac{(\delta - i\beta)(\delta + i\beta)}{(2 - \delta + i\beta)(2 - \delta - i\beta)} = \frac{\delta^2 + \beta^2}{(2 - \delta)^2 + \beta^2} \quad (28)$$

Ce qui donne une bonne approximation de la réflectivité des rayons X et EUV en incidence normale pour $\delta \ll 1$ et $\beta \ll 1$ avec la relation :

$$R \simeq \frac{\delta^2 + \beta^2}{4} \quad (29)$$

Si on souhaite prendre en compte un angle d'incidence arbitraire ϕ , et la polarisation perpendiculaire (s) ou parallèle (p) au plan d'incidence, on a recours aux formules suivantes :

$$R_s = |r_s|^2 = \frac{|\cos \phi - \sqrt{n^2 - \sin^2 \phi}|^2}{|\cos \phi + \sqrt{n^2 - \sin^2 \phi}|^2} \quad (30)$$

$$R_p = |r_p|^2 = \frac{|n^2 \cos \phi - \sqrt{n^2 - \sin^2 \phi}|^2}{|n^2 \cos \phi + \sqrt{n^2 - \sin^2 \phi}|^2} \quad (31)$$

On peut maintenant illustrer la situation pour une couche d'or dont la réflectivité dans l'EUV est très différente selon l'angle d'incidence (Figure 18).

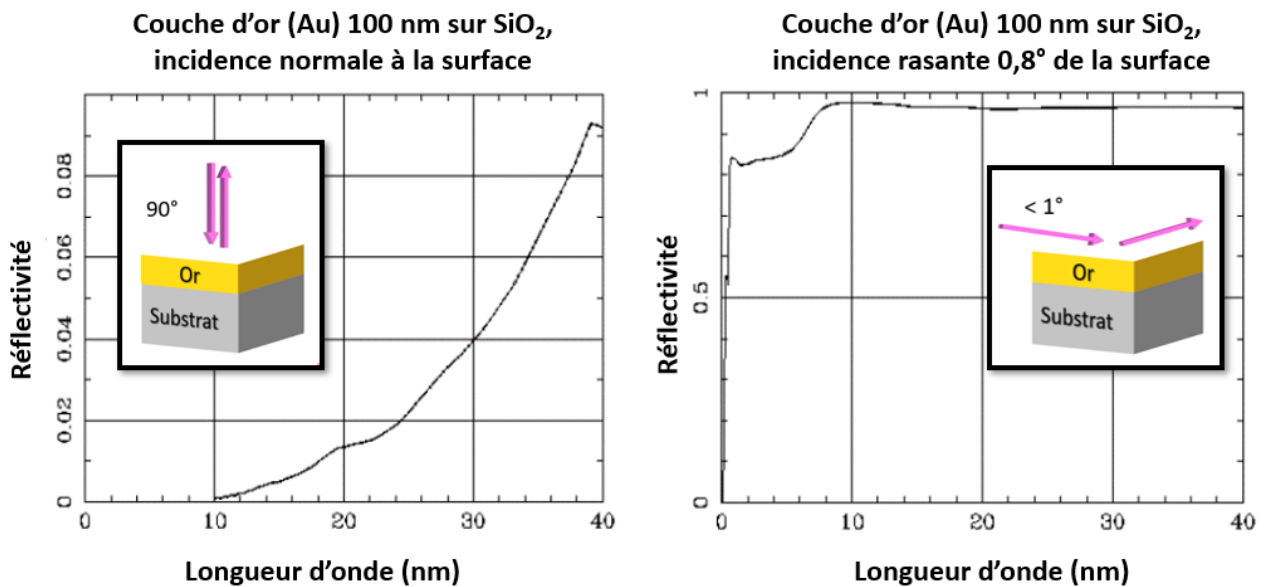


Figure 18. Illustration de la réflexion du rayonnement EUV sur une couche d'or en incidence normale et en incidence rasante

On constate ici qu'entre 1 et 40 nm de longueur d'onde, la réflectivité d'une couche d'or en incidence normale est inférieure à 10% donc très faible. Par ailleurs, en travaillant en incidence rasante on peut obtenir une réflectivité maximale proche de 100% dans cette gamme de longueur d'onde grâce au phénomène de réflexion totale. Cependant, l'incidence rasante induit nécessairement des aberrations optiques et des montages complexes comme ce qui est mis en place pour les télescopes spatiaux pour les rayons X durs. Les miroirs interférentiels multicouches représentent aujourd'hui la meilleure

solution pour obtenir des réflectivités élevées dans notre domaine spectral d'intérêt, et cela en incidence normale, ce qui simplifie la géométrie des montages de télescopes tout en limitant les aberrations optiques.

- **Réflexion d'un faisceau XUV par une structure multicouche et loi de Bragg**

Désormais, si l'on considère la réflexion d'un faisceau XUV par de multiples interfaces, on peut calculer le coefficient de réflexion en amplitude d'un empilement multicouches par un processus itératif en ajoutant les couches une à une sur le substrat.

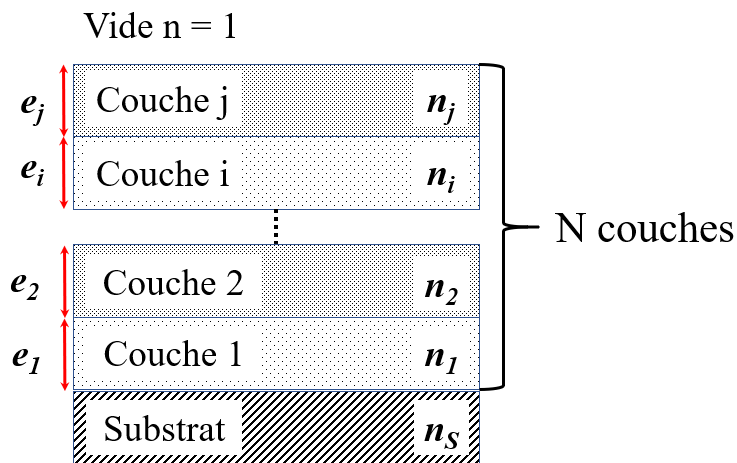


Figure 19. Schéma d'un empilement de couches minces

On considère un empilement de N couches minces en notant i et j deux couches successives. Sur la Figure 19, la lumière arrive par le haut et pénètre d'abord dans la N^{ème} couche (ici la couche j). En supposant que l'empilement s'arrête à la couche j (r_j) à partir de l'amplitude réfléchie à l'étape précédente (r_i), on peut calculer l'amplitude réfléchie :

$$r_j = \frac{r_{j,i} + r_i e^{2i\varphi_j}}{1 + r_{j,i} r_i e^{2i\varphi_j}} \quad (32)$$

Avec $\varphi_j = \frac{2\pi}{\lambda} \tilde{n}_j e_j$ et $r_1 = r_{1,s}$

La réflectivité idéale de l'empilement multicouche est alors donnée par : $R = |r_N|^2$

Maintenant, si l'on souhaite réaliser un revêtement qui puisse réfléchir efficacement une seule longueur d'onde dans l'EUV, alors il faut créer un empilement de couches minces de matériaux de quelques nanomètres d'épaisseur, classiquement en alternant périodiquement un matériau lourd (absorbeur) et un matériau léger (espaceur) sélectionnés principalement en fonction de leurs indices optiques. Ce type d'empilement, qu'on appelle **miroir interférentiel multicouches périodique**, peut

alors être comparé à un cristal de Bragg dans lequel le rayonnement XUV sera partiellement réfléchi à chaque interface (équivalent d'un plan atomique).

La condition pour obtenir des interférences constructives entre les réflexions aux interfaces d'un revêtement multicouche périodique, et donc un signal réfléchi efficacement à la longueur d'onde désirée, vérifie **la loi de Bragg** suivante :

$$\boxed{2dn_{eff}\sin\theta' = m\lambda} \quad (33)$$

avec m l'ordre de diffraction et $n_{eff} = 1 - \delta_{eff}$ l'indice effectif du revêtement (moyenne pondérée par les épaisseurs relatives des couches) avec l'hypothèse $\beta_{eff} \ll \delta_{eff}$, d la période, λ la longueur d'onde et θ' l'angle moyen dans l'empilement. On notera que l'hypothèse $\beta_{eff} \ll \delta_{eff}$ n'est pas toujours vérifiée dans la gamme spectrale EUV, notamment quand la longueur d'onde λ est supérieure à 40 nm ou proche des seuils d'absorption.

Comme on prend en compte la réfraction qui se produit par le rayon XUV, cette relation peut aussi s'écrire :

$$\boxed{2d\sin\theta \sqrt{1 - \frac{2\delta_{eff}}{\sin^2\theta}} = m\lambda} \quad (34)$$

La loi de Bragg nous permet d'estimer la période du revêtement de manière à réfléchir une longueur d'onde donnée λ et pour un certain angle de rasance θ . Dans le cas où on souhaite travailler à un angle d'incidence proche de la normale, on a alors $\sin\theta \approx 1$, soit $d \approx \lambda/2$ au premier ordre de Bragg. Dans le cas du domaine EUV entre 10 nm et 100 nm, la période est comprise entre 5 et 50 nm d'épaisseur.

On peut prendre l'exemple d'une structure interférentielle en Mo/Si (Figure 20), avec Mo comme absorbeur et Si comme espaceur, dont on peut attendre de très bonnes performances en réflectivité entre 10 nm et 20 nm de longueur d'onde grâce à leur fort contraste d'indice. Nous verrons par la suite, que ce couple de matériaux a été très employé dans de multiples missions d'observation solaire dans l'EUV. Comme illustré ensuite (Figure 20 & 21), pour 50 périodes de 5 nm de Mo et de 10 nm de Si successives, on obtient idéalement un pic de réflectivité de 50% à 14,5 nm de longueur d'onde pour un angle d'incidence de 5° par rapport à la normale à la surface.

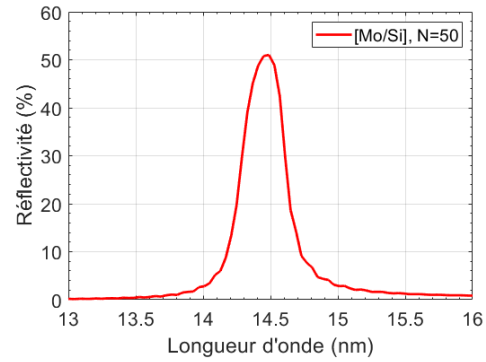
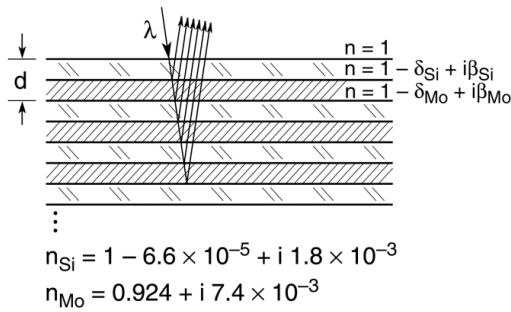


Figure 20 & 21. Principe d'un miroir interférentiel multicouche Mo/Si et réflectivité d'une structure [Mo/Si]₅₀ dans l'EUV pour un angle d'incidence de 5° par rapport à la normale à la surface

• Effets de la qualité des interfaces dans une structure multicouche sur la réflectivité

Expérimentalement, il conviendra de prendre en considération de nombreux paramètres pouvant affecter l'efficacité de telles structures dans notre gamme spectrale d'intérêt. On parle notamment de l'oxydation de la structure exposée à l'atmosphère, mais surtout de la rugosité et de l'interdiffusion aux interfaces qui peuvent être critiques dans l'extrême ultraviolet.

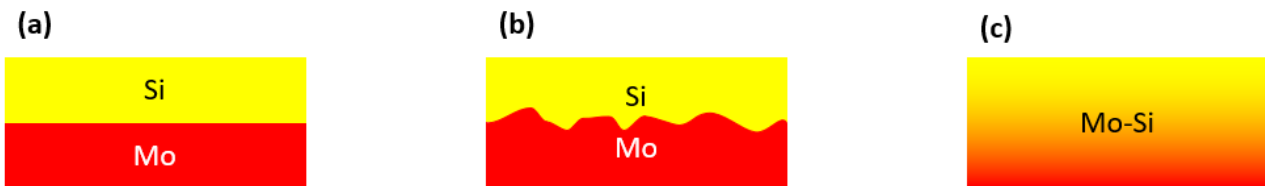


Figure 22. Schémas de trois cas possibles (a) interface abrupte idéale, (b) interface rugueuse et (c) interdiffusion à l'interface

Une interface idéale est un dioptre plan ne présentant aucun défaut (Figure 22 (a)) tandis que la rugosité d'une interface, que l'on désigne souvent par rugosité quadratique moyenne (RMS, Root Mean Square) σ , représente une transition nette mais non plane entre deux couches de matériaux (Figure 22 (b)). Mathématiquement, on peut la décrire comme étant la valeur moyenne quadratique des écarts du profil par rapport à la ligne de référence des moindres carrés à l'intérieur de la longueur de base (Figure 23).

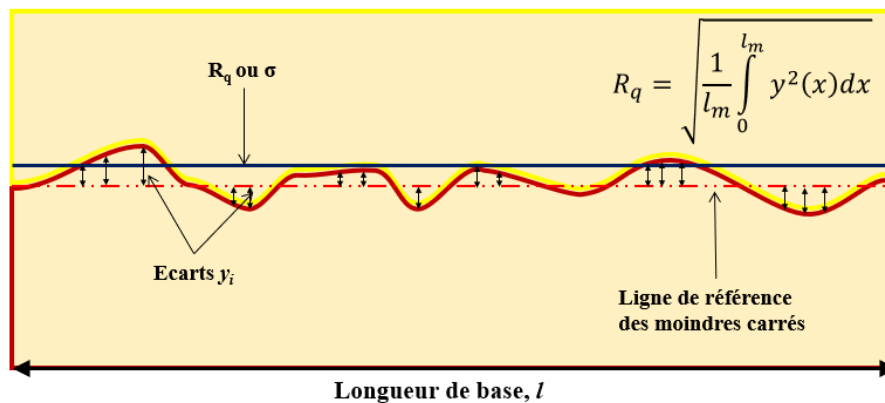


Figure 23. Représentation explicative de la rugosité quadratique moyenne, RMS

La rugosité interfaciale se propage au sein d'une structure multicouche et augmente ainsi la rugosité de surface de l'empilement. Il arrive aussi que l'interface ne soit pas nette à cause de l'interdiffusion des atomes d'une couche à l'autre (Figure 22 (c)). En pratique, il est fréquent de trouver une combinaison des phénomènes de rugosité et d'interdiffusion.

Pour prendre en compte la perte de réflectivité liée aux imperfections d'interfaces, on peut utiliser un modèle proposé par Nevot et al. [26,27] dans lequel on considère que la variation d'indice à travers l'interface entre deux milieux homogènes d'indices respectifs n_1 et n_2 n'est pas abrupte, mais peut être décrite par une fonction erreur telle que:

$$n(z) = n_1 + (n_2 - n_1)Erf(z, \sigma) \quad (35)$$

$$\text{avec } Erf(z, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^z e^{-\frac{\xi^2}{2\sigma^2}} d\xi$$

Cela revient à multiplier la réflectivité théorique d'une interface r_j par un facteur correctif exponentiel similaire au modèle de Debye-Waller, plus communément utilisé pour décrire l'agitation thermique dans les cristaux :

$$r = r_j \exp \left[-\frac{4\pi\sigma Re(2\tilde{n}_j \cos\phi_j)}{\lambda} \right] \quad (36)$$

Qui se simplifie si $\delta \ll 1$ en :

$$r = r_j \exp \left[-\frac{4\pi\sigma \sin(\theta_0)}{\lambda} \right] \quad (37)$$

Cette formulation est simple à mettre en place dans les calculs (voir Chapitre 2. IMD, codes Matlab) et peut être généralisé à tout type de profil.

2.2.2. Des premiers développements de miroirs interférentiels multicouches à nos jours

Le premier revêtement multicouche pour les rayons X a été conçu en 1940 par J. DuMond et J. P. Youtz avec un empilement Au/Cu [28]. Ils avaient pour objectif de développer une technique de mesure de la longueur d'onde dans le domaine des rayons X. Ils ont malheureusement constaté un fort effet de diffusion entre les deux matériaux puisque la réflectivité de leur miroir avait baissé de 50% dès le lendemain du dépôt.

Pendant longtemps, les revêtements multicouches étaient développés uniquement pour les domaines visible ou infrarouge moins contraignants que le domaine XUV pour développer des revêtements antireflets, des miroirs dichroïques et d'autres filtres sélectifs en longueur d'onde [7].

C'est E. Spiller en 1972 qui ravivera l'intérêt des revêtements multicouches pour le domaine XUV, en proposant pour la première fois de les utiliser en incidence normale [29,30]. Les premiers

revêtements interférentiels multicouches pour l'astronomie appaurent [31–33], ainsi que pour l'imagerie de plasma [34–36], la réalisation de lasers X [37] et la microscopie X [38,39].

Parallèlement, les techniques de fabrication et de caractérisation progressent grâce, entre autres, aux travaux de Nénot et al. pour développer la réflectométrie X en incidence rasante pour déterminer la structure précise (épaisseurs, rugosités) des échantillons mesurés [27]. La course à la performance pour des transistors toujours plus petits, plus nombreux et donc des puces informatiques toujours plus puissantes a joué en la faveur du développement des revêtements multicouches à la fin des années 1980. Le développement de la lithographie EUV était au centre de cette dynamique et on a pu voir des réflectivités de revêtements meilleures que 50% [40] alors qu'elles dépassaient rarement les 10% auparavant.

Les techniques de dépôts de couches minces ont été optimisées, les réflectivités autour de 13,5 nm pour la lithographie atteignent plus de 70% avec des multicouches Mo/Si, et ces progrès s'étendent aux autres applications du domaine XUV. On verra en effet, que les revêtements Mo/Si sont largement employés pour les missions d'observation solaire dans l'EUV, car ils permettent d'utiliser les configurations des télescopes réflecteurs efficaces dans le spectre visible présentés dans la partie précédente (2.1). A partir de 1990, les revêtements interférentiels ont également permis d'augmenter l'efficacité des télescopes de type Wolter I pour les rayons X en incidence rasante en repoussant la limite d'énergie à 100 keV comme en témoignent les missions BeppoSAX [41], Chandra [42] ou encore NuSTAR [43].

- **Revêtements multicouches à 3 matériaux**

En se basant sur les travaux de [44] et de Juan Larruquert, le groupe optique XUV du laboratoire Charles Fabry présente en 2005 une nouvelle étude des structures multicouches périodiques à trois matériaux efficaces en incidence normale entre 20 et 40 nm de longueur d'onde [45]. Cette étude montre pour la première fois une augmentation significative de la réflectivité expérimentale avec l'ajout d'un troisième matériau : ils ont pu optimiser un empilement Si/Mo/B₄C atteignant 34% à 32 nm contre 26,5% avec B₄C/Si en étudiant principalement les différents ordres de dépôts possibles. L'effet de barrière d'une couche extrêmement mince d'un troisième matériau pouvant minimiser les défauts d'interfaces tels que l'interdiffusion ou la rugosité possible entre les couches était déjà un effet connu pour améliorer les performances des revêtements optiques. Cependant, la méthode graphique de sélection des matériaux avec les spirales de Yamamoto permet de constater que l'effet d'un troisième matériau bien choisi en fonction de son indice optique peut amplifier la réflectivité globale de l'empilement avec des épaisseurs adaptées, en comparaison avec un système multicouche à deux matériaux. Cet effet peut aussi être estimé en traçant les graphiques des parties réelles et

imaginaires des indices de Fresnel comme nous l'illustrons pour le développement de multicouches à base d'Al/Sc dans le chapitre 5.

Dans la suite du manuscrit, nous exposerons des modélisations et des résultats de développement de structures multicouches efficaces dans l'EUV à trois matériaux pour le télescope EUV Full Sun Imager de Solar Orbiter (Chapitre 4), et des nouvelles multicouches périodiques Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc optimisées entre 40 nm et 65 nm de longueur d'onde (Chapitre 5).

2.3. Historique des missions d'observation solaire dans l'EUV

Les premières images du Soleil dans des bandes « X mous » larges jusqu'à environ 4 nm de longueur d'onde ont été prises par des fusées sondes dans les années 60 par des instruments de type sténopé. Ensuite, plusieurs missions fusées sondes se sont suivies dans les années 80 pour observer le Soleil dans la gamme XUV avec les premiers télescopes équipés de revêtements interférentiels.

Les travaux de James H. Underwood du Lawrence Berkeley Laboratory et ses collègues de Lockheed Martin à Palo Alto Research Laboratory sont à l'origine de la première image d'une région active du Soleil, le 25 octobre 1985 prise avec un télescope à multicouches en incidence normale. Elle a été prise lors du vol de la première fusée-sonde équipée d'un télescope de type Cassegrain traité avec un revêtement interférentiel de 30 couches en W/C pour imager la raie d'émission Si XII à 44,02 Å et 44,16 Å avec une résolution angulaire de l'ordre de 5 à 10 arc-secondes.

Deux ans plus tard, le 23 octobre 1987, l'équipe de Arthur B. C. Walker, Jr. de Stanford University a obtenu la première image du disque solaire dans les rayons X mous correspondant à une température de 1 million de degrés, grâce à un télescope Cassegrain embarqué dans une fusée-sonde bénéficiant également d'un revêtement interférentiel.

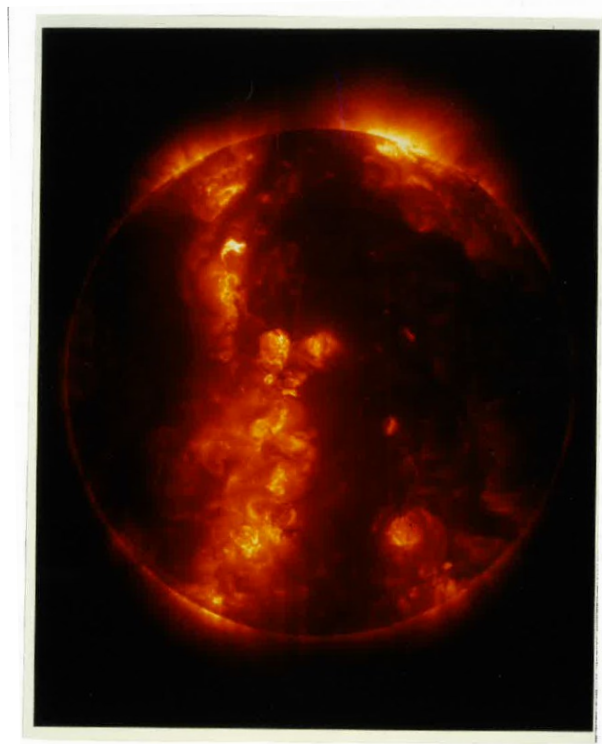


Figure 24. Image de la couronne solaire obtenue à une longueur d'onde $\lambda = 6,35 \text{ nm}$, raie d'émission du Fe XVI, par l'équipe de E. Spiller, avec un télescope fonctionnant en incidence normale composé de multicouches Co/C. La résolution de 0,75 seconde d'arc est limitée par la qualité du film photographique [Thèse Louis Hennet, 1991]

Le premier satellite à embarquer un télescope imageur EUV équipé de revêtements multicouches est lancé en 1995. C'est la mission SoHO – Solar Heliophysics Observatory dont le télescope de type Ritchey-Chrétien EIT – Extreme ultraviolet Imager Telescope, peut imager quatre raies d'émission différentes. Pour cela, ses miroirs primaires et secondaires sont divisés en quatre quadrants. Chacun d'eux est traité avec un revêtement multicouche périodique Mo/Si optimisé pour réfléchir à 17,1 nm la raie d'émission de Fe IX/X, à 19,5 nm la raie d'émission de Fe XII, à 28,4 nm la raie d'émission de Fe XV, et à 30,4 nm la raie d'émission de He II. En 2006, le double satellite STEREO est lancé avec à son bord le même type d'imageur que son prédécesseur SoHO (Figure 25). La combinaison de STEREO-A et STEREO-B permet d'obtenir des images du Soleil en deux points d'observation complémentaires.



Figure 25. Miroir primaire de EUVI/STEREO traité avec un revêtement multicouche Mo/Si. Le diamètre du miroir est de 105 mm. [25]

S'en suivra la mission américaine SDO (Solar Dynamics Observatory) en 2010 avec l'imageur AIA équipé de trois types de revêtements optiques multicouches Mo/Y, Mo/Si et SiC/Si pour sonder 7 longueurs d'ondes distinctes échelonnées entre 9,4 nm et 33,5 nm. La même année, le satellite japonais Hinode (signifiant « Sunrise » en japonais et appelé Solar-B pendant son développement) est lancé. Il est équipé d'un spectromètre-imageur permettant de sonder la couronne solaire dans l'EUV dans deux bandes passantes de 17,1 nm à 21,2 nm et de 24,6 nm à 29,2 nm grâce à un revêtement interférentiel en Mo/Si déposé sur un réseau de diffraction en réflexion adapté. On dresse la liste non-exhaustive des missions d'observation solaire dans l'EUV employant des revêtements multicouches en incidence normale dans le Tableau 4.

Le 10 février 2020, le satellite Solar Orbiter quitte son pas de tir depuis Cape Canaveral en Floride avec 10 instruments à bord dont un imageur extrême ultraviolet EUI. Il s'agit du premier satellite à embarquer des miroirs interférentiels à trois matériaux Al/Mo/SiC pour détecter les raies d'émission à 17,4 nm et à 30,4 nm. Sa trajectoire orbitale particulière aidée par la force gravitationnelle de Vénus lui permettra d'imager les pôles du Soleil pour la première fois de l'histoire. On abordera dans le chapitre 4 tous les enjeux de cette mission ainsi que la méthodologie mise en place pour l'étalonnage de son télescope EUV plein champ, Full Sun Imager.

Tableau 4. Missions d'observation solaire dans l'EUV

Mission	Année	Instrument	λ (nm)	Ion	MLs	Type
SoHO [1]	1996	EIT Imageur	17,1	Fe IX/X	Mo/Si	Satellite
			19,5	Fe XII		
			28,4	Fe XV		
			30,4	He II		
TRACE [46]	1998	Imageur	17,1	Fe IX/X	Mo ₂ C/Si	Satellite
			19,5	Fe XII		
			28,4	Fe XV		
Coronas-F [47]	2001	RES-C Spectro- imageur	17,6-20,7		Mo/Si	Satellite
			28-33			
STEREO [2]	2006	EUVI Imageur	17,1	Fe IX/X	Mo/Si	Satellite
			19,5	Fe XII		
			28,4	Fe XV		
			30,4	He II		
Hinode (SOLAR-B) [48]	2006	EIS Spectromètre	17 – 21,2		Mo/Si	Satellite
			24,6 – 29,2			
Herschel [49]	2006	HECOR Coronographe	30,4	He II	Mo/Si/B ₄ C	Fusée
Proba2 [50]	2009	SWAP Imageur	17,4	Fe IX/X	Mo/Si	Satellite
SDO [3]	2010	AIA Imageur	9,4	Fe XVIII	Mo/Y Mo/Si SiC/Si	Satellite
			13,1	Fe VIII/XXI		
			17,1	Fe IX/X		
			19,3	Fe XII/XXIV		
			21,1	Fe XIV		
			30,4	He II		
33,5	Fe XVI					
Hi-C [51]	2012	Imageur	19,3	Fe XII/XXIV	Al/Zr	Fusée
Solar Orbiter [4]	2020	EUI Imageur	17,4	Fe IX/X	Al/Mo/SiC	Satellite
			30,4	He II		

2.4. Motivations et objectifs des travaux de thèse

A de nombreuses reprises les éruptions solaires ont prouvé leur dangerosité face aux activités humaines sur Terre et dans l'espace : orages magnétiques [52], blackouts de centrales électriques, explosion de mines sous-marines [53], dysfonctionnement des réseaux de tous types, déviations de trajectoires d'avions et irradiations des astronautes en sortie extravéhiculaire à bord de la station spatiale internationale. On peut alors imaginer l'importance de pouvoir prévoir, à défaut de ne pouvoir l'empêcher, les sursauts d'activité solaire pour les futurs projets d'exploration de la Lune, de Mars et

le développement de vols touristiques à la limite de notre atmosphère. C'est pourquoi le développement de la météorologie spatiale est essentiel pour prévenir des dangers actuels et à venir dans un contexte d'occupation de l'espace par l'Homme de plus en plus accru. Cela passe par une meilleure compréhension des mécanismes physiques de la couronne solaire par de multiples moyens d'observation complémentaires. Les astrophysiciens souhaitent acquérir une meilleure connaissance de notre étoile et de ses effets sur l'ensemble du système solaire en répondant à plusieurs grandes questions sur la formation des éruptions solaires, les mécanismes d'accélération du vent solaire, les reconnexion très complexes des lignes de champs magnétiques, ou encore les mécanismes de chauffage de la couronne solaire. A ce titre, les missions spatiales Solar Orbiter (NASA/ESA) et Solar-C (JAXA) ont pour objectifs d'aller imager les événements de la couronne solaire dans l'EUV afin de compléter les informations fournies par les différentes missions d'analyse et d'observation spatiales et terrestres précédentes et en cours.

Le principal objectif de cette thèse est de développer de nouveaux revêtements interférentiels efficaces dans l'EUV. Cette visée nous amène à considérer de nouvelles combinaisons à deux voire trois matériaux, donc la maîtrise de leurs propriétés optiques – notamment leurs indices optiques – dans l'EUV est essentielle à la réussite des travaux. On cherchera aussi à étendre la gamme spectrale accessible à l'utilisation des miroirs (au-delà de 40 nm de longueur d'onde), à améliorer et optimiser les modèles disponibles à la fois pour le développement de nouveaux miroirs et pour l'étalonnage d'instruments optiques déjà existants.

Au-delà de la physique solaire, l'étude et le développement des applications optiques dans l'extrême ultraviolet a des retombées technologiques pour plusieurs communautés scientifiques. Une meilleure maîtrise des paramètres fondamentaux comme les indices optiques des matériaux dans la gamme XUV et le développement de nouveaux revêtements interférentiels permettront aussi de développer des optiques plus performantes pour les synchrotrons, la photolithographie, les diagnostics pour la physique attoseconde, ou encore la microscopie X.

Nous avons eu recours à de nombreuses méthodes et moyens expérimentaux pour atteindre les multiples objectifs de ces travaux de thèse. Une grande partie du travail repose sur des modélisations à la fois pour déterminer les meilleures combinaisons de matériaux efficaces aux longueurs d'onde désirées, mais aussi pour analyser les jeux de données des différentes techniques de caractérisation des revêtements développés. Le chapitre 2 de ce manuscrit présente toutes les méthodes employées dont les résultats seront exposés et analysés dans les chapitres suivants.

CHAPITRE 2. MOYENS EXPERIMENTAUX ET METHODES

Quelles sont les différentes étapes du développement de miroirs interférentiels multicouches ? Par quels moyens peut-on obtenir des modélisations fiables ? Comment fabriquer des miroirs constitués de matériaux en films minces d'épaisseurs nanométriques ? Quelles sont les méthodes expérimentales mises en œuvre pour les caractériser ?

Dans ce deuxième chapitre, nous présentons les différents moyens expérimentaux et méthodes utilisés pour concevoir, déposer et caractériser précisément les revêtements multicouches de la suite des travaux. On y décrit successivement les logiciels et codes de simulation et d'optimisation utilisés, les méthodes de dépôts de couches minces avec notamment la pulvérisation cathodique, et enfin les techniques de caractérisation des propriétés optiques et structurales de nos revêtements.

1. CONCEPTION ET ELABORATION DE MIROIRS INTERFERENTIELS MULTICOUCHES EUV

1.1. Choix des matériaux

La première étape lorsque l'on souhaite développer un nouveau système multicouche efficace pour une longueur d'onde ou une gamme spectrale EUV visée, est de sélectionner les matériaux les plus adaptés en fonction de leurs indices optiques. Pour cela on utilise un code sous Matlab développé par notre groupe au laboratoire Charles Fabry qui reprend la méthode développée en 1992 de Yamamoto pour représenter les matériaux en fonction des parties réelles et imaginaires de leurs coefficients de Fresnel dans le plan complexe [44]. Pour maximiser la réflectivité de la multicouche, les coefficients de Fresnel des deux matériaux choisis devront d'une part avoir la plus petite partie imaginaire possible (c'est-à-dire être situés près de l'axe des abscisses) et d'autre part être le plus éloignés possible dans le plan. On retiendra que pour un système multicouche périodique à deux matériaux, le couple optimal est constitué d'un matériau absorbeur (« lourd ») et d'un matériau espaceur (« léger »). Par ailleurs, comme on l'a déjà évoqué dans le chapitre 1, les multicouches à trois matériaux ont aussi prouvé leur efficacité et on peut aussi utiliser la répartition des coefficients de Fresnel des matériaux dans le plan complexe pour faire une première estimation de leur sélection.

On verra dans le chapitre 5 de ce manuscrit que l'on cherche à développer des miroirs multicouches efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde. Il est donc intéressant de tracer la répartition des matériaux dans le plan complexe de leurs coefficients de Fresnel à 44,3 nm par exemple (Figure 26), sur laquelle on voit apparaître trois zones distinctes. La zone 1 qui correspond seulement au scandium dans cette configuration indique qu'il s'agit du matériau le moins absorbant à 44,3 nm. Ceci s'explique naturellement du fait que cette longueur d'onde correspond au seuil d'absorption $M_{2,3}$ du scandium. Ensuite, la zone 2 regroupe les matériaux qui sont peu absorbants mais plus ils s'éloignent du scandium, plus leur contraste d'indice est élevé avec celui-ci. Ils représentent donc les candidats les plus propices à associer au scandium pour obtenir un revêtement multicouche efficace à 44,3 nm. Enfin la zone 3 correspond aux matériaux ayant un bon contraste d'indice avec le scandium mais ils sont également plus absorbants que ceux de la zone 2. Ce sont principalement des matériaux intéressants à considérer dans des structures à 3 matériaux.

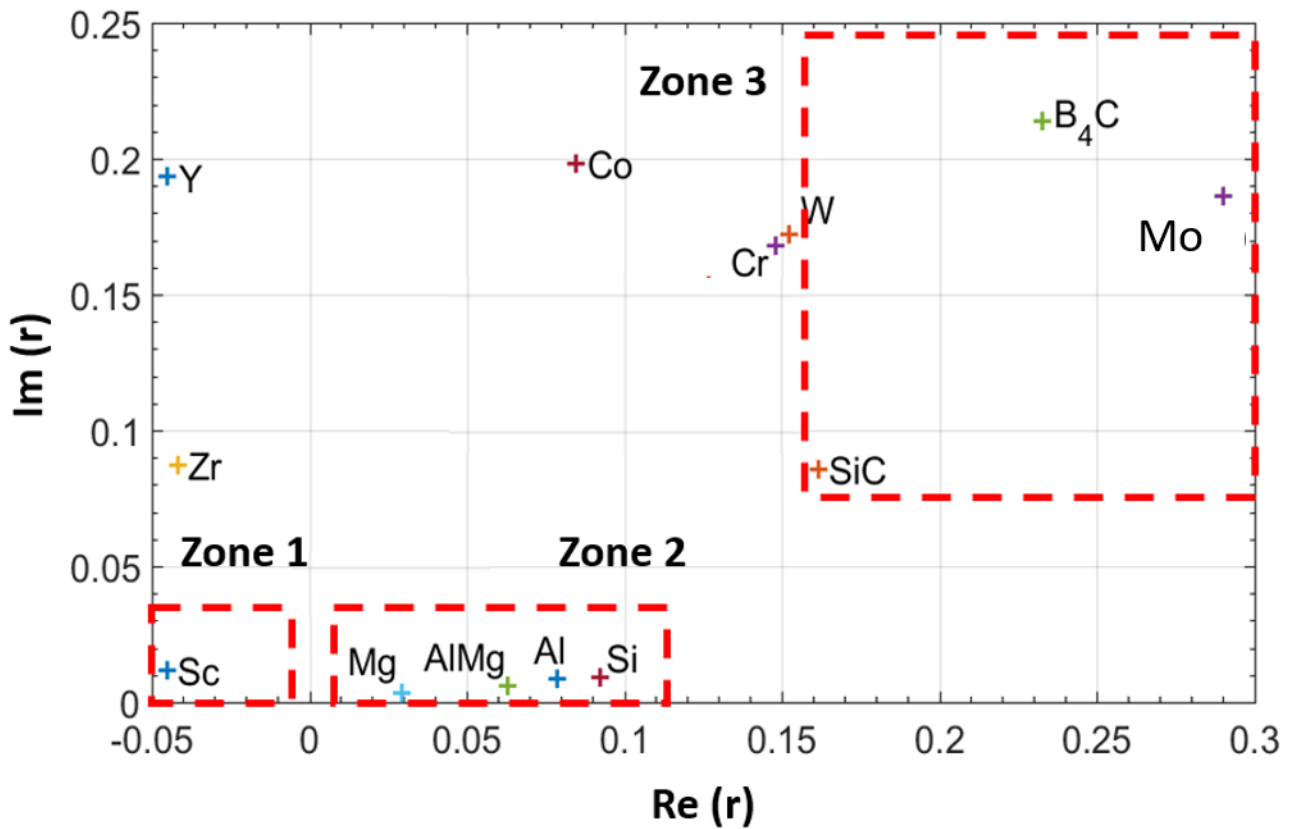


Figure 26. Répartition des matériaux représentés dans le plan complexe de leurs coefficients de Fresnel à 44,3 nm

1.2. Optimisation des structures multicouches idéales

A l'aide d'un autre code développé sur Matlab basé sur l'algorithme récursif du calcul de réflectivité à partir des coefficients de Fresnel des matériaux sélectionnés (voir équation (32), Chapitre 1, section 2.2.1), on teste plusieurs combinaisons de deux ou trois matériaux. Ce code calcule les épaisseurs optimales des couches pour une combinaison de matériaux choisie et pour chaque longueur d'onde. Il permet aussi de tracer la réflectivité maximale en fonction de la longueur d'onde. A ce stade, on travaille dans le cas idéal, en incidence normale, sans défaut de surface et d'interface pour avoir une idée théorique des combinaisons les plus prometteuses.

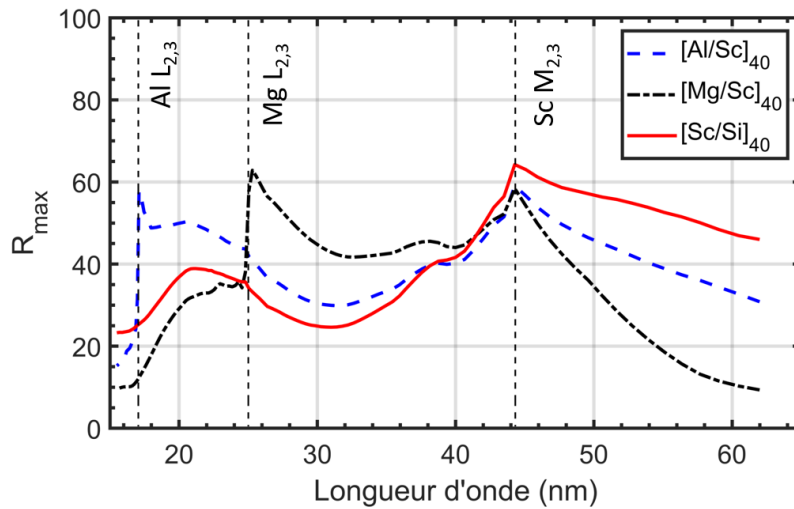


Figure 27. Réflectivités maximales calculées pour des combinaisons multicouches périodiques ($N=50$) à deux matériaux par un code développé sous Matlab

La Figure 27 représente les résultats des calculs pour trois combinaisons de deux matériaux des zones 1 et 2 indiquées sur la Figure 26. Les multicouches périodiques Sc/Si, Al/Sc et Mg/Sc présentent des réflectivités théoriques supérieures à 50% à 44,3 nm en incidence normale. Leurs épaisseurs théoriques optimisées à cette longueur d'onde sont indiquées dans le Tableau 5.

Tableau 5. Epaisseurs calculées des multicouches à deux matériaux pour une réflectivité théorique optimale à 44,3 nm

Multicouche [1/2]	Réflectivité (%)	Epaisseur 1 (nm)	Epaisseur 2 (nm)
[Sc/Si] ₄₀	64,2	10,6	12,5
[Al/Sc] ₄₀	58,7	13,97	9,50
[Mg/Sc] ₄₀	57,4	14,93	7,71

La Figure 28 donne aussi les résultats des calculs pour trois multicouches périodiques mais il s'agit cette fois de combinaisons à trois matériaux appartenant aux trois zones distinguées sur la Figure 26 : Mg/Sc/SiC, Al/Sc/SiC et Sc/Mo/Al. On peut globalement constater que ces revêtements présentent une réflectivité théorique maximale plus élevée sur l'ensemble de la gamme spectrale que les revêtements à deux matériaux. Leurs épaisseurs calculées pour une réflectivité optimale à 44,3 nm sont indiquées dans le Tableau 6. Nous discuterons plus en détail de l'analyse de ces figures dans le chapitre 5 pour justifier nos choix de développement, mais c'est bien à partir de ces données que nous sélectionnerons les combinaisons qui nous intéressent le plus et que nous commencerons à développer expérimentalement nos revêtements.

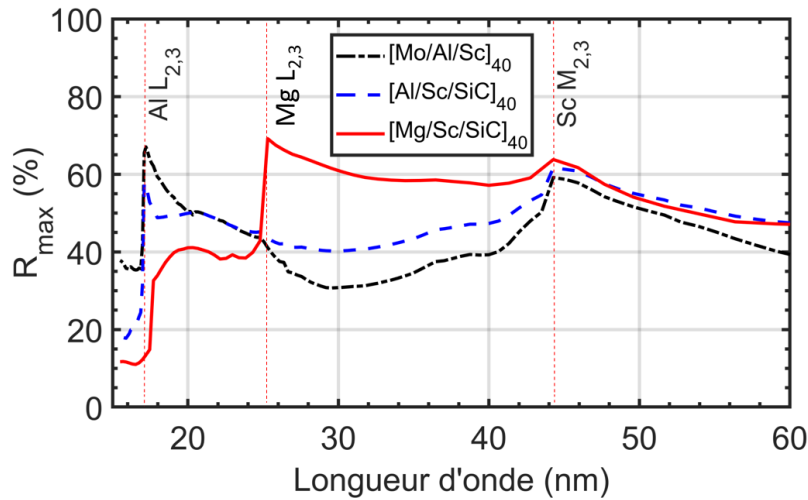


Figure 28. Réflectivités maximales calculées pour des combinaisons multicouches à trois matériaux par un code développé sous Matlab

Tableau 6. Epaisseurs calculées des multicouches à trois matériaux pour une réflectivité théorique optimale à 44,3 nm

Multicouche [1/2/3]	Réflectivité (%)	Epaisseur 1 (nm)	Epaisseur 2 (nm)	Epaisseur 3 (nm)
[Mg/Sc/SiC] ₄₀	63,8	11,71	7,17	4,04
[Al/Sc/SiC] ₄₀	61,6	10,41	9,35	3,83
[Mo/Al/Sc] ₄₀	59,2	4,28	8,03	10,60

1.3. Modélisation et optimisation des structures multicouches avec IMD

IMD est un logiciel développé par David Windt [54]. Il s'agit d'un programme qui permet de modéliser les propriétés optiques (réflectivité, transmission, intensité des champs électriques, etc.) de revêtements multicouches. Dans le cadre de ces travaux de thèse, on l'utilise à la fois pour simuler et pour optimiser des structures multicouches en tenant compte des défauts et des contraintes expérimentales telles que la couche d'oxyde se formant à la surface de nos empilements, ou encore la rugosité et l'interdiffusion aux interfaces.

Lorsqu'on souhaite analyser des données de réflectométrie X et EUV de structures multicouches, on utilise IMD pour modéliser la réflectivité de l'empilement en ajustant les paramètres de structure et de défauts pour qu'elle corresponde à la réflectivité mesurée expérimentalement. Cette méthode permet de déduire les épaisseurs de films minces déposés, les densités des matériaux et les rugosités aux interfaces.

Le calcul des fonctions optiques d'un revêtement multicouche sous IMD est basé sur l'utilisation des équations de Fresnel qui décrivent la réflectivité et la transmission d'une onde plane électromagnétique incidente à l'interface de deux matériaux différents. Un algorithme récursif, tel que décrit dans le Chapitre 1. section 2.2.1, permet ensuite de modéliser un empilement de couches minces plus important. La modélisation des imperfections d'interfaces comme la rugosité ou l'interdiffusion se fait grâce aux modèles de Nevot et Stearns [27,55] décrits aussi dans le Chapitre

1. L'avantage de ce logiciel vient non seulement de ses multiples fonctionnalités, mais aussi du fait que l'on peut implémenter facilement les fichiers d'indices optiques que l'on souhaite utiliser.

De nombreux résultats obtenus grâce à ce programme sont exposés dans ce manuscrit, mais on peut illustrer ici le principe de son fonctionnement avec le résultat de trois modélisations pour une multicouche [Mo/Si] de 50 périodes (Figure 29). La réflectivité de l'empilement idéal, sans aucun défaut de surface ou d'interface atteint alors 51% à 14,5 nm. On applique ensuite 0,5 nm rms de rugosité à chaque interface et sur la surface de l'empilement. Dès lors, la réflectivité diminue à 49%. Enfin, on rajoute une couche d'oxyde SiO₂ de 1 nm d'épaisseur, et la réflectivité diminue encore à moins de 48% avec un léger décalage vers les courtes longueurs d'onde. Si l'on regarde les courbes de réflectivités en échelle logarithmique, on constate également que les changements ne se manifestent pas uniquement au pic de réflectivité mais aussi sur l'ensemble du spectre. Ces variations se produisent systématiquement dans le cadre expérimental, c'est pourquoi il est important de considérer tous les paramètres possibles pour les comprendre, les modéliser au mieux et finalement atteindre les meilleures performances possibles.

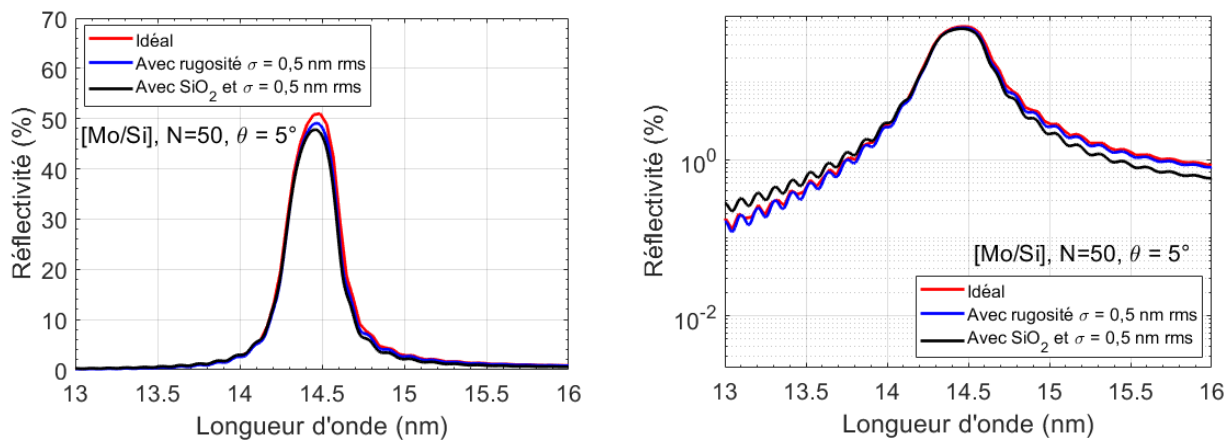


Figure 29. Modélisations d'une multicouche [Mo/Si]₅₀ en faisant varier les conditions aux interfaces et en surface sur IMD en échelle linéaire et logarithmique

Dans le chapitre 5, on abordera en particulier la fonctionnalité « graded interface » (interface en gradient) de IMD qui nous permettra de mettre en place des modèles de revêtements plus complexes. Indépendamment des autres fonctions de profil d'interface, celle-ci permet de modéliser les effets d'une interface diffuse sur la réponse spectrale du système multicouche étudié. Pour cela, on remplace une interface abrupte par la modélisation d'une ou plusieurs couches dont les constantes optiques varient graduellement. On peut décrire cette modélisation selon trois paramètres : la largeur de l'interface (w_g), le nombre de couches qui constituent cette interface en gradient (N_g), et le facteur de distribution (X_g) qui définit sa position par rapport à l'interface initiale. Dans le cadre de l'étude présentée dans le chapitre 5, on n'utilisera qu'une seule couche pour constituer cette interface ce qui correspond au cas $N_g = 1$.

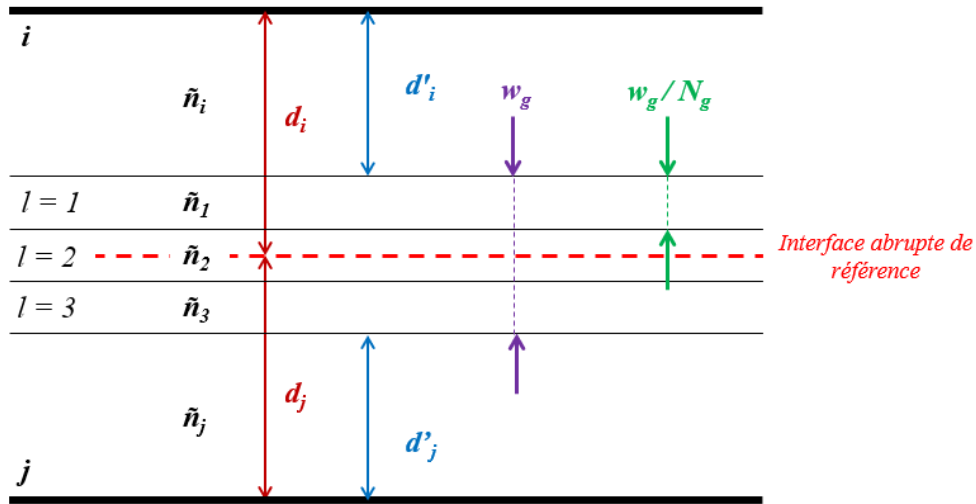


Figure 30. Schéma de principe d'une interface graduelle modélisée par IMD (d'après [54])

L'avantage de cette fonctionnalité est que l'on peut précisément et assez simplement contrôler tous les paramètres d'interface pouvant exister au sein d'un empilement multicouche, sans avoir besoin de simuler un composé intermédiaire dont nous n'aurions pas les constantes optiques dans l'EUV, et en voir les effets sur la réponse en réflectivité. Si l'on considère une interface entre la $i^{\text{ème}}$ et la $j^{\text{ème}}$ couche d'un empilement comme décrit sur la Figure 30, l'épaisseur de chaque couche constituant l'interface vaut w_g/N_g et on peut calculer les valeurs de constantes optiques des l couches (avec $l = 1, 2, 3 \dots N_g$) telles que :

$$n_l = \frac{(N_g + 1 - l)n_i + ln_j}{N_g + 1} \quad \text{et} \quad k_l = \frac{(N_g + 1 - l)k_i + lk_j}{N_g + 1} \quad (38)$$

Attention ici, exceptionnellement la notation d'indice n correspond à la partie réelle de l'indice complexe ($1 - \delta$), et k correspond à la partie imaginaire β . Les deux notations se côtoient couramment dans la littérature : $\tilde{n} = 1 - \delta + i\beta = n + ik$, et IMD utilise la notation (n, k) .

Les épaisseurs d'_i et d'_j des matériaux purs dans les $i^{\text{ème}}$ et $j^{\text{ème}}$ couches respectivement après inclusion des couches d'interface et pour $0 < X_g < 1$, sont données par les relations :

$$d'_i = d_i - w_g(1 - X_g) \quad \text{et} \quad d'_j = d_j - w_g X_g \quad (39)$$

On notera que l'inclusion de couches d'interfaces ne change rien à l'épaisseur totale des matériaux dans l'empilement $d'_i + d'_j + w_g = d_i + d_j$.

1.4. Méthodes de dépôts de couches minces

1.4.1. Environnement Salle Blanche du LCF

Le laboratoire Charles Fabry dispose d'une salle blanche d'environ 100m² et de classe ISO 6, ce qui signifie que la concentration maximale admissible de particules par unité de volume est de 1000

particules de $0,5 \mu\text{m}/\text{pied}^3$ soit $35\,300$ particules de $0,5 \mu\text{m}/\text{m}^3$. L'air de la salle est donc fréquemment renouvelé et une légère surpression est maintenue afin d'empêcher les poussières extérieures d'y rentrer. En plus d'un taux d'empoussièrisme contrôlé, la température est régulée à $21^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ et le taux d'humidité est de $50\% \pm 5\%$. Sous les hottes de nettoyage et de préparation chimique des échantillons, la classe est ISO 5, soit moins de 100 particules de $0,5 \mu\text{m}/\text{pied}^3$. Ces conditions permettent de réaliser des revêtements optiques d'épaisseurs nanométriques de qualité, et assure une bonne reproductibilité en limitant fortement le risque de pollution et de dégradation lié à l'environnement.

1.4.2. Pulvérisation cathodique magnétron : modes DC et RF

• Principe de fonctionnement

Tous les échantillons étudiés dans la suite du document ont été élaborés par pulvérisation cathodique magnétron. Il s'agit d'une technique physique de dépôt de films minces dans une enceinte sous vide qui peut être utilisée selon deux modes : un mode avec courant continu (DC) et un mode radiofréquence (RF) (Figure 31). L'un ou l'autre est sélectionné en fonction du type de matériau déposé, le mode radiofréquence étant surtout adapté pour les matériaux isolants. Avec cette technique, le matériau à déposer est sous forme de « cible », c'est-à-dire une plaque du matériau pur, souvent à plus de 99,9%, de quelques millimètres d'épaisseur fixée sur un support en cuivre.

En mode DC, le processus de dépôt se déroule comme suit :

- On applique une tension de polarisation négative à la cible de matériau à déposer (la cathode), les parois de l'enceinte et le substrat disposé au-dessus de la cible étant reliés à la masse (anode),
- On injecte un gaz neutre, la plupart du temps de l'argon (Ar), à très basse pression dans l'enceinte préalablement mise sous une pression résiduelle de 10^{-5} mTorr ($=1,33 \cdot 10^{-6}$ Pa),
- La différence de potentiel induit l'ionisation du gaz : on crée un plasma composé d'électrons, d'ions positifs (Ar^+) et d'atomes neutres
- Les électrons du plasma sont attirés par l'anode et vont maintenir la décharge en entrant en collision avec des atomes neutres et les ioniser
- La cible attire les ions Ar^+ avec une énergie suffisante pour pulvériser mécaniquement des atomes et agglomérats du matériau cible qui va alors se déposer dans l'enceinte et notamment sur le substrat. On obtient ainsi une couche mince de matériau de la cible déposée sur le substrat.

Si le matériau de la cible est isolant, le mode DC est impossible à utiliser car les ions Ar^+ s'accumuleraient en surface créant une charge d'espace, empêchant le courant entre anode et cathode.

On a donc recours au mode radiofréquence RF qui consiste à appliquer une tension alternative à l'aide d'une boîte d'adaptation d'impédance ayant une fréquence fixée par convention à 13,56 MHz. A cette fréquence, les ions sont quasiment statiques du fait de leur masse alors que les électrons, plus légers, oscillent dans le champ. En conséquence, lors d'une alternance positive, le nombre d'électrons arrivant sur la cible est supérieur au nombre d'ions qui arrivent lors d'une alternance négative, créant une charge statique négative en surface de la cible. Il en résulte un potentiel d'auto-polarisation négatif qui permet d'accélérer les ions Ar^+ du plasma avec une énergie supérieure ou égale à 100 eV pour pulvériser le matériau de la cible.

Le rendement de cette méthode de dépôt est directement lié aux collisions entre électrons et atomes neutres du plasma. On peut diminuer la pression dans l'enceinte et augmenter la vitesse de dépôt en rajoutant un dispositif magnétron, c'est-à-dire un système d'aimants au niveau de la cible, qui crée un champ magnétique permettant de piéger les électrons près de la cible puisqu'ils vont suivre une trajectoire hélicoïdale autour des lignes de champ. On augmente ainsi la probabilité de collisions électrons-atomes et la densité d'ions Ar^+ disposés à pulvériser la cible.

Si l'on souhaite modifier les propriétés des couches minces de matériaux déposées, par cette méthode on peut injecter en plus du gaz neutre, un gaz chimiquement actif comme du dioxygène O_2 ou du diazote N_2 . On crée ainsi une atmosphère réactive et on modifie la composition de la couche mince déposée.

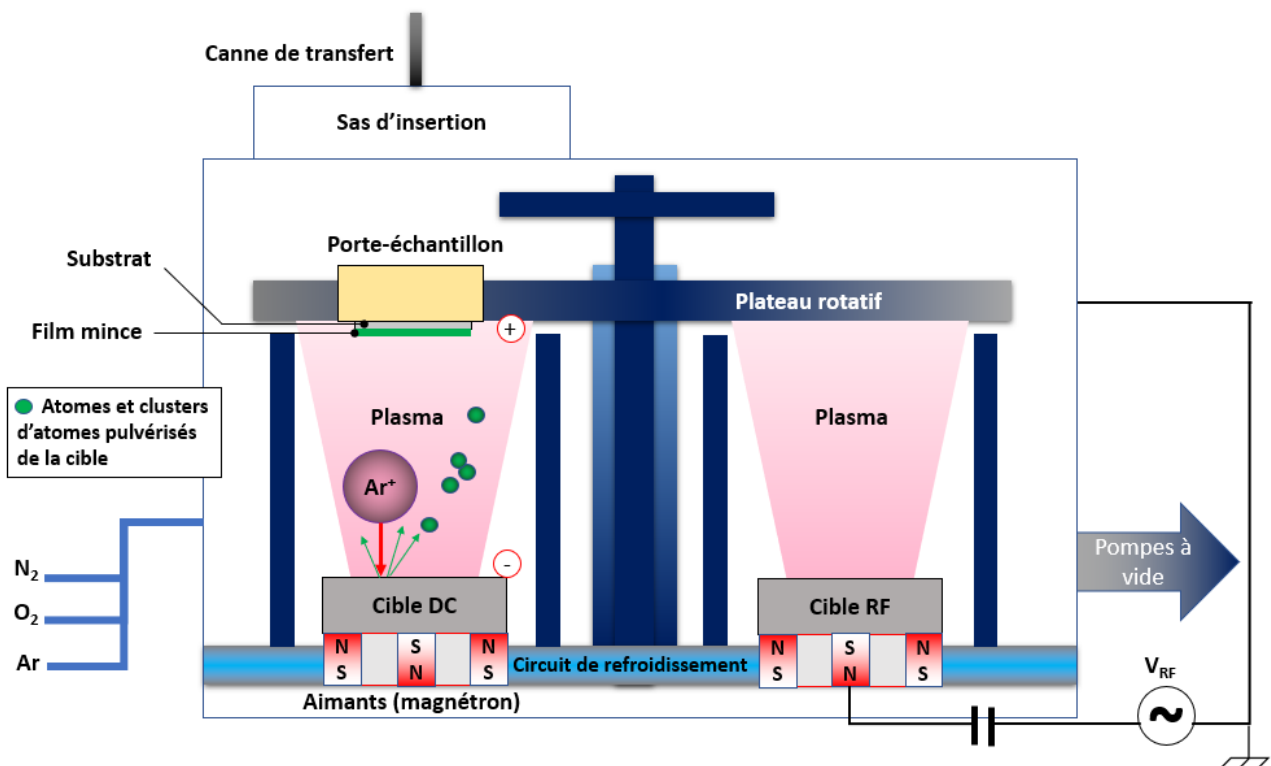


Figure 31. Schéma de principe de la pulvérisation cathodique magnétron DC et RF

- Pulvérisation cathodique du LCF – Plassys MP800S

Le bâti utilisé pour les travaux de thèse est un modèle MP800S de la société Plassys®. L'enceinte cylindrique de 800 mm de diamètre héberge quatre cibles de matériaux avec deux emplacements pour le mode DC et deux pour le mode RF (Figure 32). En mode DC, on peut appliquer des courants entre 50 mA et 200 mA, tandis qu'en RF les puissances sont comprises entre 80 W et 300 W. Les cibles de dimensions 80 mm x 200 mm sont isolées les unes des autres par des caches pour confiner le plasma et éviter une contamination croisée lors des dépôts. Un système de pompage constitué d'une pompe à membranes primaire et une pompe cryogénique permet d'atteindre un vide de l'ordre de 10^{-8} mTorr, soit $1,33 \cdot 10^{-9}$ Pa. Lors d'un dépôt, la pression de travail remonte entre 0,6 mTorr et 10 mTorr (respectivement entre 0,08 Pa et 1,33 Pa) sous argon. Afin de maintenir l'enceinte propre et sous vide, hors période de maintenance nécessitant son nettoyage approfondi ou un changement de cible, ce bâti est équipé d'un sas d'insertion dans lequel est disposé le porte-échantillon qui est transféré sur un plateau rotatif dans l'enceinte de dépôt à l'aide d'une canne de transfert. L'échantillon à traiter est situé à 10 cm au-dessus des cibles. La vitesse et l'homogénéité du dépôt sont maîtrisées en adaptant la vitesse de rotation planétaire du plateau (rotation sur lui-même autour de l'axe central du bâti) et la vitesse de rotation satellitaire du porte-échantillon (rotation autour de son axe). On peut traiter des optiques jusqu'à 125 mm de diamètre en passant par le sas de transfert, mais dans le cadre des travaux de thèse, nous n'avons déposé des revêtements que sur des substrats de silicium de 30 x 30 mm.

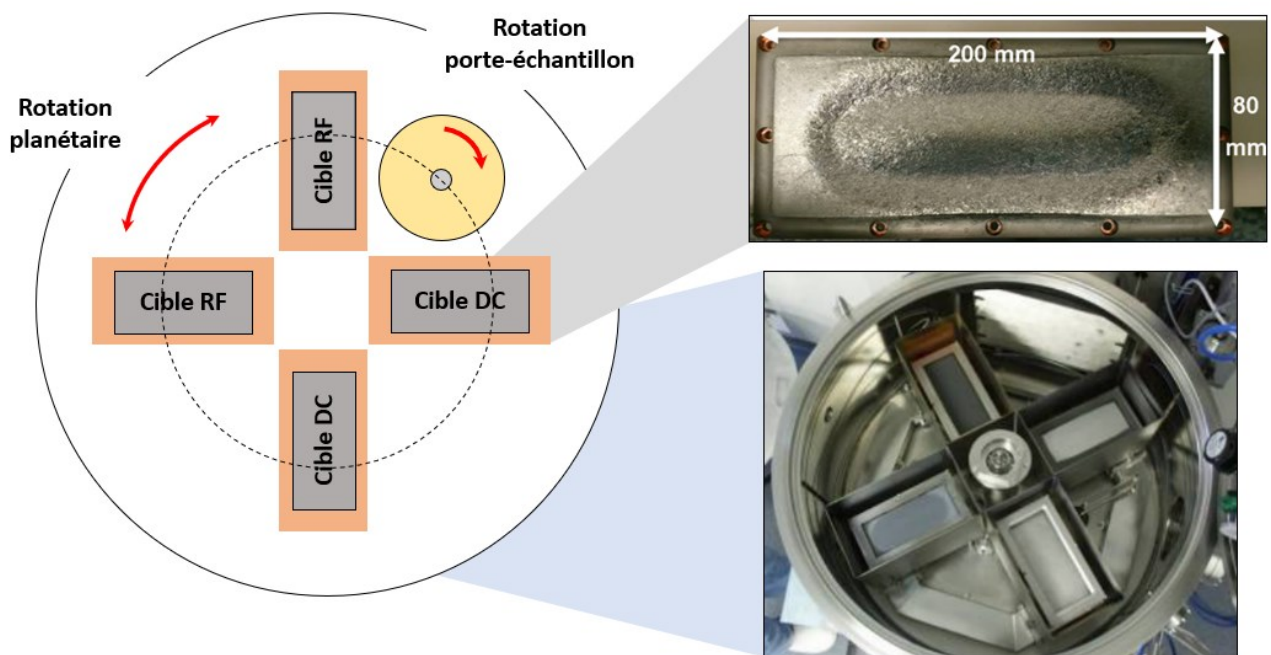


Figure 32. Schéma de l'intérieur du bâti MP800 (vue du dessus) et photos correspondantes des cibles et de leur agencement dans l'enceinte

Pour obtenir des couches minces de bonne qualité, on commence chaque dépôt par une « pré-pulvérisation » de la cible à utiliser sans exposer l'échantillon à traiter afin de s'assurer de ne pas déposer d'oxyde ou de contaminant indésirable. La MP800 ne disposant pas de moyen de caractérisation *in situ* et en temps réel de l'épaisseur déposée, on procède à une étape d'étalonnage

qui permet de déterminer la relation entre épaisseur déposée et vitesse de passage de l'échantillon au-dessus de la cible pour des paramètres de plasma fixés. Pour cela, on procède par itérations entre la fabrication d'échantillons et la mesure des épaisseurs *ex situ* par réflectométrie X rasante. Pour réaliser des revêtements multicouches on procède comme suit :

- **Etalonnage de couches minces individuelles** : on fabrique plusieurs échantillons d'une seule couche mince d'un matériau donné pour des vitesses de passage différentes. On mesure ensuite les épaisseurs déposées et on en déduit une relation entre vitesse de passage et épaisseur déposée. On réitère le procédé pour chaque matériau utilisé.
- **Etalonnage de structures multicouches** : on développe aussi des échantillons multicouches constitués de plusieurs matériaux, car il peut y avoir des effets d'interface entre les couches minces déposées, ce qui induirait une erreur dans les vitesses de dépôts et épaisseurs déterminées avec des couches simples. Classiquement, on fait varier la vitesse de passage d'un matériau et on caractérise les multicouches par réflectométrie X rasante pour déduire une relation vitesse-épaisseur plus précise pour le revêtement multicouche visé.

Cette procédure d'étalonnage doit être réalisée au début de chaque nouveau développement car l'usure des cibles, et les éventuelles dérives lentes de la machine peuvent influencer sur ces calibrations.

Largement étudié dans la thèse de Julien Gautier [56], l'homogénéité des dépôts est un paramètre important pour fabriquer des revêtements optiques en films minces de qualité. Dans le cas de la MP800, si l'échantillon passe à vitesse constante au-dessus de la cible, le profil d'uniformité en épaisseur n'est plus plan mais parabolique. Expérimentalement, cela se traduit par une épaisseur plus épaisse au centre de l'échantillon que sur ses extrémités. Pour corriger cet effet, il faut augmenter la vitesse de passage du centre de l'échantillon lorsqu'il est dans le flux de dépôt, puis diminuer la vitesse du planétaire à sa valeur initiale lorsque le centre atteint l'autre extrémité de la cible. Les échantillons déposés dans ces travaux de thèse ne dépassent jamais des dimensions de 30 x 30 mm, ce qui donne un écart en uniformité de moins de 1%, donc il n'a pas été nécessaire d'avoir recours à des ajustements en utilisant des profils d'uniformité. Néanmoins, ces informations ont été utiles pour les miroirs du télescope Full Sun Imager de Solar Orbiter dont on discute dans le chapitre 4.

1.4.3. Autres techniques de fabrication de films minces

Tableau 7. Comparaison de différentes méthodes de dépôt de films minces d'après [57]

Procédé	Matériaux	Température du substrat (°C)	Taux de dépôt (Å.s ⁻¹)	Directionnel	Densité du film mince	Coût	Adapté pour revêtements XUV?	
Evaporation thermique	Métaux ou matériaux à faible point de fusion	50-100	1-20	Oui	+	\$	Non	
Evaporation sous faisceau d'électrons	Métaux et diélectriques	Sans assistance ionique	50-100	10-100	Oui	+	\$	Non
		Avec assistance ionique	50-100	10-100	Oui	++	\$\$	Oui, mais pas idéal
Pulvérisation magnétron	Métaux et diélectriques	Jusqu'à 200	Métaux: 200 Diélectriques: 1-10	Quelques degrés	+++	\$-\$-\$	Oui	
Pulvérisation par faisceau d'ions	Métaux et diélectriques	Jusqu'à 200	Métaux: 200 Diélectriques: 1-10	Quelques degrés	+++	\$\$-\$-\$-\$	Oui	
PECVD	Diélectriques	200-300	10-100	Quelques degrés	+++	\$\$\$	Non	
LPCVD	Diélectriques	600-1200	Métaux: 100 Diélectriques: 1-10	Isotrope	+++	\$\$\$	Non	
ALD (plasma)	Diélectriques	20-200	0,1-1	Isotrope	++++	\$\$\$	Non	

Abréviations: ALD, atomic layer deposition; CVD, chemical vapor deposition; LPCVD, low-pressure CVD; PECVD, plasma-enhanced CVD

Aujourd'hui, de nombreuses techniques de dépôts de couches minces par voie physique et par voie chimique existent et les technologies ont été perfectionnées. Dans le Tableau 7, on dresse un comparatif non-exhaustif de plusieurs méthodes de dépôt en comparant leurs caractéristiques. On constate que seules les techniques d'évaporation et de pulvérisation permettent de déposer des métaux et des diélectriques, critère majeur dans le développement de miroirs dans la gamme XUV. Ensuite, la méthode doit permettre de déposer des épaisseurs très fines, précises et de bonne qualité sans chauffer excessivement le substrat traité au risque d'induire des contraintes dans les optiques. Il en ressort que la pulvérisation cathodique magnétron reste la méthode la plus adaptée au développement de miroirs interférentiels pour le domaine XUV et elle est également la moins chère, car c'est une technique aujourd'hui plutôt répandue dans l'industrie.

2. CARACTERISATION DES PROPRIETES OPTIQUES ET STRUCTURALES DES MULTICOUCHES

La métrologie des revêtements optiques réalisés est primordiale pour atteindre les objectifs d'efficacité visés. Comme discuté dans la partie précédente, sans caractérisation il ne nous serait pas possible de contrôler ce qui est déposé par pulvérisation cathodique. Au cours de cette thèse et grâce à de multiples collaborations, nous avons eu recours à plusieurs techniques différentes de caractérisation permettant d'accéder aux propriétés optiques et structurales de nos échantillons.

2.1. Réflectométrie : RRX & synchrotron

La réflectométrie est la technique de caractérisation fondamentale pour le développement et la caractérisation précise de la structure et des performances de nos revêtements interférentiels. Dans cette section, on présente les principes de la réflectométrie X en incidence rasante sur une source ponctuelle de laboratoire, et de la réflectométrie dans l'EUV sur source synchrotron afin de mieux appréhender les nombreux résultats des mesures dans la suite du manuscrit.

2.1.1. Réflectométrie X en angle rasant

- **Principe de fonctionnement**

Le réflectomètre est équipé d'un tube à rayons X à anode de cuivre. La différence de potentiel entre le filament (cathode) et la cible (anode ou « anticathode ») permet d'accélérer les électrons émis par le filament et de les diriger sur la cible de cuivre. Une partie des électrons va être ralentie et déviée par les noyaux atomiques, ce qui va les faire rayonner. On obtient alors un spectre d'émission continu appelé *Bremsstrahlung* (mot allemand issu de *bremsen* (= freiner) et *Strahlung* (= radiation)). On retrouve ce rayonnement de freinage aussi dans le fonctionnement d'un synchrotron. Les électrons d'énergie suffisante vont interagir avec le nuage électronique des atomes en expulsant des électrons de cœur. La désexcitation qui s'en suit sera à l'origine de l'émission d'un photon d'une énergie caractéristique du cuivre, dont notamment la raie d'émission $K\alpha$ d'énergie $E=8048$ eV, soit $\lambda=0,154$ nm (voir Chapitre 1. Section 1.1.2. Interactions rayons X-matière : effet photoélectrique et fluorescence). C'est ce faisceau parallèle de rayons X extrait de la source qui va nous permettre de sonder l'échantillon. Pour cela, on va faire varier l'angle d'incidence du faisceau sur l'échantillon, et on obtiendra des interférences selon la loi de Bragg énoncée plus tôt qui seront alternativement constructives et destructives selon le type d'échantillon sondé. L'analyse du spectre d'intensité en fonction de l'angle obtenu permettra d'accéder aux informations sur sa densité, son épaisseur et sa rugosité.

- **Réflectomètre X en incidence rasante – Bruker Discover D8**

Le laboratoire dispose d'un réflectomètre X rasant commercial D8 Discover fourni par la société Bruker. Tous les échantillons réalisés en salle blanche sont systématiquement caractérisés sur cet instrument qui fonctionne à une énergie de photon de l'ordre de 8048 eV, correspondant à la raie $K\alpha$ du cuivre. Constitué d'une source de rayons X, d'une platine porte-échantillon et d'un détecteur, l'ensemble est sécurisé grâce à des parois radio-protectrices en verre plombé et d'un système de coupure de faisceau en cas d'ouverture des portes. La source est un tube à rayons X composé d'un filament soumis à un courant de 40 mA et d'une cible en cuivre sous haute tension à 40 kV.

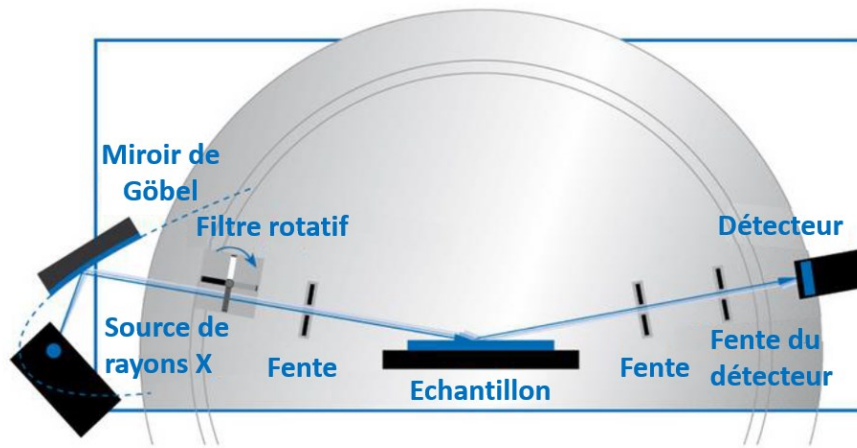


Figure 33. Schéma du montage expérimental Bruker Discover D8 (d'après <http://www.bruker-axs.com>)

Un miroir de Göbel parabolique placé en sortie de la source permet à la fois de collimater le faisceau de rayons X et de sélectionner la raie $K\alpha$ grâce à son revêtement multicouche. La raie d'émission voisine $K\beta$ du cuivre ne s'annule pas totalement mais son intensité est 400 fois inférieure à celle de $K\alpha$ donc peu contraignante. De plus, il est possible d'appliquer un filtre de nickel à la sortie de la source pour couper la raie $K\beta$ en cas de nécessité, au détriment d'une baisse d'intensité du flux. On peut aussi ajuster la dispersion angulaire du faisceau en plaçant des fentes devant la source et/ou le détecteur ce qui peut s'avérer utile pour des échantillons dont la surface n'est pas parfaitement plane malgré la baisse d'intensité que cela peut engendrer. Lors de la mesure, la source et le détecteur se déplacent de façon synchronisée grâce à des bras motorisés avec une précision angulaire meilleure que $0,01^\circ$, tandis que l'échantillon est fixe sur la platine à une position optimale réglée au préalable. La source éclaire l'échantillon avec un angle de rasance θ tandis que le détecteur récupère le faisceau réfléchi en formant un angle 2θ par rapport au faisceau incident. La mesure de réflectivité obtenue par ce balayage angulaire à énergie fixe est généralement désignée par « scan $\theta - 2\theta$ » acquise en temps réel sur l'ordinateur relié à l'instrument.

- **Analyse des données mesurées avec LEPTOS ®**

L'aspect général des signaux mesurés à 8 keV diffère en fonction du type d'échantillon. Sur la Figure 34, on donne l'exemple d'une modélisation pour un substrat de silicium nu, puis pour une couche mince de molybdène de 6,5 nm d'épaisseur sur ce même substrat, et enfin pour une multicouche de 10 périodes [Mo (1 nm) / Si (5,5 nm)]. Un tel spectre est porteur de nombreuses informations : plateau de réflectivité totale, angle critique θ_C relié à la densité donc à l'indice optique du revêtement, pics de Bragg à différents ordres dans le cas des multicouches périodiques, et franges de Kiessig qui permettent de remonter à l'épaisseur de la couche mince ou au nombre de périodes pour les multicouches. On a aussi une information sur la rugosité à la surface de chaque couche mince de matériau puisque la rugosité fait diminuer le contraste des franges d'interférences au fur et à mesure

que l'angle augmente. Pour l'exemple présenté sur la Figure 34, on a appliqué une rugosité de 0,3 nm rms pour le substrat de silicium et des valeurs de rugosité de 0,5 nm rms pour les couches de molybdène et de silicium du revêtement. Pour une multicouche on obtient un spectre de réflectivité comportant des pics de Bragg et des franges de Kiessig entre les pics de Bragg. On compte $N-2$ franges avec N le nombre de périodes, provenant d'interférences entre les ondes réfléchies par la surface du revêtement multicouche et par la surface du substrat.

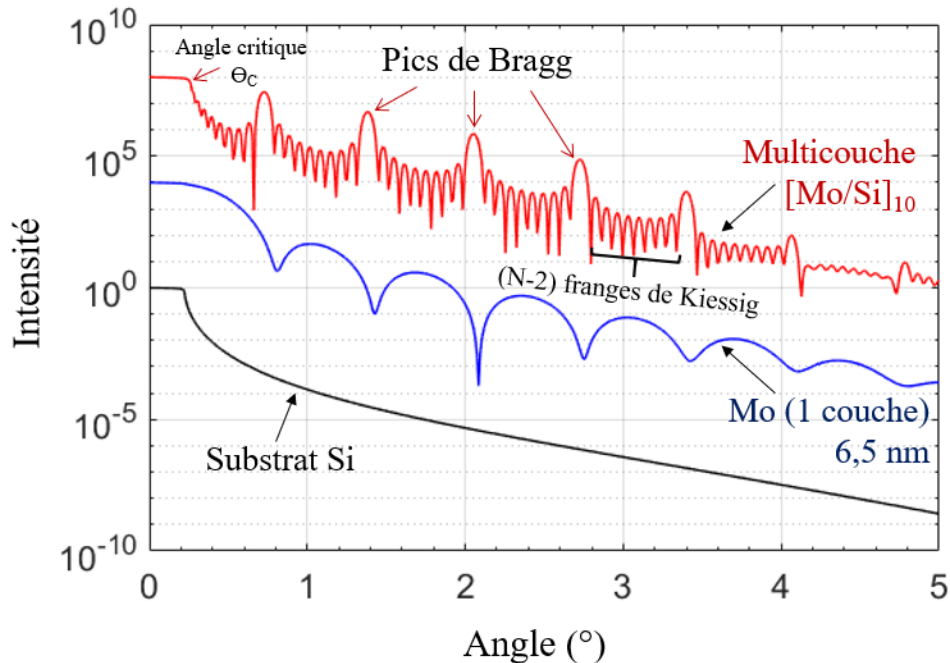


Figure 34. Simulation des spectres de réflectivité à 8keV d'un substrat de silicium, d'une couche de molybdène et d'une multicouche périodique $[Mo/Si]_{10}$. Les spectres ont été décalés en intensité pour plus de visibilité.

Pour analyser ces données, on utilisera le logiciel Leptos®. On commence par modéliser la réponse spectrale d'une structure théorique en renseignant les informations sur les épaisseurs, rugosités et types de matériaux de l'échantillon analysé, avec des valeurs théoriques que l'on estime proche des valeurs expérimentales. Ensuite, l'algorithme génétique de Leptos® va nous permettre de faire converger cette modélisation vers la solution la plus proche possible du spectre mesuré, en faisant varier les différents paramètres de la structure que l'on aura sélectionné (épaisseurs, rugosités, densité). La solution s'affine au fur et à mesure des itérations révélant ainsi les paramètres expérimentaux de la structure analysée.

2.1.2. Réflectométrie EUV sur synchrotron

La réflectométrie X en incidence rasante nous permet d'accéder à de nombreuses informations sur nos échantillons mais il manque une donnée essentielle : la réponse en réflectivité de nos revêtements interférentiels dans la région EUV en incidence normale. Il est en effet possible d'avoir une source de rayonnement à énergie fixe en laboratoire, mais dès qu'il s'agit d'être accordable en longueur d'onde, la meilleure solution reste le rayonnement synchrotron.

Un synchrotron est un accélérateur dans lequel des électrons, extraits d'une cathode portée à très haute tension, vont atteindre des vitesses relativistes en circulant dans un anneau de stockage d'une centaine de mètres de diamètre (Figure 35). Cet anneau de stockage – qui en réalité est plutôt un polygone - comporte une succession de dispositifs magnétiques : aimants de courbure, onduleurs, wigglers permettant de dévier les électrons pour maintenir une trajectoire circulaire. Chaque déviation est exploitée pour accélérer les électrons et produire le rayonnement synchrotron. La lumière ainsi produite est collectée à la jointure – ou à la « tête » - des lignes de lumière avec l'anneau de stockage via un dispositif optique.

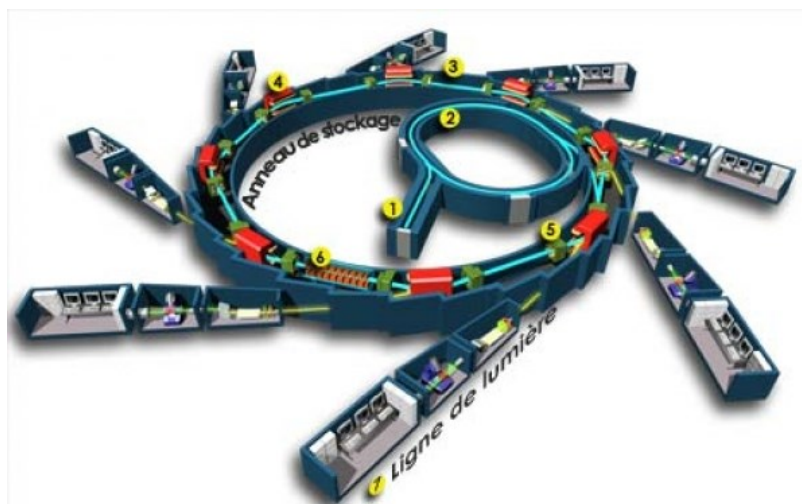


Figure 35. Schéma de principe d'un synchrotron (Source : Site web Synchrotron SOLEIL)

Dans la suite du manuscrit, nous présentons plusieurs résultats dans l'EUV obtenus au synchrotron *Advanced Light Source* à Berkeley, en Californie sur la ligne 6.3.2. (Figure 36) sous la responsabilité de Eric Gullikson du Lawrence Berkeley National Laboratory (LBNL).

Cette ligne est équipée d'un réseau monochromateur avec une fente de sortie fixe. Ses principales caractéristiques ont été décrites dans [58,59]. Une combinaison de filtres de différents matériaux (chaque filtre est sélectionné en fonction des gammes d'énergie utilisées) est utilisée pour l'étalonnage en longueur d'onde et la suppression des harmoniques secondaires et de la lumière diffusée. Pour les suppressions d'harmoniques d'ordres plus élevés, un « supprimeur d'ordre » constitué de trois miroirs à angle de rasance variable et fonctionnant en réflexion totale est utilisé en plus des filtres. La chambre de mesure permet la translation d'échantillon en trois dimensions, une inclinaison en deux dimensions et une rotation en azimut du porte-échantillon. Les détecteurs disponibles incluent plusieurs photodiodes et un capteur CCD (pour l'alignement de l'échantillon), qui peut être tourné à 360° autour de l'axe de la chambre. Lors des mesures réalisées dans le cadre de ces travaux, le signal était collecté à l'aide d'une photodiode en silicium avec une ouverture angulaire de 2,4°. Le courant de l'anneau de stockage de ALS a été utilisé pour normaliser le signal. La pression initiale dans la chambre de mesure était de 10^{-7} Torr.

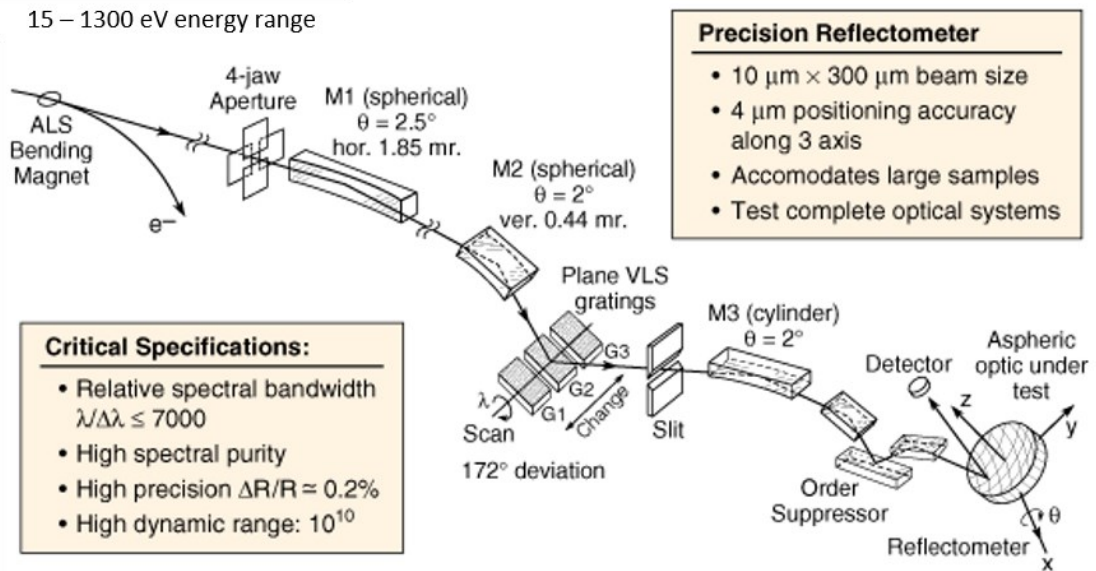


Figure 36. Schéma de la ligne de lumière 6.3.2 de l'Advanced Light Source (ALS). Source : site internet CXRO <http://cxro.lbl.gov/als632/>

2.2. Microscopie électronique en transmission

2.2.1. Principe de la microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique est une technique de caractérisation permettant d'observer une coupe transverse d'un revêtement multicouche sans être limité par la diffraction lumineuse puisqu'on utilise un faisceau d'électrons comme sonde pour interagir avec les atomes de l'échantillon d'intérêt. La longueur d'onde associée à l'électron λ est de 10^{-2} Å à 100 keV, donc beaucoup plus petite que les paramètres cristallins (de l'ordre de l'angström) et en détectant les électrons liés à ces interactions, on peut imager la structure de notre lame mince et acquérir un certain nombre d'informations quantitatives et qualitatives selon le mode d'analyse. Dans le cas des revêtements pour la gamme EUV, les empilements font souvent moins d'un micron d'épaisseur, et l'objectif est de caractériser l'état des couches minces et de leurs interfaces.

Dans le cadre de ces travaux, nous avons eu recours à la microscopie électronique à transmission disponible au Centre de Sciences Nucléaires et de Sciences de la Matière (CSNSM) d'Orsay (depuis le 1^{er} janvier 2020, le CSNSM a rejoint quatre laboratoires de physique pour former le Laboratoire de Physique des 2 Infinis Irène Joliot-Curie (IJCLab)). Il s'agit d'un modèle Tecnai G²-20 twin FEI fonctionnant à 200 kV avec une pointe source en LaB₆ pouvant atteindre une résolution spatiale de 0,23 nm. Le MET JANNuS-Orsay est doté des modes microsonde, nanosonde, et STEM.

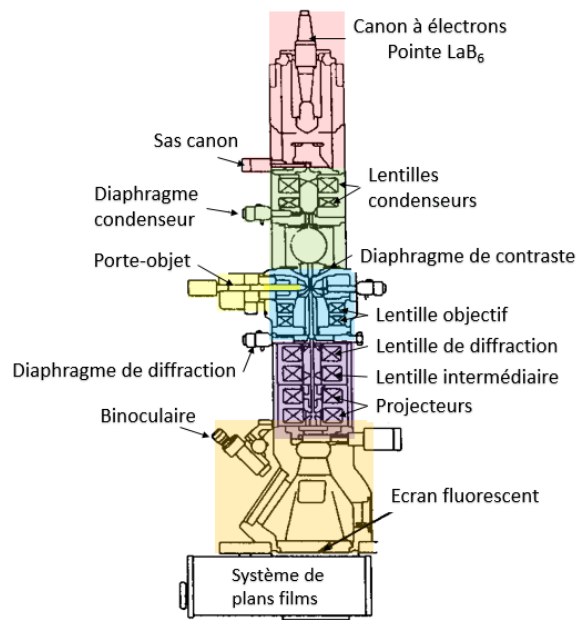


Figure 37. Représentation schématique de la structure d'un microscope électronique en transmission (d'après Source : département de science des matériaux de Polytech 'Lille)

Le principe de fonctionnement d'un système de microscopie électronique est basé sur des combinaisons de lentilles électromagnétiques. Un système de vide différentiel permet aux électrons de se propager du canon à électrons (10^{-7} Torr) jusqu'aux différents détecteurs équipant le microscope

(10^{-5} Torr). L'échantillon à étudier est placé dans le plan objet en-dessous des lentilles condenseurs qui focalisent le faisceau d'électrons sur l'échantillon. Ce dernier est suffisamment mince pour que les électrons le traversent et atteignent le détecteur sélectionné pour en faire une image. Ensuite, on obtient différents types d'information sur la structure ou la composition chimique de l'échantillon selon les modes d'imagerie ou d'analyse employés en ajustant les diaphragmes et lentilles électromagnétiques du système.

- **Modes d'imagerie**

Grâce à son détecteur axial et son détecteur annulaire, ce microscope nous a permis d'effectuer de l'imagerie en champ clair (Bright Field Imaging) et de l'imagerie en champ sombre (High Angle Annular Dark Field Imaging – HAADF).

L'imagerie en champ clair s'obtient par la collection d'électrons transmis et diffusés au travers de l'échantillon sur le détecteur axial du microscope. Le signal est principalement constitué d'électrons diffusés inélastiquement dans un domaine angulaire restreint. Les zones constituées des éléments de l'échantillon les plus lourds vont diffuser ou absorber davantage les électrons, ce qui va les faire apparaître sombres sur une image en champ clair.

A l'inverse, **l'imagerie en champ sombre (HAADF)** permet d'obtenir une image formée par les électrons diffusés élastiquement dans un angle supérieur à l'ouverture de collection axiale (diffusion Rutherford par les noyaux atomiques) et collectés par le détecteur annulaire du microscope. Cette technique est donc très sensible aux variations de numéro atomique dans l'échantillon, car pour les éléments les plus lourds (avec un Z élevé), plus d'électrons sont diffusés à de larges angles à cause des interactions électrostatiques plus fortes entre le noyau et le faisceau d'électrons. En conséquence, le détecteur HAADF perçoit un signal plus intense pour les atomes ayant un Z élevé, ce qui les fait apparaître plus brillants dans l'image formée.

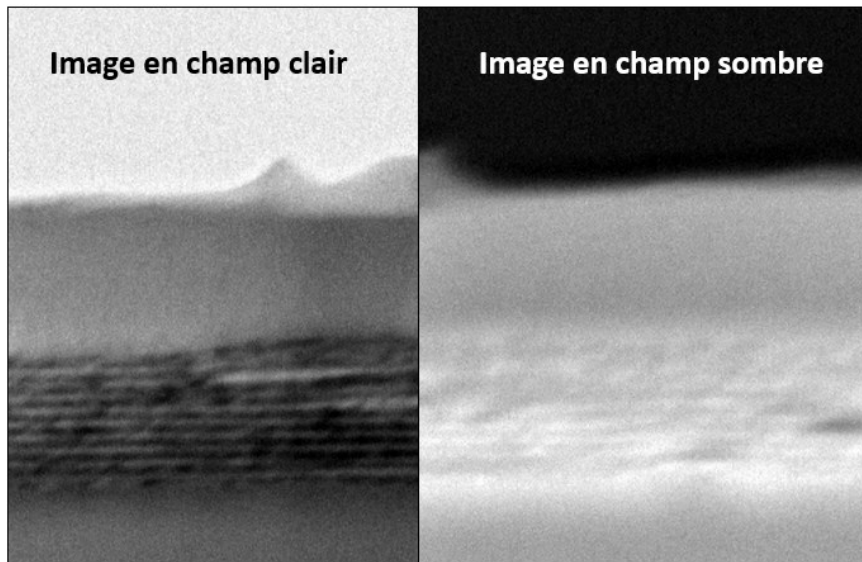


Figure 38. Image en champ clair (à gauche) et en champ sombre (à droite) de zones voisines d'un même échantillon multicouche $[Al/Sc]_{10}$ préparé par polissage sur tripode plan.

On a également eu recours au mode **diffraction électronique** de l'instrument afin de déterminer s'il y a cristallisation de nos échantillons, et éventuellement d'identifier les orientations cristallines grâce aux diagrammes de diffraction électroniques obtenus. Dans la pratique, cette technique peut présenter trois types de diagrammes qui peuvent coexister selon que l'échantillon soit cristallin, polycristallin ou amorphe.

Pour un échantillon **cristallin** (Figure 39 (a)), chaque tache est une projection du point g du réseau réciproque associé aux plans (hkl) . La tache centrale la plus intense correspond au faisceau transmis. On remarque que $R \cdot d_{hkl} = \text{constante}$, où R est la distance mesurée sur le diagramme de diffraction entre la tache centrale du faisceau transmis et la tache diffractée que l'on souhaite identifier, et d_{hkl} est la distance inter-réticulaire entre les plans d'indice hkl . Ceci permettra d'indexer les diagrammes de diffraction.

Dans le cas d'un échantillon **polycristallin**, la situation est analogue à la diffraction X d'une poudre où l'échantillon est constitué d'un grand nombre de petits cristaux ayant toutes les orientations. Les faisceaux d'électrons diffractent alors sous la forme d'un cône de révolution d'angle 2θ , ce qui se traduit dans le réseau réciproque par des points répartis sur des anneaux. Chaque anneau correspond à une distance inter-réticulaire déterminée selon la loi de Bragg $1/d_{hkl} = 2\sin\theta / \lambda$. Les anneaux de diffraction peuvent être indexés en utilisant comme précédemment la relation $R \cdot d_{hkl} = \text{constante}$.

Enfin, un échantillon **amorphe** présente un anneau diffus sur son diagramme de diffraction. La Figure 39 (b), qui sera plus amplement détaillée et analysée dans le chapitre 5, présente à la fois des tâches de diffraction liés à certaines orientations cristallines et des anneaux diffus caractéristiques de l'état amorphe d'une partie de l'échantillon multicouche.

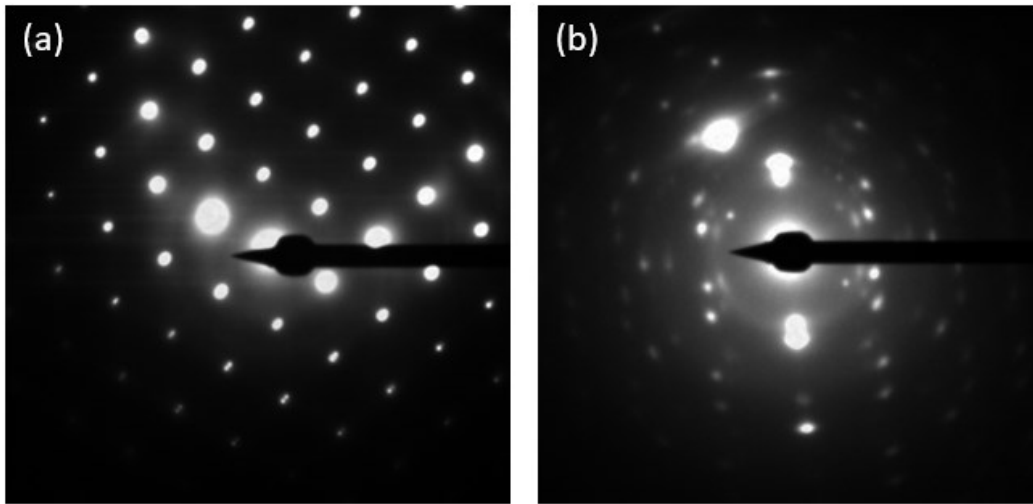


Figure 39. Diagrammes de diffraction d'électron associés à la lame mince de la multicouche $[Al/Sc]_{10}$ (MP18028) préparée par polissage mécanique sur tripode plan. Sur le cliché (a), le faisceau d'électron est focalisé sur le substrat en silicium orienté en (100), tandis que (b) correspond au diagramme de diffraction de la coupe transverse de la multicouche $[Al/Sc]_{10}$

Dans le chapitre 5, on pourra comparer et compléter les résultats de la diffraction d'électrons avec les mesures de diffraction de rayons X aux grands angles réalisés sur des échantillons multicouches $[Al/Sc]$ similaires.

- **Analyses complémentaires associées au microscope électronique en transmission**

Deux autres techniques disponibles sur le système de microscopie électronique en transmission du CSNSM ont été utilisées pour aller plus loin dans l'analyse élémentaire de nos échantillons. L'objectif étant d'analyser la structure et la composition des interfaces de nos multicouches $[Al/Sc]$, la spectroscopie de rayons X et de perte d'énergie des électrons sont deux méthodes souvent adaptées aux microscopes électroniques en transmission modernes.

La technique EDS ou EDX *Energy Dispersive X-ray Spectrometry* consiste à utiliser un spectromètre de rayons X pour détecter les rayons X caractéristiques émis par les atomes de l'échantillon lorsqu'ils sont ionisés par les électrons du faisceau. C'est une technique qui convient pour déterminer la composition chimique des échantillons.

L'autre technique complémentaire à l'EDS est désignée par l'acronyme EELS pour *Electron Energy Loss Spectrometry* (Spectroscopie de perte d'énergie d'électrons). Lorsque le faisceau d'électrons traverse l'échantillon, quelques électrons perdent de l'énergie dans les processus de diffusion inélastique par interaction avec les électrons de l'échantillon. La spectroscopie de perte d'énergie d'électrons consiste à mesurer l'énergie perdue par les électrons du faisceau en utilisant un spectromètre qui permet d'identifier les raies élémentaires d'ionisation ou des plasmons. La résolution en énergie de cette technique est de 1,1 eV, ce qui suffisant pour observer la structure fine des seuils d'ionisation qui nous intéressent. Elle est donc adaptée pour l'analyse chimique et élémentaire en complément de l'EDS.

L'échantillon à analyser doit être spécifiquement préparé pour être transparent aux électrons du microscope. Afin d'obtenir des images précises, il est nécessaire que les échantillons soient amincis sans être dégradés. On peut procéder soit par préparation manuelle par polissage mécanique, soit par découpe à l'aide d'un faisceau d'ions focalisés (FIB, Focused Ion Beam). Dans le cadre de ces travaux, nous avons procédé nous-mêmes à la première méthode de préparation mécanique grâce à notre collaboration au CSNSM, et nous avons eu recours aux services de la société ELEMCA, partenaire du CNES, pour la préparation FIB. L'étude comparative des résultats issus de ces deux techniques de préparation est détaillée dans le chapitre 5 dans le contexte de développement de nouveaux revêtements multicouches interférentiels efficaces dans l'EUV.

2.2.2. Techniques de préparation des échantillons

- **Préparation de lame mince par polissage mécanique**

La méthode de polissage mécanique ou polissage tripode est une technique d'amincissement d'échantillon développée au début des années 1990 par [60] afin d'observer avec précision de larges zones dans les composants électroniques. Cette technique permet d'amincir un échantillon jusqu'à la transparence aux électrons (10-100 nm) avec très peu de polissage ionique. Pour cela, on doit procéder en 3 étapes : 1) Découpage de l'échantillon et préparation du montage en « sandwich », 2) Polissage mécanique sur tripode plan de l'échantillon, et enfin 3) Montage de la lame mince sur le support adapté au TEM et polissage ionique final.

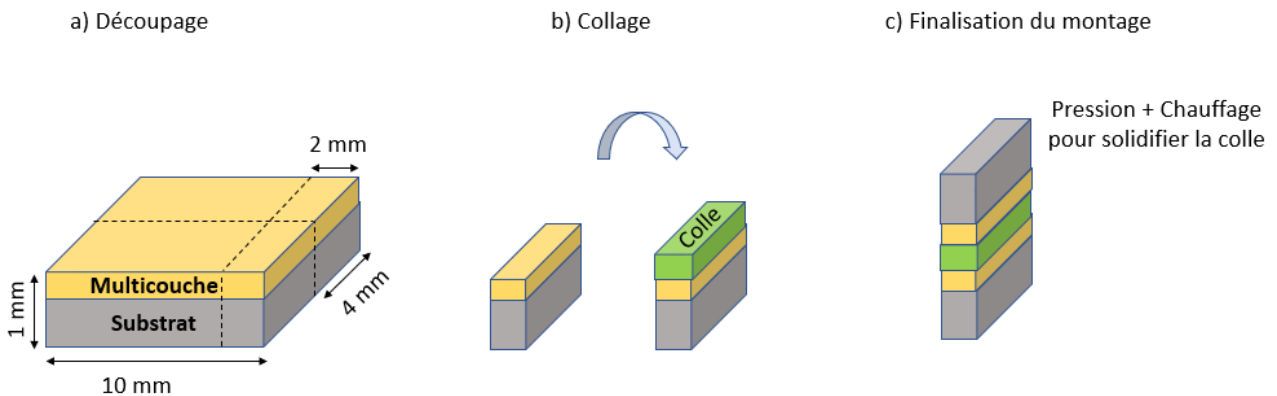


Figure 40. Schéma du procédé de montage en "sandwich" de la découpe de l'échantillon (a), au collage (b) jusqu'au montage final (c).

Les échantillons traités dans ces travaux sont des structures multicouches $[Al/Sc]_{10}$ et $[Sc/Al]_{10}$ sur des substrats de silicium dont les résultats d'analyse sont exposés dans le chapitre 5. Cette première méthode doit être précédée d'une protection de la surface à analyser en collant deux morceau du même échantillon surface contre surface (Figure 40).

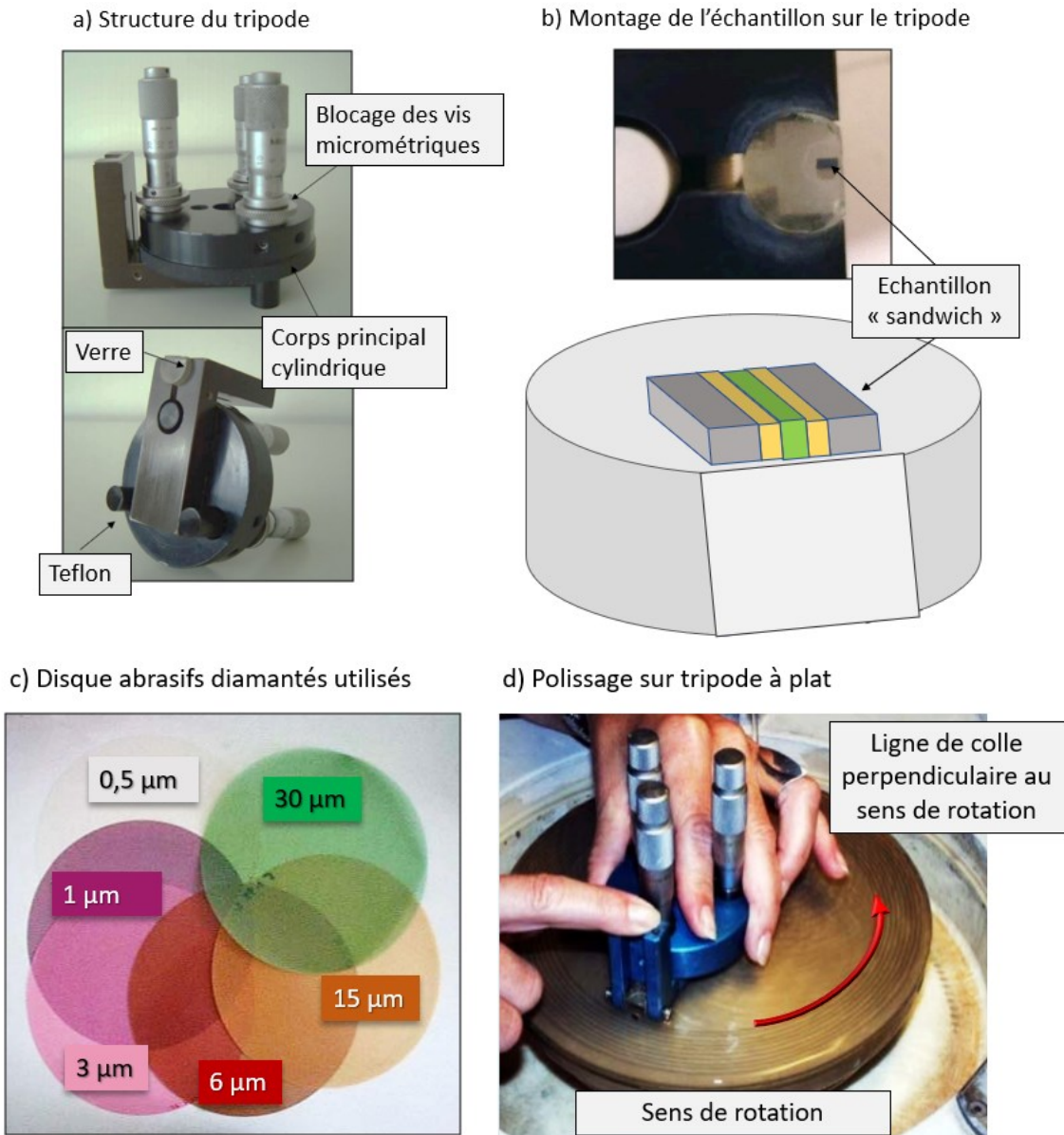


Figure 41. Illustrations du montage de l'échantillon « sandwich » sur le tripode plan (a) et (b) adapté au polissage mécanique à l'aide de disques abrasifs diamantés (c) et (d)

Le montage en « sandwich » est ensuite placé sur un support en verre Pyrex d'un tripode plan à l'aide d'une colle thermique. Ensuite, l'échantillon est poli à l'aide de disques abrasifs avec des grains en diamant de 30, 15, 6, 3, 1 et 0,5 μm (Figure 41). Le principe consiste à éroder progressivement une épaisseur équivalente à trois fois la taille de grains de l'étape précédente. Après chaque étape de polissage, l'échantillon est contrôlé au microscope optique pour vérifier qu'il n'y a aucune rayure ou copeau, et l'épaisseur est déduite grâce à la différence de focus entre la surface de la lame et le support en Pyrex.

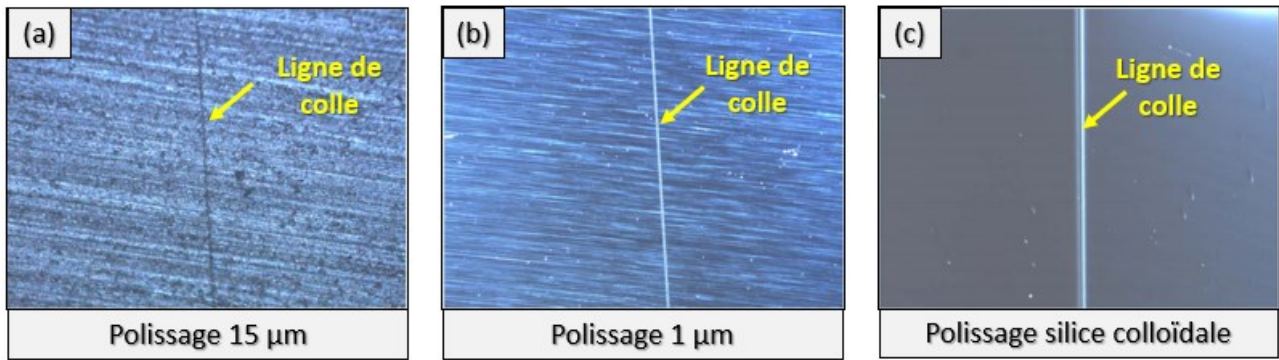


Figure 42. Etat de la surface polie de l'échantillon après polissage avec des grains de 15 μm (a), avec des grains de 1 μm (b) et enfin après polissage mécanique final à la silice colloïdale (c)

L'échantillon est ensuite décollé, rincé à l'éthanol, puis retourné sur le support pour être poli sur l'autre face. L'échantillon est donc poli de 200, 100, 50 et 30 μm d'épaisseur en utilisant à nouveau les films abrasifs de 30, 15, 6 et 3 μm en taille de grains, respectivement. Lorsque la lame atteint 30 μm d'épaisseur, elle est polie à l'aide d'un disque abrasif de taille de grains de 1 μm jusqu'à ce que l'épaisseur de l'échantillon atteigne 10 μm . Enfin, les derniers passages du polissage à 1 μm se font parallèlement à la ligne de colle et s'en suit un ultime polissage mécanique à la silice colloïdale (Figure 42 (c)) qui permet d'obtenir un poli miroir avec rendu final sans rayures tout en enlevant les impuretés des étapes de polissage précédentes.

Pour obtenir la transparence aux électrons, on décolle ensuite la lame mince du support tripode et on la dispose sur une grille adaptée pour l'analyse au microscope électronique. Dans ces conditions, l'échantillon est soumis au polissage sous faisceau ionique (PIPS Precision Ion Polishing System) d'un système GATAN PIPS I (Figure 43). Lors de cette étape, deux faisceaux d'ions Ar^+ vont amincir la lame perpendiculairement à la ligne de colle sous de faibles angles compris entre 6° et 9° pour des énergies d'ions entre 2 et 4 keV avec une intensité des canons à ions d'environ 10 μA . Le polissage se fait toujours en antisymétrie c'est-à-dire que si le premier faisceau forme un angle d'incidence de 8° à la surface de l'échantillon (par au-dessus), le deuxième faisceau forme un angle de -8° à la surface de l'échantillon (par en-dessous). Aussi, plus l'échantillon est aminci, plus on diminue l'angle et l'énergie des ions afin de supprimer les défauts causés par le polissage. L'objectif de ce traitement est de créer un trou au centre de notre lame pour bénéficier des zones transparentes aux électrons des bords de ce trou (Figure 44).

Pour l'échantillon Al/Sc présenté dans le chapitre 5, il a fallu compter environ une demi-journée pour le découpage et le montage en sandwich, trois jours de polissage (une journée pour chaque face, plus une journée pour les finitions) et enfin le polissage ionique a duré près de 5h20 en partant d'angles $-9^\circ/9^\circ$ et d'énergie 4 keV, puis $-8^\circ/8^\circ$ à 3 keV, et pour finir avec $-7^\circ/7^\circ$ à 2,5 keV.

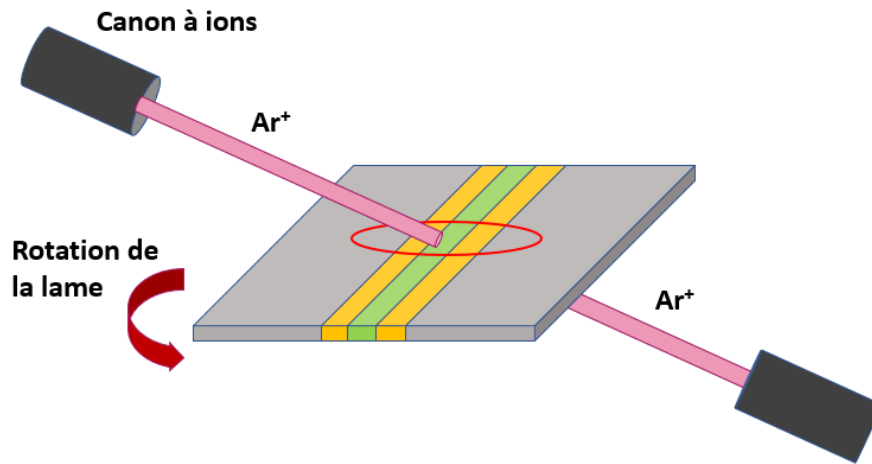


Figure 43. Schéma de principe du polissage sous faisceau ionique (PIPS)

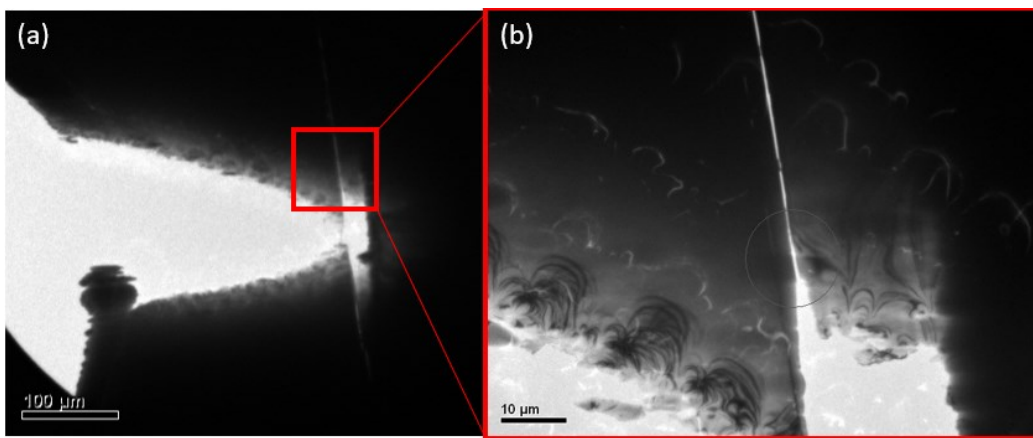


Figure 44. Résultats obtenus sur l'échantillon $[Al/Sc]_{10}$ (MP18028) après le polissage ionique final (a) et zoom sur une zone d'analyse exploitable où se situe la multicouche (b)

• Préparation FIB pour TEM

La préparation de lames minces sous faisceau d'ions a été effectuée par Elemca, partenaire du CNES. Les échantillons à découper sont d'abord recouverts d'une couche de platine pour protéger la surface, puis sous contrôle d'un microscope à balayage électronique dans une enceinte sous vide, l'échantillon est affiné en lame mince par un faisceau d'ions gallium Ga^+ .

Le dépôt de platine est réalisé à l'aide d'un injecteur de gaz intégré dans la chambre de préparation sous vide du FIB. Simultanément à l'injection de gaz, le faisceau d'électrons ou d'ions au choix scanne une zone rectangulaire sur la surface de l'échantillon, à travers le flux de gaz. Sous l'effet du faisceau d'électrons ou d'ions, les molécules de ce gaz précurseur (contenant du Pt) sont décomposées, et le Pt se dépose sur l'échantillon selon le rectangle balayé au préalable. Pour les échantillons Al/Sc traités dans le chapitre 5, un premier dépôt d'une couche mince de Pt a été déposée à l'aide du faisceau d'électrons accélérés à 5 kV pour un courant électronique incident de 26 nA, et une épaisseur consigne d'environ 500 nm. Ensuite, un second dépôt plus épais est réalisé sur le premier, cette fois à l'aide du faisceau d'ions Ga^+ accélérés à 8 kV avec un courant ionique de 5 nA et une épaisseur consigne d'environ 5 μm pour le dépôt.

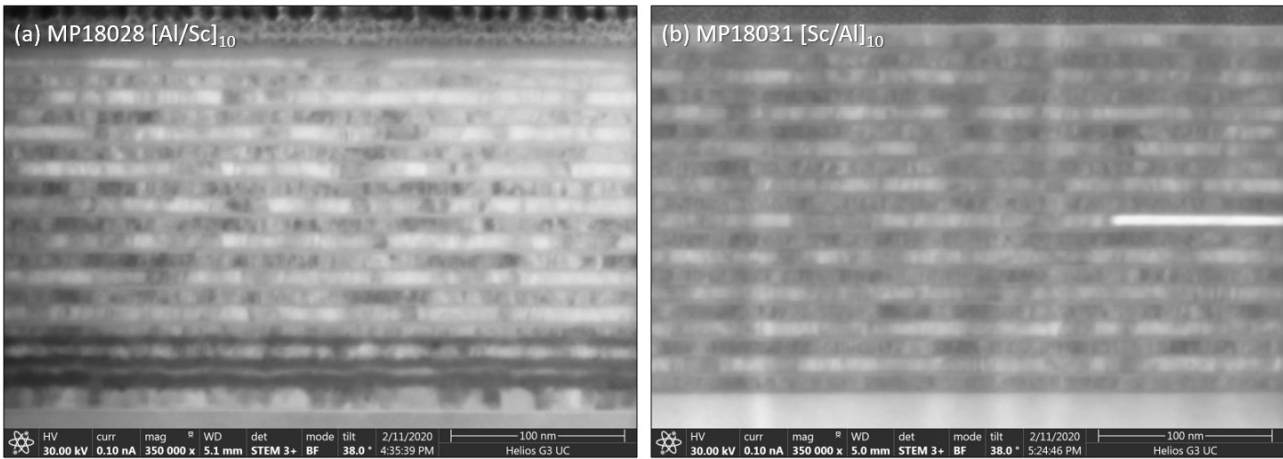


Figure 45. Premières images par microscopie électronique en transmission fournies par ELEMCA après préparation FIB: échantillon MP18028 [Al/Sc]₁₀ (a), et échantillon MP18031 [Sc/Al]₁₀ (b)

Par ailleurs, les découpes au FIB sont réalisées à tension d'accélération maximale de 30 kV, et typiquement à des courants compris entre 2,5 à 21 nA. Seule la dernière étape d'amincissement s'est effectuée à une tension de 5 kV avec un courant d'environ 50 pA pour minimiser l'endommagement. De premières images en microscopie électronique en transmission sont effectuées à la fin de la procédure directement dans l'enceinte sous vide du FIB pour vérifier la transparence et la qualité des lames. Les résultats seront plus amplement discutés dans le chapitre 5 encore une fois, mais on peut observer quelques artéfacts de cette méthode sur la Figure 45. Par exemple, on constate que la préparation de la multicouche MP18028 (Figure 45 (a)) semble plus endommagée par la procédure que l'autre échantillon MP18031 (Figure 45 (b)). Pour le premier, la couche de platine en surface est très poreuse et les couches sombres marquées sur les premières périodes de la structure correspondent à un dépôt de gallium d'après les analyses EELS. L'échantillon MP18031 est bien moins endommagé bien qu'il présente une anomalie visible sur près de 500 nm qui correspond à un « trou » de matière, notamment de l'aluminium, dans la lame mince.

Les lames minces préparées sont fixées sur des supports en cuivre en forme de demi-lune et disposées dans des boîtes spécifiquement adaptées pour le transport (Figure 46).

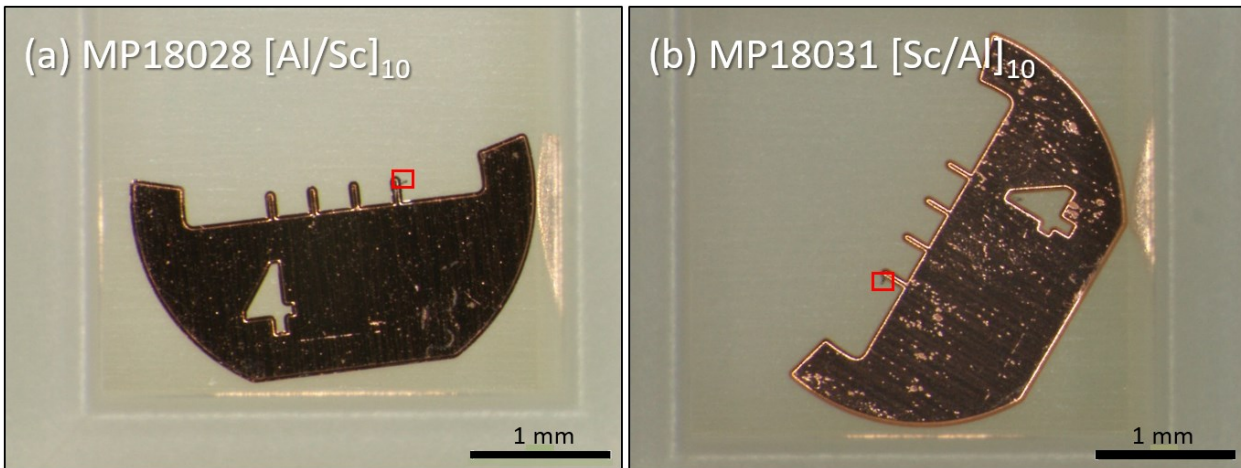


Figure 46. Supports en demi-lune adaptés pour TEM pour les deux échantillons MP18028 (a) et MP18031 (b). Les échantillons sont repérés sur les supports par des carrés rouges.

2.3. Diffraction de rayons X

Dans le cadre de nos travaux, nous avons eu recours à la diffraction X pour identifier les phases cristallines pouvant se créer lors du dépôt dans nos échantillons multicouches à base d'aluminium et de scandium. La diffraction de rayons X est une technique qui permet de caractériser la cristallinité d'un échantillon. Un pic de diffraction apparaît sur le spectre lorsque, pour un angle donné, le faisceau X incident interfère avec des plans atomiques cristallins vérifiant la condition de Bragg. La largeur du pic mesuré dépend de la cristallinité détectée : si le pic est très fin alors la phase sondée est parfaitement cristalline, s'il est large cela peut être synonyme d'une phase polycristalline et en cas de phase amorphe, aucun pic ne devrait apparaître.

Nous avons eu recours à un diffractomètre X Panalytical Empyrean en configuration Bragg-Brentano doté d'un miroir focalisant pour la raie d'émission $K\alpha$ du cuivre à $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ (source) et d'un détecteur PIXcel-3D.

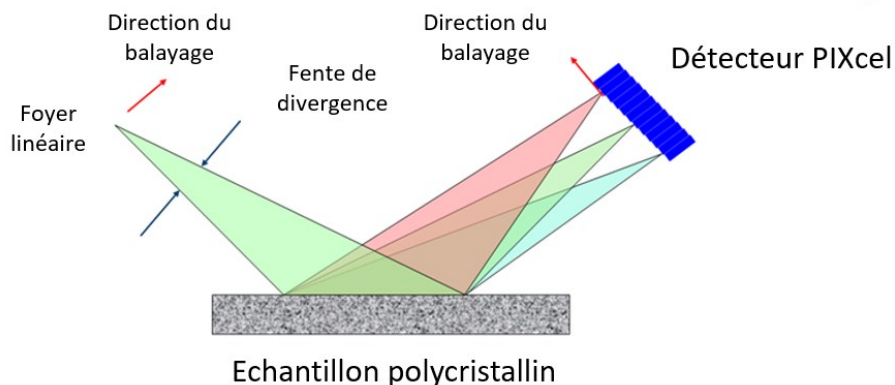


Figure 47. Représentation schématique de l'installation expérimentale du diffractomètre X utilisé à Thalès (Palaiseau)

En mode balayage, le PIXcel fonctionne comme un détecteur linéaire, de façon que chaque rangée de pixels (jusqu'à 255) agisse comme un détecteur individuel. Ce qui signifie que pour un angle d'incidence ω particulier, plusieurs positions 2θ sont mesurées simultanément. Dans ce mode, c'est la position du PIXcel qui est variable. Chaque canal actif reste un certain laps de temps (ce laps de

temps est défini comme le temps de passage divisé par le nombre de canaux actifs) avant d'être déplacé à la position 2θ suivante. Lorsque tous les canaux actifs ont enregistré l'intensité d'une position 2θ particulière, les valeurs sont additionnées et envoyées au logiciel de traitement de données. Les réflexions multiples comprises dans la gamme angulaire du détecteur sont simultanément détectées. Ainsi, une diminution dans le temps de collection de données avec un facteur de plus de 100 peut être atteint pour la mesure des échantillons de type « poudre » en géométrie focalisante par comparaison avec une mesure effectuée avec un diffractomètre Bragg-Brentano classique avec une fente devant le détecteur.

2.4. Spectrométrie de photoélectrons X

Cette technique d'analyse de surface permet d'accéder aux propriétés électroniques et chimiques de la surface d'un matériau par bombardement d'un faisceau de rayons X d'énergie donnée puis détection des photoélectrons éjectés caractéristiques des atomes sondés. Comme déjà évoqué dans le Chapitre 1 (section 1.1.2. Interactions rayons X-matière : effet photoélectrique et fluorescence), le niveau X des atomes d'un élément dans un matériau peut être excité par un rayonnement de photons incidents, lorsque l'énergie des photons $h\nu$ est supérieure à l'énergie de liaison W_X du niveau électronique considéré. Il en résulte l'éjection de photoélectrons de ce niveau avec une énergie cinétique à l'émission ($h\nu - W_X$). Ces photoélectrons peuvent quitter l'échantillon, donc peuvent être mesurés, si leur énergie en arrivant à la surface est encore supérieure au travail d'extraction $e\Phi$ (Φ barrière de potentiel du solide).

L'énergie cinétique E à la sortie de l'échantillon est donc représentée par la relation suivante :

$$E \leq E_p = h\nu - W_X - e\Phi$$

La valeur maximum de E_p de l'énergie correspond aux photoélectrons provenant d'une couche superficielle dont l'épaisseur est inférieure à leur libre parcours moyen l . Ceux qui sont émis à une plus grande profondeur perdent une fraction plus ou moins importante de leur énergie par interactions au cours de leur trajet vers la surface. Le spectre d'énergie des électrons à leur sortie de l'échantillon, est donc dissymétrique et présente un pic fin et intense à la valeur maximale E_p . Ce pic correspond à la prépondérance des photoélectrons de surface, non absorbés. Si le rayonnement incident est rigoureusement monochromatique et si on connaît le travail d'extraction $e\Phi$, la mesure de l'énergie de ce pic permet d'atteindre directement l'énergie W_X des niveaux électroniques des atomes se trouvant dans la couche de matériau d'épaisseur l . Pour une énergie de l'ordre du keV, courante avec les photoélectrons, l est de l'ordre de quelques dizaines d'angströms. L'énergie des niveaux variant avec l'état de liaison, on dispose ainsi d'une méthode qui, outre l'identification des atomes, permet l'étude de leurs liaisons. Les pics de photoélectrons sont généralement désignés sous la notation quantique des niveaux correspondants par exemple $3d^{3/2}$ pour le niveau M4.

Chapitre 2. Moyens expérimentaux et méthodes

Dans le cadre de ces travaux de thèse, l'instrument utilisé était équipé d'une source Al K α avec une énergie de photons de 1486,7 eV situé au Laboratoire de Chimie-Physique Matière et Rayonnement à Jussieu sous la responsabilité de Philippe Jonnard. Cette technique nous a permis d'accéder à la composition de l'extrême surface de nos échantillons à base d'aluminium et de scandium dont les résultats sont détaillés dans le chapitre 5.

CHAPITRE 3. INDICES OPTIQUES DANS L'EXTREME ULTRAVIOLET

Comment vérifier et choisir les meilleures valeurs d'indices optiques des matériaux utilisés dans la conception des miroirs interférentiels EUV ?

Ce troisième chapitre porte sur les indices optiques des couches minces de matériaux dans l'extrême ultraviolet (EUV). Cette propriété optique est un paramètre essentiel dans les processus de simulation et de conception de revêtements interférentiels à haute efficacité.

Nous verrons au travers des différentes méthodes de mesure et de l'état de l'art des valeurs tabulées dans la littérature, que des lacunes et des incertitudes persistent dans les données disponibles actuelles. Ces défauts impactent fortement les modélisations et par extension, ils limitent le développement expérimental de revêtements multicouches dans l'EUV.

Afin d'atténuer ces effets dans la suite des travaux présentés dans ce manuscrit, ce chapitre vise à identifier les régions spectrales problématiques dans les tables d'indices des matériaux utilisés dans ces travaux de thèse d'une part, et à proposer une méthode pour sélectionner les constantes optiques disponibles les plus adaptées. Pour ce deuxième point, on se basera sur les réponses expérimentales en réflectivité et en transmission de miroirs et de filtres connus.

1. DEFINITION ET ETAT DE L'ART DES INDICES OPTIQUES DANS L'EUUV

1.1. Principales méthodes de mesure des indices optiques dans l'EUUV

Nous avons vu dans le premier chapitre que l'indice de réfraction d'un matériau dans l'EUUV peut s'écrire sous la forme :

$$\tilde{n}(\omega) = \mathbf{1} - \delta(\omega) + i\beta(\omega) \quad (12)$$

Les coefficients δ et β sont liés par les formules de Kramers-Kronig, c'est-à-dire qu'en déterminant l'un expérimentalement, on peut en déduire l'autre par le calcul :

$$\delta(E) = -\frac{\pi}{2} \mathcal{P}_c \int_0^\infty \frac{E' \beta(E')}{E'^2 - E^2} dE' \quad (40)$$

Différentes méthodes de caractérisation permettent de mesurer soit le coefficient d'absorption β uniquement, soit le couple δ et β . Les intégrales de Kramers-Kronig se calculent sur toute la gamme spectrale ce qui est expérimentalement impossible. En pratique, il faut procéder à plusieurs interpolations et/ou extrapolations avec des modèles et d'autres données expérimentales ce qui génère des erreurs non-négligeables dans les données de la littérature. C'est notamment observé au-delà de 40 nm de longueur d'onde et proche des seuils d'absorption des matériaux où les structures fines électroniques induisent de fortes variations d'indices. De plus, chaque technique de mesure comporte des incertitudes expérimentales liées à l'état de surface de certains matériaux (oxydation, contamination), ce qui rend la détermination des indices optiques dans l'EUUV encore plus complexe.

La méthode la plus courante pour déterminer l'indice optique d'un matériau dans l'EUUV, est de mesurer l'absorption d'un film mince dont la composition et l'épaisseur sont parfaitement connues. La mesure de l'absorption se fait par transmission c'est-à-dire que l'on mesure l'intensité du faisceau incident et celle du faisceau transmis sur une large gamme de longueurs d'onde (ou d'énergies) à l'aide d'une source synchrotron et d'un monochromateur. Pour un échantillon d'épaisseur connue x , l'intensité du faisceau transmis est donnée par la relation :

$$T = \frac{I}{I_0} = e^{-\rho\mu(\omega)x} \quad (41)$$

avec ρ la densité massique, I le flux transmis, I_0 le flux incident et μ le coefficient d'absorption massique qui permet de déduire la partie imaginaire du facteur de diffusion atomique, ce qui revient à connaître la partie imaginaire β de l'indice optique via la relation :

$$\mu\rho = \frac{4\pi\beta}{\lambda} \quad (42)$$

Il est également possible de procéder par réflectométrie où on s'affranchit des relations de Kramers-Kronig puisque on détermine à la fois δ et β en ajustant leurs valeurs sur les courbes $R(\theta)$ mesurées à

chaque énergie. Pour cela, il est nécessaire d'avoir une bonne résolution en énergie ce qui implique un grand nombre de mesures. De manière plus générale, une limitation de cette méthode est que l'on a besoin d'un modèle multi-paramètres pour simuler les données mesurées (δ et β ne sont pas les seules variables, il y a aussi les rugosités d'interfaces). De plus, ces mesures angulaires sont dépendantes de la polarisation et nécessitent donc l'utilisation d'une ligne synchrotron avec une polarisation bien définie et connue. Enfin, pour les matériaux qui s'oxydent au contact de l'air, il est nécessaire de déposer le matériau in situ sur la ligne de mesure [61]. Néanmoins, pour les matériaux dont l'absorption trop importante ne permet pas la mesure par transmission, la réflectométrie est une solution bien adaptée [62]. C'est pourquoi la première méthode est la plus répandue.

Il existe aussi d'autres techniques de mesures moins fréquemment rencontrées dans la littérature actuelle pour déterminer les indices optiques de couches minces de matériaux dans l'EUV et/ou les rayons X mous. On peut notamment citer l'interférométrie [63,64], l'ellipsométrie [65], la spectroscopie de perte d'énergie des électrons (EELS) [66] et la mesure du photocourant de surface (Total Electron Yield) [67].

1.2. Etat de l'art des tables d'indices optiques dans l'EUV

1.2.1. Tables de Henke et principales références

Henke et al. ont compilé en 1993 les mesures de photo-absorption disponibles dans la littérature pour la plupart des éléments de la table périodique. Ils ont pu en déduire (directement ou par interpolation) la partie imaginaire du facteur de diffusion atomique (f_2) de tous les éléments ($Z=1-92$) pour les énergies de photon entre 10 eV et 30 keV [68]. Ils ont ensuite calculé et répertorié la partie réelle du facteur de diffusion atomique (f_1) en utilisant les relations de Kramers-Kronig pour des énergies de photon entre 30 eV et 30 keV [68]. Pour certains éléments, les valeurs incluses dans les tables de Henke ont été mises à jour avec de nouvelles valeurs expérimentales. Ces tables sont citées en référence et elles sont disponibles sur le site du Center for X-Ray Optics (CXRO). Au-delà de 41 nm de longueur d'onde, limite actuelle des tables de Henke, très peu de tables d'indices optiques existent actuellement.

Cependant, pour mener à bien les multiples simulations et modélisations de miroirs et de filtres optiques dans le cadre de ces travaux de thèse, il est essentiel de déterminer les valeurs d'indices optiques les plus adaptées pour chaque matériau utilisé parmi les différents jeux disponibles dans la littérature. Pour mener à bien cet objectif, on commence par répertorier dans le tableau qui suit les différentes tables d'indices existantes pour chaque matériau d'intérêt de ces travaux de thèse : Al, Al₂O₃, B₄C, Mg, Mo, Sc, SiC et Zr.

Chapitre 3. Indices optiques dans l'Extrême Ultraviolet

Tableau 8. Références des tables d'indices optiques de différents matériaux dans l'EUV

Matériaux	Intitulé du fichier	Gamme (nm)	Références/Commentaires
Al	Al_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018) includes β values from Gullikson et al.[69]
	Al_Palik	16.53 – 1239.8	Palik (1985)[70]
	Al_Shiles	1.24 – 130.51	Shiles et al. in [71]
Al ₂ O ₃	Al2O3_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018)
	Al2O3_hagemann	0.77 – 137.76	Hagemann et al. in [71]
	Al2O3_Palik	12.4 - 24996	Palik (1991)[72]
B ₄ C	B4C_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018)
	B4C_Blumenstock	40.6-200	Blumenstock et al (1995) [73]
	B4C_soufli	1.6 – 60	Soufli et al (2008) DC-sput.[74]
	B4C_tarrio	7.2-30.1	Tarrio et al (1998) in-situ sput. [75]
Mg	Mg_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018) includes β values from Gullikson et al. (1994) [69] and [76]
	Mg_Vidal	0.95 – 49.6	Manuela Vidal-Dasilva at ALS [76]
	Mg_Daude	51.54 – 114.50	Daude (1969) [77]
	Mg_hagemann	0.025 – 17711.4	Hagemann (1975) [78]
Mo	Mo_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018) includes β values from Soufli and Gullikson (1998)[79] and Tarrio (1998)[75]
	Mo_tarrio	8.8 – 33.6	Tarrio et al (1998)[75] in-situ sput.
	Mo_palik	6.2 – 123980	Palik (1985)[70]
Sc	Sc_llnl_cxro	0.12 – 64.22	CXRO including Aquila and Uspenskii values [80]
	Sc_uspenskii	17.71 – 68.67	Uspenskii [81]
	Sc_MFP_llnl	0.5 – 1007.3	Fernandez-Perea [82]
SiC	SiC_CXRO	0.042 – 41	CXRO (2018)
	SiC_kortright	2.4 – 121.6	Kortright and Windt (1988) [83]
	SiC_larruquert	6.2 – 123.98	Larruquert et al. (2011)[84]
Zr	Zr_CXRO	0.012 – 64.92	CXRO (2018)
	Zr_lynch	41.3 – 137.8	Lynch et al. (DESY) (1981)[70]
	Zr_windt	2.4 – 121.6	Windt et al. (1988)[85]

Tableau 9. Compilation d'indices optiques utilisées pour l'aluminium et le magnésium

Fichier	Gamme (nm)	Références / Commentaires
Al - Compilation	1.24 – 1239.8	Shiles until 19 nm, then Palik + replacing of k absorption coefficients in Shiles by Palik ones
Mg - Compilation	0.95 – 114.5	Concatenation of: 0.95 – 49.6 nm: Manuela Vidal-Dasilva at ALS [76] 51.54 – 114.5 nm: Daude 1969 [77]

On constate que les tables d'indices que l'on trouve actuellement dans la littérature sont relativement anciennes, notamment lorsqu'il s'agit des références de Palik. De nombreux matériaux ont été remesurés depuis bénéficiant de plus grandes performances des lignes de lumière synchrotron entre autres ; ainsi les différentes mesures ne sont pas toujours en accord. Il est donc nécessaire d'évaluer aujourd'hui les différents jeux de données publiés afin de sélectionner les plus fiables malgré toutes les difficultés présentées.

1.2.2. Comparatifs d'indices optiques des matériaux utilisés dans les travaux de thèse

Dans cette section, on compare les valeurs des coefficients d'indices δ et β des différentes références afin d'identifier les régions spectrales problématiques pour chaque matériau d'intérêt dans le cadre des travaux de thèse présentés dans ce manuscrit.

- *Aluminium et oxyde d'aluminium*

L'aluminium est le matériau au centre de tous les développements exposés dans ces travaux. Il est un matériau essentiel à la fois pour les filtres en transmission et pour les revêtements multicouches de miroirs des missions spatiales explorant l'EUV. Malgré tout, si on compare les tables d'indices optiques de Palik, de Shiles et du CXRO (Figure 48), on note des différences marquées près du seuil d'absorption $L_{2,3}$ vers 17 nm.

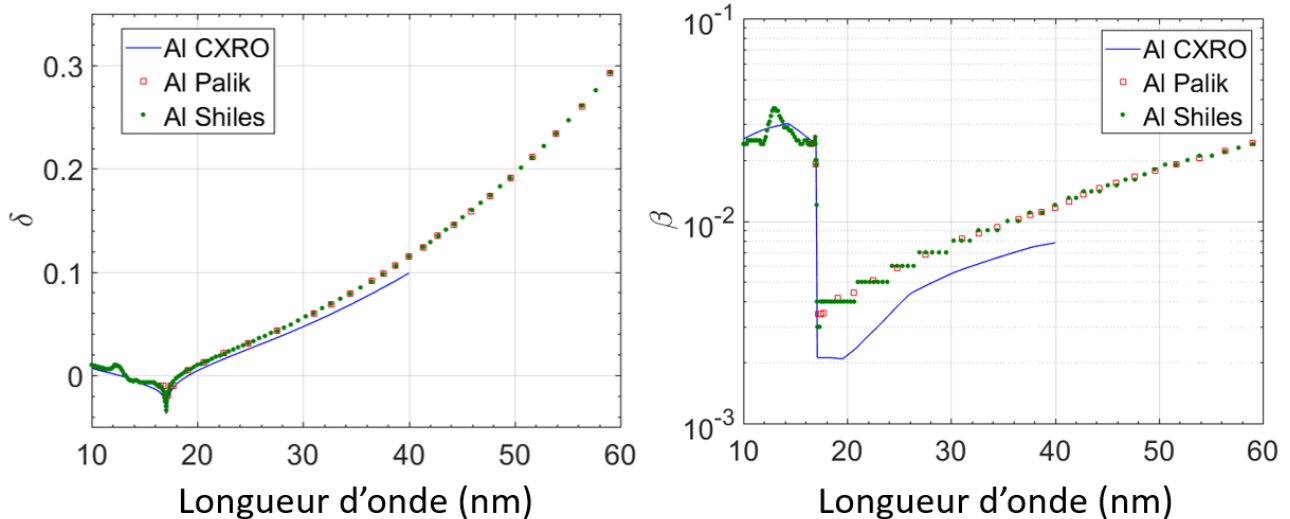


Figure 48. Comparaison des tables d'indices optiques pour l'aluminium

A première vue, les valeurs de Palik et Shiles sont concordantes et bien qu'elles ne soient pas parfaites, les valeurs de Shiles illustrent des structures fines bien définies sous le seuil $L_{2,3}$ qui peuvent correspondre aux structures fines de l'aluminium en lui-même. Cependant, une progression par palier apparaît au-delà de ce seuil sur le coefficient d'absorption dû à l'approximation à la troisième décimale dans cette table d'indices. Remplacer les valeurs de β au-dessus de 17 nm par celles de Palik qui correspondent compense cet effet et peut potentiellement donner une meilleure précision dans les simulations. Par ailleurs, les données de Palik montrent une résolution spectrale peu concluante sous le seuil d'absorption de l'aluminium, ce qui peut indiquer que ces valeurs ne soient pas adaptées pour des simulations correctes dans cette région spectrale. Par la suite, nous comparerons les résultats de simulations réalisées avec les indices CXRO et avec une combinaison des tables de Shiles et Palik, désignée comme « Al-compilation » pour déterminer quelles valeurs semblent les plus appropriées (voir Tableau 9).

Il est aussi essentiel de prendre en considération la couche d'oxyde associée Al_2O_3 car l'aluminium est souvent utilisé comme couche de surface. Son oxydation en Al_2O_3 permet de préserver les couches de matériaux enfouies sous l'aluminium. Au contact de l'air cette couche d'oxyde peut atteindre une épaisseur moyenne non-négligeable de 5 nm [86,87], pouvant induire une baisse d'efficacité s'il n'est pas pris en considération lors de la conception.

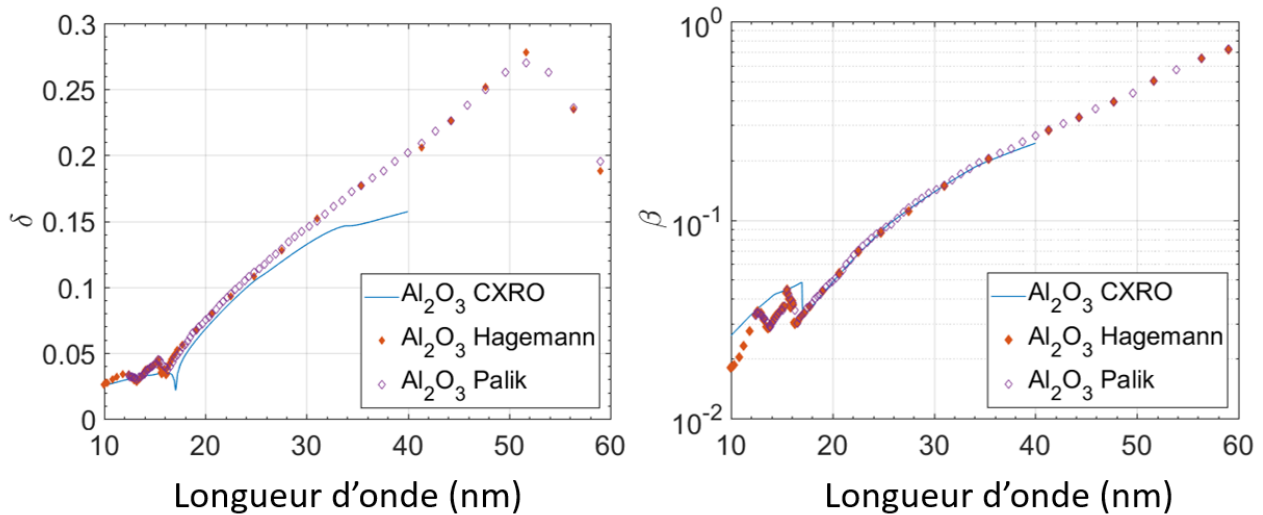


Figure 49. Comparaison des tables d'indices optiques pour l'oxyde d'aluminium Al_2O_3

D'après la (Figure 49), on observe que les constantes optiques de Al_2O_3 de la base de données du CXRO sont très différentes des valeurs de Hagemann et de Palik. Cela s'explique par le fait que les valeurs du CXRO sont calculées à partir des facteurs de diffusion atomique de Al et O qui ne prennent pas en compte l'effet de matrice, c'est-à-dire de l'environnement chimique du matériau. En conséquence, le seuil de l'aluminium $L_{2,3}$ apparaît toujours vers 17,1 nm (comme pour l'Al pur) sur les valeurs du CXRO alors qu'il est décalé vers les longueurs d'onde plus courtes dans les données mesurées de Hagemann et de Palik. Ce décalage correspond à environ 2-3 eV sachant que le seuil d'absorption d'un oxyde d'aluminium pur est décalé de -2 eV environ par rapport au pic Al 2p d'aluminium, tandis qu'un oxyde d'aluminium sur une couche d'aluminium donne plutôt un pic Al 2p décalé de -3 eV - [88].

- *Zirconium*

Le zirconium est un autre film mince intéressant pour les composants optiques EUV et, comme pour l'aluminium, il s'agit d'un autre matériau essentiel pour les filtres en transmission dans les missions spatiales d'observation solaire. Là encore, on constate des différences majeures entre les tables d'indices (Figure 50), et notamment entre les différents coefficients d'absorption β de 10 à 20 nm. Les écarts sont encore plus marqués au-delà de 40 nm où ces valeurs peuvent varier d'un facteur 10 selon la table d'indices choisie. Le coefficient δ semble cohérent jusqu'à 40 nm où au-delà, là aussi, d'importantes différences sont constatées.

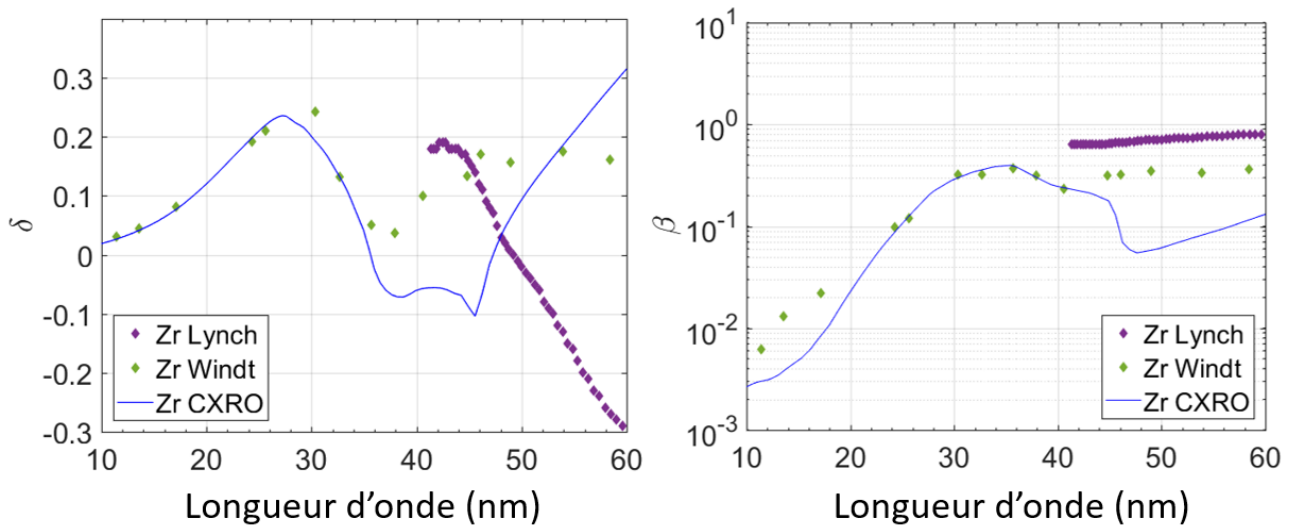


Figure 50. Comparaison des tables d'indices optiques pour le zirconium

- *Magnésium*

Le magnésium a été utilisé comme composant dans plusieurs filtres et revêtements multicouches pour des optiques EUV dédiées à des applications spatiales. Les miroirs multicouches à base de magnésium possèdent un pouvoir réflecteur accru, mais ils n'ont pu être utilisés pendant longtemps en tant que composants pour les miroirs multicouches EUV à cause de leur sensibilité à la corrosion [89]. Cependant, il a retrouvé une certaine popularité grâce au développement de barrières anti-corrosion [90].

Si on compare les tables d'indices disponibles du CXRO, de la compilation de Monica Fernandez-Perea (voir Tableau 9) et de Hagemann, on constate que les valeurs de Hagemann sont supérieures sur l'ensemble de la gamme EUV (Figure 51). Les coefficients δ de la table du CXRO divergent des valeurs de Hagemann à partir de 30 nm de longueur d'onde.

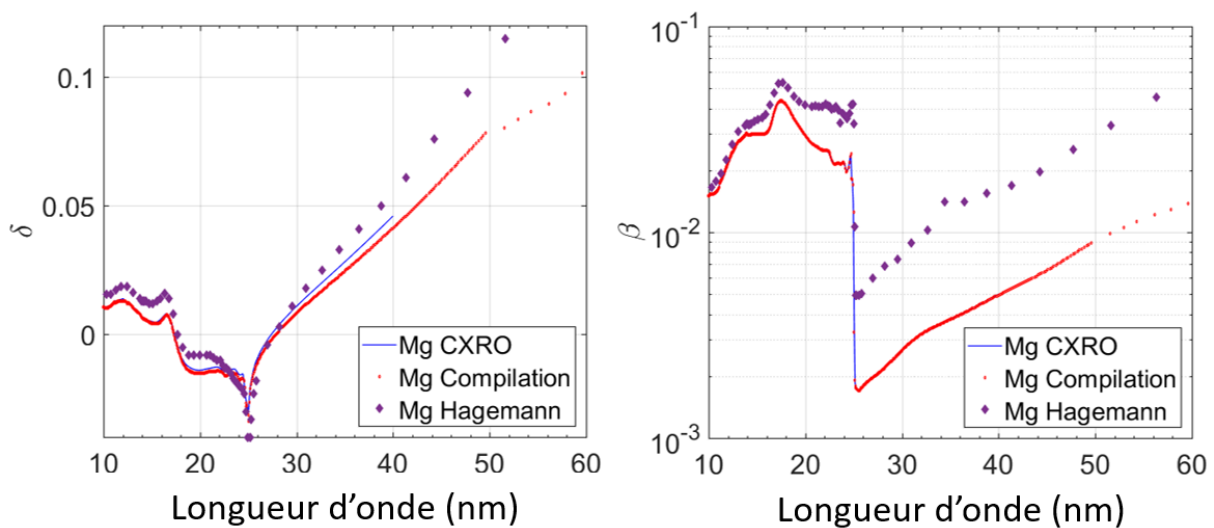


Figure 51. Comparaison des tables d'indices optiques pour le magnésium

- *Molybdène*

Comme nous l'avons évoqué dans l'historique des missions d'observation solaires du Chapitre 1, le molybdène combiné au silicium dans des structures multicouches a été de nombreuses fois utilisé pour ses performances dans la gamme spectrale EUV. Les miroirs périodiques Mo/Si ont prouvé leur performance et leur robustesse en équipant les télescopes EUV embarqués comme SOHO/EIT [1], STEREO/EUVI [2], SUVI/GOES et SDO/AIA [3] pour détecter les raies d'émission du fer et de l'hélium provenant de différentes zones de l'atmosphère solaire.

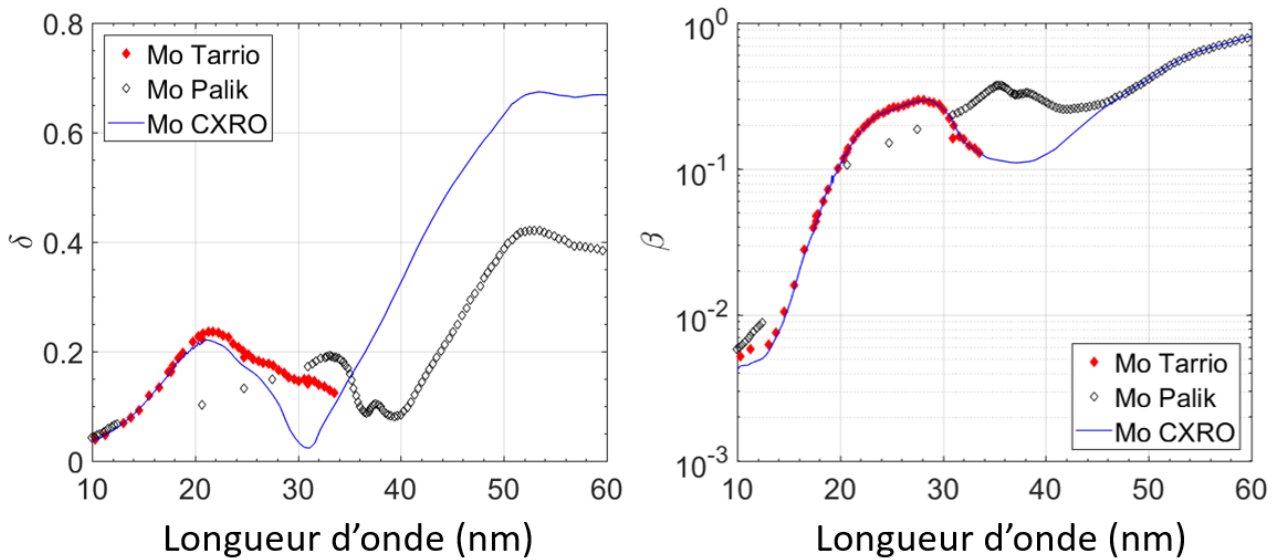


Figure 52. Comparaison des tables d'indices optiques pour le molybdène

Malgré toutes ces applications, on trouve encore des divergences entre les différentes tables d'indices optiques du Mo qui ont un impact fort sur les simulations (Figure 52). Ces divergences apparaissent à partir de 30 nm en ce qui concerne le coefficient d'absorption β , mais commencent dès 21 nm pour le coefficient δ . Notons que la région 30-40 nm dans laquelle on trouve les plus grandes divergences entre les valeurs de β publiées correspond à l'emplacement des seuils d'absorption N_2 et N_3 du Mo (respectivement à 33 et 35 nm).

- *Carbure de silicium et carbure de bore*

Les films minces de carbure de silicium SiC et de carbure de bore B₄C sont fréquemment employés dans la conception de miroirs multicouches EUV/X pour des applications spatiales. SiC et B₄C constituent également des revêtements réflecteurs efficaces en couche mince unique grâce à leur réflectivité significative au-delà de 50 nm de longueur d'onde. On compare les valeurs de trois tables d'indices du SiC sur la Figure 53, et de quatre tables d'indices optiques du B₄C sur la Figure 54.

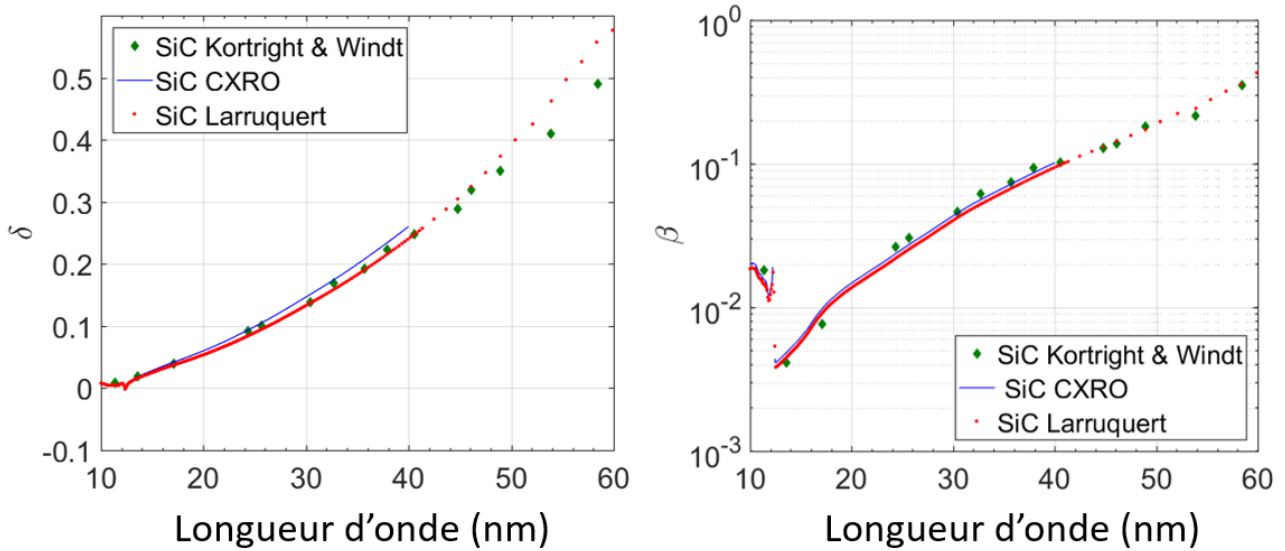


Figure 53. Comparaison des tables d'indices optiques pour le carbure de silicium SiC

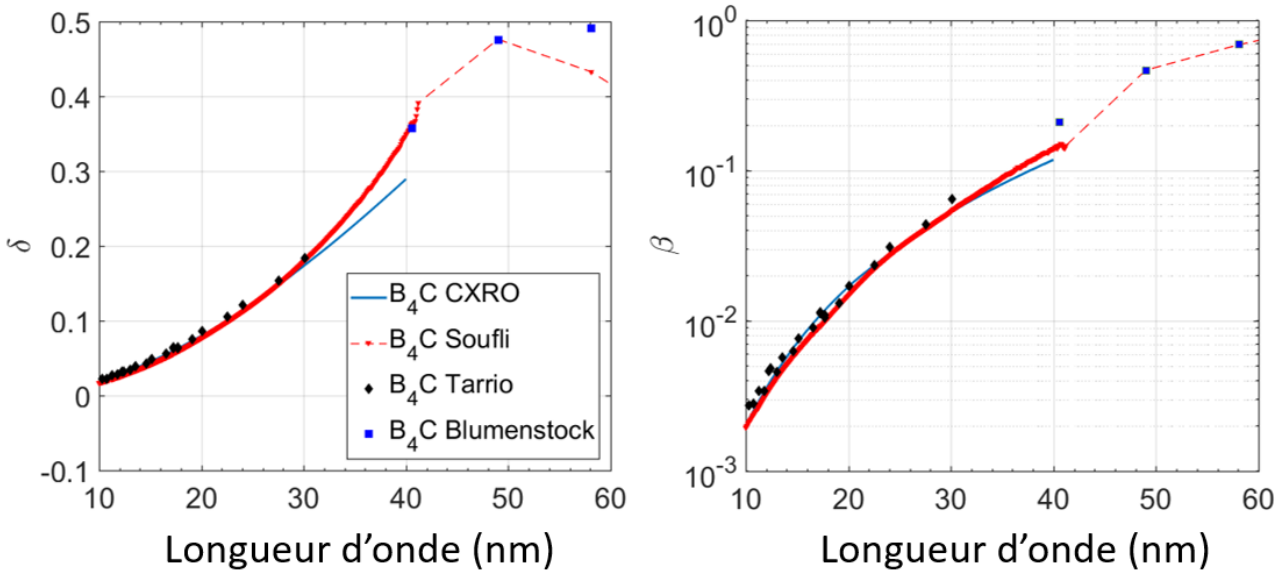


Figure 54. Comparaison des tables d'indices optiques pour le carbure de bore B₄C

Leurs constantes optiques ne présentent pas de divergences majeures en comparaison avec la plupart des autres matériaux présentés dans ces travaux. Néanmoins, des différences apparaissent à partir de 40 nm pour les coefficients δ du SiC et à partir de 30 nm pour le B₄C.

- *Scandium*

Le scandium sera un élément majeur de l'étude menée dans le chapitre 5 de cette thèse. Associé au silicium, ces combinaisons font référence pour atteindre des valeurs de réflectivité significatives entre 40 nm et 50 nm de longueur d'onde.

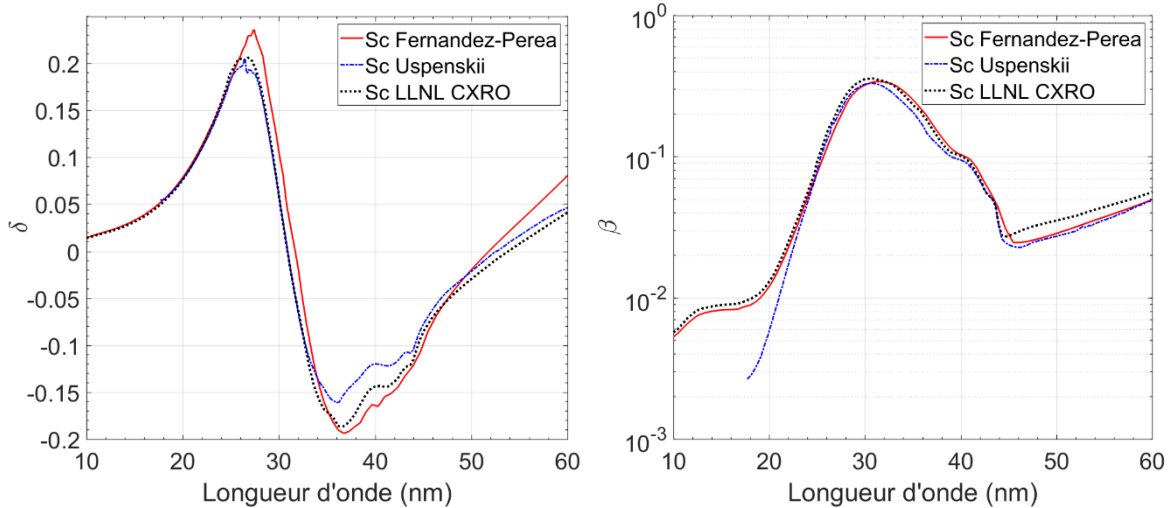


Figure 55. Comparaison des tables d'indices optiques pour le scandium

Les tables d'indices optiques du scandium disponibles dans la littérature sont encore une fois assez limitées au-delà de 40 nm, et on constate également des valeurs d'absorption assez différentes entre les tables de Uspenskii et de Aquila entre 17 et 25 nm. Les tables les plus récentes sont celles de Fernandez-Perea dont les valeurs sont relativement proches de celles de Aquila sur l'ensemble de la gamme spectrale, excepté pour les valeurs d'absorption au-delà de 40 nm qui sont plus proches des valeurs de Uspenskii.

Après avoir identifié les principales différences au sein des tables d'indices optiques EUV disponibles dans la littérature, nous allons comparer des simulations réalisées à partir des différents jeux d'indices avec des mesures d'échantillons (filtres et miroirs) connus. Nous pourrions ainsi en déduire quelles sont les tables d'indices les plus fiables.

2. METHODE DE SELECTION D'INDICES OPTIQUES D'APRES DES MESURES EXPERIMENTALES D'ECHANTILLONS CONNUS DANS L'EUUV

2.1. Démarche scientifique

2.1.1. Méthodologie

Pour évaluer les différents jeux de données publiées et sélectionner les tables d'indices optiques les plus fiables malgré toutes les difficultés présentées, on simule des spectres de réflectivité et de transmission de revêtements optiques, dont la structure est connue, avec plusieurs fichiers de constantes optiques sur le logiciel IMD [54]. La comparaison entre les différents modèles et leur accord aux données mesurées permettra de conclure quant à la fiabilité des constantes optiques disponibles dans la littérature. On en déduira alors quelles sont les tables d'indices optiques les plus adaptées pour obtenir les modélisations les plus précises pour le développement de nouveaux échantillons, ou pour l'étalonnage de composants optiques.

2.1.2. *Filtres métalliques et miroirs multicouches étudiés*

Les modélisations ont été réalisées principalement pour comparer aux mesures des filtres et miroirs développés pour l'instrument Extreme Ultraviolet Imager (EUI), notamment ceux du Full Sun Imager (FSI) et du EUV High Resolution Imager (EUV HRI), télescopes imageurs EUV de la mission Solar Orbiter. Nous donnerons plus de détails sur la mission et ces instruments dans le chapitre 4 consacré à l'étalonnage de FSI. On utilisera aussi la mesure en réflectivité de l'échantillon MP18028 qui combine Al et Sc dont l'étude est exposée dans le chapitre 5 de ce manuscrit et qui nous permettra ici de déterminer la fiabilité des indices optiques EUV du scandium. Le Tableau 10 répertorie le nom, la structure et les épaisseurs ou périodes nominales d en nanomètres des échantillons analysés. La méthode de mesure et la gamme spectrale en longueurs d'onde sur laquelle ils ont été mesurés y sont aussi indiquées.

Tableau 10. Description des échantillons analysés - trois filtres et deux miroirs multicouches - avec leurs paramètres expérimentaux

Type	#	Structure	Epaisseur nominale (nm)	Gamme λ
Filtres	1829	Al/Zr/Al	50.7/96.3/50.7	12 – 27 nm
	13396	Al/Zr/Al	53.1/92.5/49	[12-25 nm] [40-65 nm]
	1906	Al/Mg/Al	80.1/322.2/80.1	12 – 40 nm
Miroirs	MP17018	[Al/Mo/SiC] \times 50 + SiC cap	$d = 8.9$	15 – 21 nm
	MP11024	[Al/Mo/B4C] \times 20	$d = 16.5$	24 – 36 nm
	MP18028	[Al/Sc] \times 10 + SiC cap	$d = 20$	17 – 50 nm

Les trois premiers échantillons analysés sont les filtres témoins de FSI, fabriqués par la société Luxel. La transmission du filtre Al/Zr/Al (#1829) a été mesurée de 12 nm à 27 nm, et celle du filtre Al/Mg/Al (#1906) a été mesurée de 17 à 40 nm. Nous montrons aussi le cas du modèle d'essai (#13396) qui a aussi été fourni par la société Luxel en 2011 et présente l'avantage d'être quasiment similaire au filtre Al/Zr/Al 1829 en ayant été mesuré sur une gamme spectrale plus étendue au synchrotron PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Berlin).

Les mesures en réflectivité de trois échantillons multicouches fabriqués dans notre laboratoire ont également été étudiées. Les deux revêtements interférentiels Al/Mo/SiC (MP17018) et Al/Mo/B₄C (MP11024) ont été développés simultanément pour définir le miroir bi-bande équipant le Full Sun Imager de Solar Orbiter. La réflectivité de ces multicouches tri-matériaux à base d'aluminium ont été mesurées de 15 à 21 nm (MP17018) et de 24 à 36 nm (MP11024).

2.2. Analyses des données en transmission des filtres optiques

Les valeurs de transmission des filtres ont été mesurées sur la ligne Métrologie du synchrotron SOLEIL, sauf pour les modèles d'essai qui ont été mesurés au synchrotron PTB à Berlin. Ces filtres étant constitués de Zr ou de Mg encapsulés dans de l'aluminium, nous avons dû considérer une couche d'oxyde d'aluminium pour les deux échantillons dans chaque modèle. L'épaisseur d'oxyde moyenne a été estimée à 5 nm [86,87] et une rugosité moyenne de 0,7 nm rms a aussi été appliquée à chaque interface. La rugosité influe sur les oscillations induites par les réflexions multiples qui se produisent au sein de la structure.

2.2.1. *Filtres optiques Al/Zr/Al*

Sur la Figure 56, nous comparons la transmission mesurée du 1829 en échelle linéaire et logarithmique à deux simulations aux paramètres de structure similaires mais utilisant deux tables d'indices optiques différentes. La courbe tracée en tirets est obtenue uniquement avec les constantes optiques du CXRO pour Al, Zr et Al₂O₃, alors que la courbe continue verte est le résultat d'une combinaison des tables de Shiles et de Palik pour l'aluminium, des indices de Palik pour Al₂O₃ et des valeurs du CXRO pour Zr. Le détail des paramètres des simulations sont indiqués dans le Tableau 11 et les détails sur les constantes optiques utilisées sont décrits dans le Tableau 8.

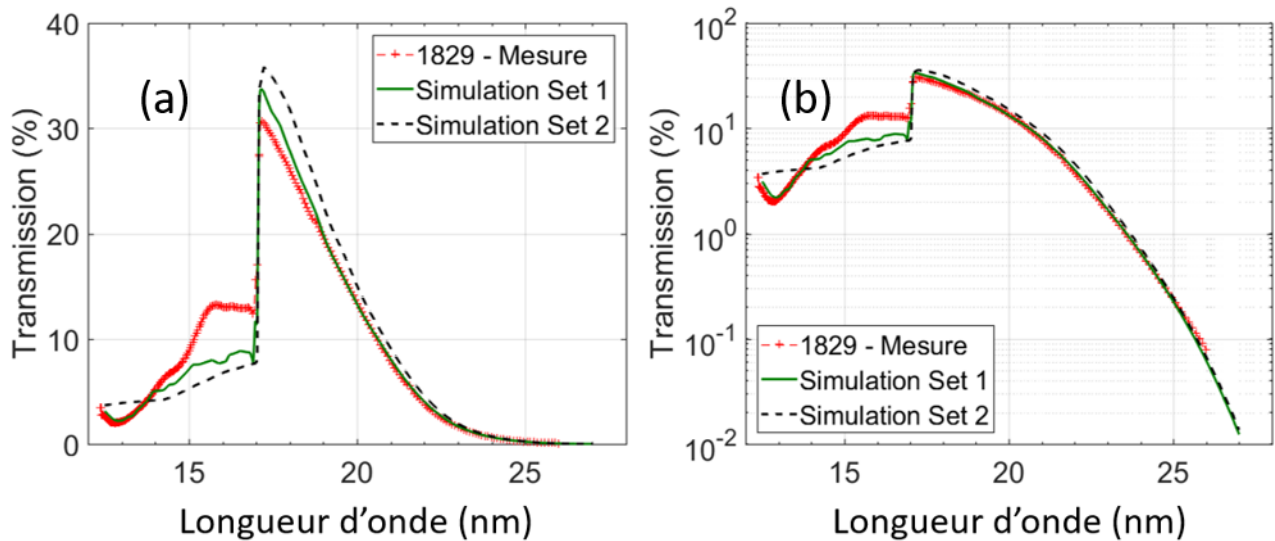


Figure 56. Simulations et mesure du filtre 1829 Al/Zr/Al : échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 11. Paramètres des simulations du filtre 1829 Al/Zr/Al

1829	Al (2x45.2 nm)	Zr (100.8 nm)	Al ₂ O ₃ (2x5 nm)
Set 1	Al-Compilation	Zr_CXRO	Al2O3_palik
Set 2	Al_CXRO	Zr_CXRO	Al2O3_CXRO

On peut déduire de ce premier cas que les simulations réalisées avec le premier jeu d'indices optiques semblent donner de meilleurs résultats que le second jeu pour le filtre Al/Zr/Al 1829. On soulignera cependant que le modèle n'est pas idéal dans la région proche du seuil d'absorption de l'aluminium L_{2,3} entre 14 et 19 nm, mais que les structures fines apparaissent plus définies qu'avec les tables du CXRO uniquement.

Nous avons ensuite vérifié que la combinaison d'indices optiques la plus adaptée pour le premier filtre Al/Zr/Al 1829 soit aussi appropriée pour modéliser le filtre Al/Zr/Al 13396, et notamment pour les données aux grandes longueurs d'onde (Figure 57). A noter cependant que l'intensité mesurée entre 24 et 45 nm a été délibérément retirée des données car elle était en-dessous du niveau de bruit expérimental. Cette fois nous comparons deux modèles avec le même jeu d'indices optiques mais avec des épaisseurs légèrement différentes.

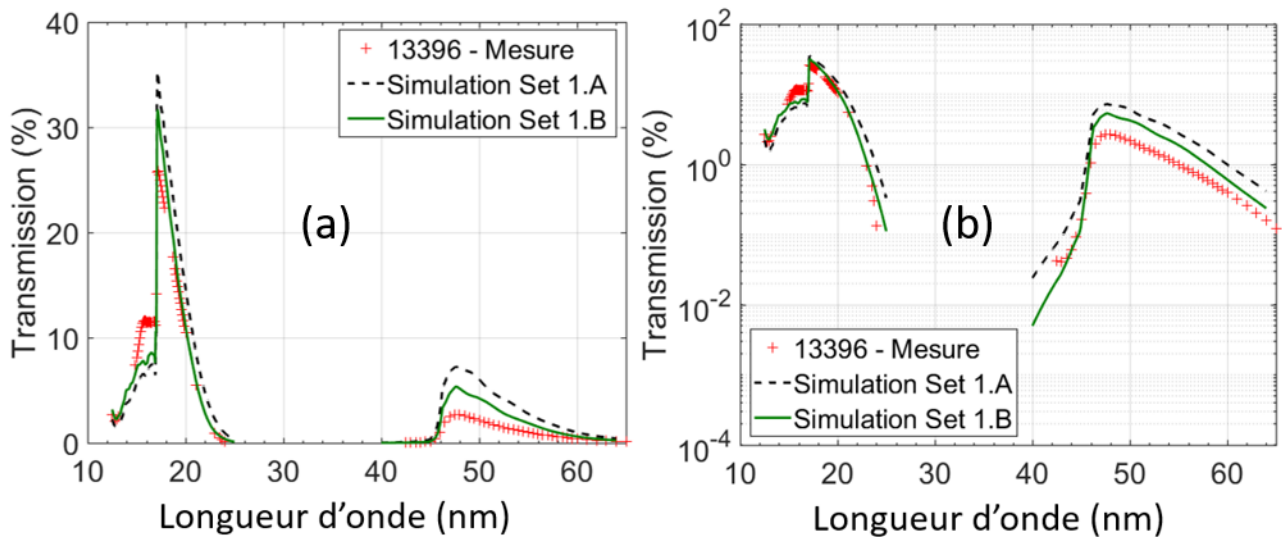


Figure 57. Simulations et mesure du filtre d'essai 13396 Al/Zr/Al pour FSI: échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 12. Paramètres de simulation du filtre d'essai 13396 Al/Zr/Al pour FSI

13396	Al	Zr	Al ₂ O ₃
Simulation Set 1.A	49.0 nm 53.1 nm	92.5 nm	5 nm x2
Simulation Set 1.B	43.3 nm 45.0 nm	114.5 nm	5 nm x2

Ainsi, pour un jeu d'indices optiques identiques, la courbe continue en vert associée aux paramètres d'épaisseurs 1.B dans le Tableau 12, est plus en accord avec les données mesurées par comparaison avec la courbe tiret noire associée aux paramètres 1.A. Les épaisseurs sont donc légèrement différentes des valeurs nominales annoncées. Les écarts au modèle observés autour du seuil d'aluminium sont similaires à ce qui a été observé pour le filtre Al/Zr/Al 1829, et pour les longueurs d'ondes au-dessus de 40 nm – limite des tables de Henke [68] – seule la table du CXRO pour le Zr permet de simuler la réponse en transmission entre 45 nm et 60 nm de la mesure, même si l'accord n'est pas optimal. On peut déduire que le jeu d'indices optiques utilisé pour le 1829 est aussi bien adapté pour le filtre 13396 bien que des incertitudes persistent dans ce modèle.

2.2.2. Filtres optiques Al/Mg/Al

Pour le filtre Al/Mg/Al 1906 (Figure 58), les données de transmission mesurées s'étendent de 12 nm à 40 nm avec un seuil d'absorption L_{2,3} de Mg clairement visible à 25 nm. On compare deux modèles établis avec deux jeux de constantes optiques différents : la courbe pointillée est obtenue en utilisant les constantes optiques du CXRO pour Al, Mg et Al₂O₃ alors que la courbe continue (en vert) est le résultat de la compilation de Shiles et de Palik pour l'aluminium, des tables de Palik pour Al₂O₃, et de la compilation de Monica Fernandez-Perea pour Mg. Les détails des paramètres de simulations sont indiqués dans le Tableau 13.

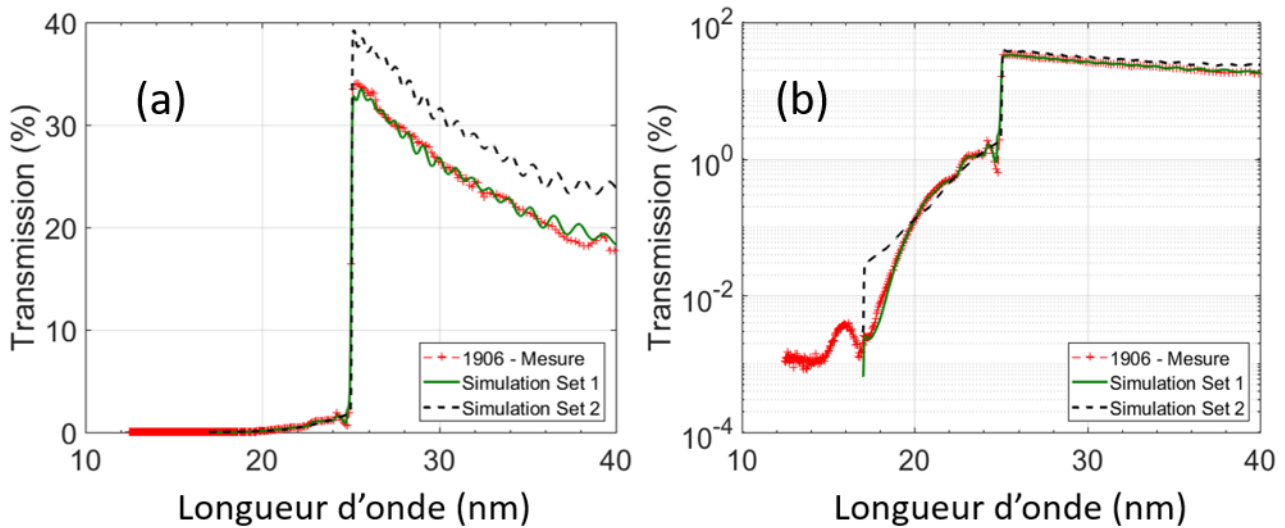


Figure 58. Simulations et mesure du filtre 1906 Al/Mg/Al: échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 13. Paramètres de simulations du filtre 1906 Al/Mg/Al de FSI

1906	Al (2x65 nm)	Mg (32.2 nm)	Al ₂ O ₃ (2x5 nm)
Set 1	Al_Compilation	Mg_Compilation	Al2O3_palik
Set 2	Al_CXRO	Mg_CXRO	Al2O3_CXRO

D'après les résultats obtenus, le premier modèle correspond au meilleur choix d'indices pour simuler le filtre 1906. Le second modèle basé uniquement sur les constantes optiques du CXRO apparaît moins précis au seuil du Mg et notamment entre 17 nm et 25 nm comme on peut le constater sur la figure à l'échelle logarithmique.

Cette première analyse basée sur les filtres optiques illustre bien que les faiblesses des simulations soient principalement localisées près des seuils d'absorption où les constantes optiques sont difficilement déterminées. Globalement, les analyses des filtres optiques ont révélé que les constantes optiques de l'aluminium peuvent être une source importante d'incertitudes si ce matériau est utilisé près de son seuil L_{2,3} à 17 nm.

2.3. Analyse des données en réflectivité des miroirs multicouches

2.3.1. Revêtement multicouche à trois matériaux : Al/Mo/SiC

La structure périodique en Al/Mo/SiC de l'échantillon MP17018 (voir Tableau 10) est similaire au revêtement du High Resolution Imager (EUV HRI) de Solar Orbiter. L'échantillon MP17018 est néanmoins constitué d'un nombre de périodes plus élevé (50 au lieu de 30) pour atteindre la plus haute réflectivité possible en incidence quasi-normale à 17,4 nm, la raie d'émission du Fe X. Sa réflectivité a été mesurée sur la ligne de lumière BEAR du synchrotron ELETTRA en Italie, et elle atteint une valeur de 58% à 17,4 nm pour un angle de rasance $\Theta = 80^\circ$, ce qui correspond à 2% de réflectivité en plus que le revêtement de HRI qui a été mesuré à 56%.

Trois différents modèles de simulation sont comparés et illustrés sur la Figure 59. Etant donné que les analyses précédentes ont permis de conclure quant à la fiabilité des constantes optiques de l'aluminium, et que la comparaison des tables d'indices du carbure de silicium ne présente pas de différences trop significatives, nous avons utilisé les données de réflectivité de MP17018 pour tester les constantes optiques du molybdène. Les détails des simulations sont donnés dans le Tableau 14. La courbe continue verte correspond au set n°1, la courbe tiret noire correspond au set n°2 et la courbe pointillée bleue correspond au set n°2 sans oxyde.

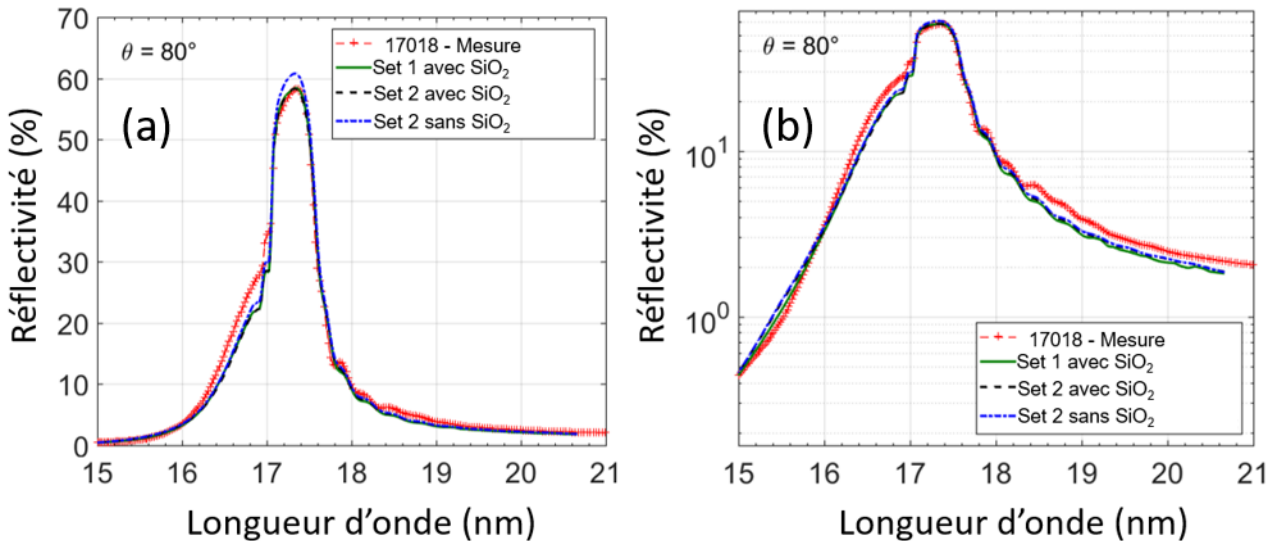


Figure 59. Simulations de la multicouche Al/Mo/SiC MP17018 et comparaison à la mesure: échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 14. Paramètres de simulations pour MP17018 : [Al/Mo/SiC]₅₀ + couche protectrice SiC + oxyde de surface SiO₂. Les épaisseurs de couches sont données entre parenthèses.

MP17018	Al (6.2 nm)	Mo (1.8 nm)	SiC (0.88 nm + 2.15 nm cap)	SiO ₂ (0.7 nm)
Set 1	Al_Compilation	Mo_CXRO	SiC_kortright	aSiO2_CXRO
Set 2	Al_Compilation	Mo_tarrio	SiC_kortright	aSiO2_CXRO
Set 2 sans SiO ₂	Al_Compilation	Mo_tarrio	SiC_kortright	

Les courbes simulées des sets n°1 et n°2 se recouvrent essentiellement, ce qui signifie que dans cette gamme de longueurs d'onde, les valeurs des tables de Tarrío et du CXRO pour le molybdène ne montrent pas de différence suffisante pour sélectionner une table d'indice plus qu'une autre. Cependant, on peut clairement mettre en évidence l'effet d'une couche d'oxyde SiO₂ en surface comme on compare le set n°2 avec et sans oxyde. L'ajout d'une fine couche SiO₂ (moins de 1 nm) améliore significativement l'accord entre la courbe mesurée et la simulation au pic de réflectivité, mais aucune autre amélioration significative sur le spectre n'est notable. Par ailleurs, on observe une fois de plus que la combinaison des tables de Shiles et de Palik pour l'aluminium semble convenir aussi pour modéliser ce revêtement tri-matériaux.

2.3.2. Revêtement multicouche à trois matériaux : Al/Mo/B₄C

Les revêtements périodiques Al/Mo/B₄C ont été développés simultanément avec Al/Mo/SiC et ils atteignent de hautes réflectivités en incidence proche de la normale allant jusqu'à 50% de réflectivité à 21 nm [91] et 42% à 30 nm pour un angle de rasance $\Theta = 80^\circ$ (voir Figure 60).

Sur la Figure 60, nous comparons trois simulations différentes. Comme pour le revêtement précédent, nous avons seulement testé la fiabilité des constantes optiques de Mo à partir des données de réflectivité mesurées de MP11024. L'absence de divergence significative entre les différentes tables d'indices du B₄C dans cette gamme de longueurs d'onde ne permet pas de tester la fiabilité de ces valeurs dans ce cas précis. Par ailleurs, on vérifiera que les constantes optiques de l'aluminium déjà testées à plusieurs reprises sont également valables pour modéliser ce revêtement. Les paramètres de chaque modèle sont indiqués dans le Tableau 15. La courbe continue verte correspond au set d'indices optiques n°1 (Mo CXRO), la courbe tiret en noir correspond au set n°2 (Mo Tarrio) et la courbe pointillée violette correspond au set n°3 (Mo Palik).

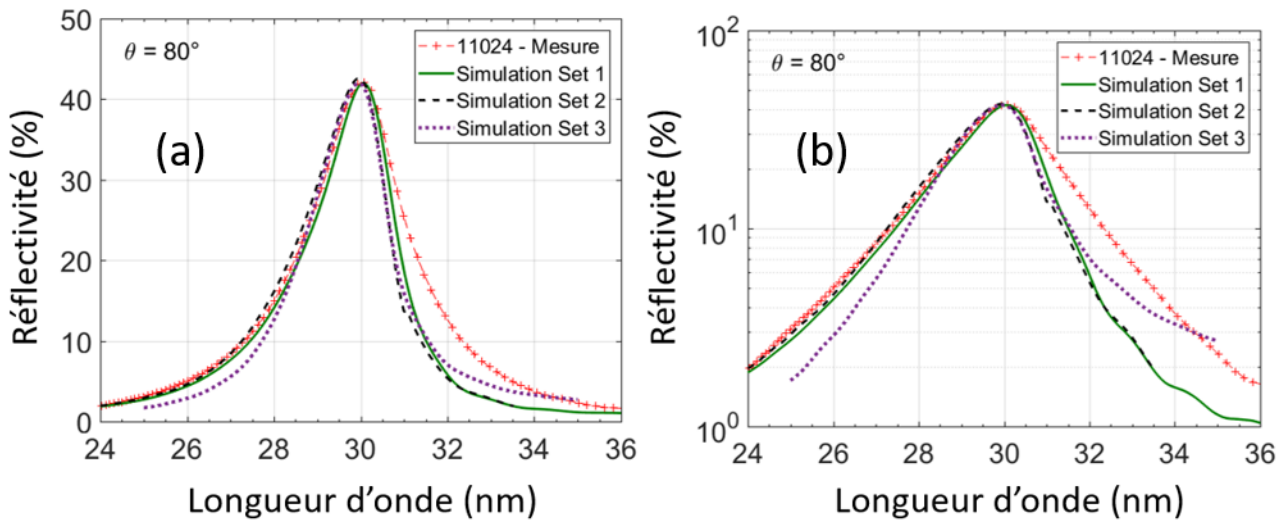


Figure 60. Simulations et mesure pour l'échantillon MP11024 [Al/Mo/B₄C]₂₀: échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 15. Paramètres de simulation pour MP11024 [Al/Mo/SiC]₂₀. Les épaisseurs de couches sont données entre parenthèses.

MP11024	Al (11.3 nm)	Mo (1.65 nm)	B ₄ C (3.5 nm)
Set 1	Al_Compilation	Mo_CXRO	B4C_soufli
Set 2	Al_Compilation	Mo_tarrio	B4C_soufli
Set 3	Al_Compilation	Mo_palik	B4C_soufli

De 24 nm à 31 nm, les modèles associés aux sets 1 et 2 sont superposés avec les valeurs mesurées, tandis que le troisième set ne se superpose que de 28 nm à 31 nm sur les mesures. Dès lors, on peut déduire que les valeurs des tables de Palik pour Mo ne conviennent pas aux simulations dans cette gamme de longueur d'onde. On constate aussi qu'aucun modèle ne concorde avec les valeurs mesurées au-delà de 31 nm, et qu'une nouvelle fois les différences entre les tables de constantes

optiques du CXRO et de Tarrío ne sont pas suffisamment marquées pour conclure quant à la validité de l'une sur l'autre.

2.3.3. Revêtement multicouche Al/Sc

Le revêtement multicouche périodique Al/Sc a été fabriqué dans le cadre du développement exposé en détail dans le chapitre 5 de ce manuscrit. Cet échantillon a été fabriqué par pulvérisation cathodique magnétron au LCF puis sa réponse en réflectivité dans l'EUV a été mesurée sur la ligne 6.3.2. du synchrotron ALS quelques semaines plus tard.

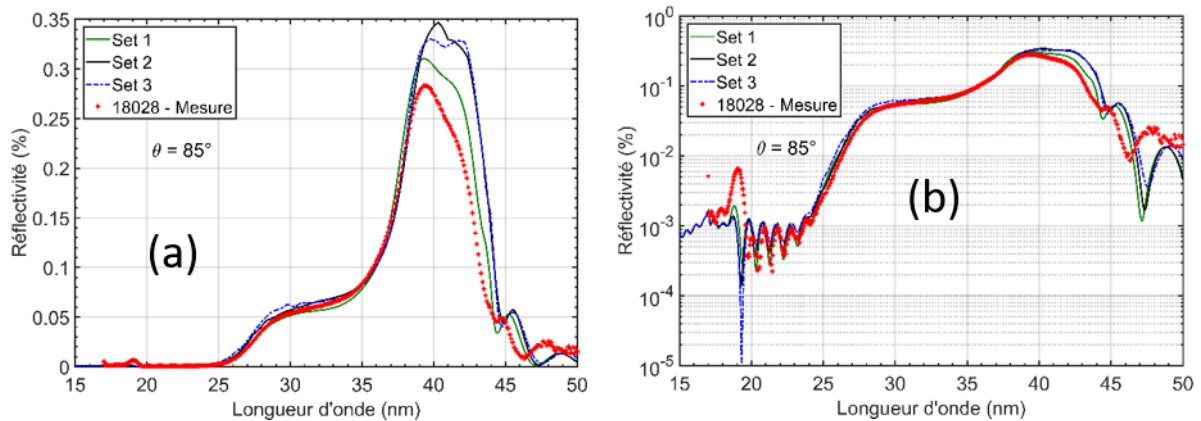


Figure 61. Simulations et mesure de la structure multicouche MP18028 [Al/Sc]₁₀ protégée par une couche de 3 nm de SiC: échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 16. Paramètres de simulations testées sur l'échantillon multicouche Al/Sc MP18028

MP18028	Al (10 nm)	Sc (10 nm)	SiC (3 nm)
Set 1	Al_Compilation	Sc_llnl_cxro + Uspenskii	a-SiC_llnl_cxro+kortright
Set 2	Al_Compilation	Sc_MFP_llnl	a-SiC_llnl_cxro+kortright
Set 3	Al_Compilation	Sc_CXRO	a-SiC_llnl_cxro+kortright

Pour déterminer quel est le jeu d'indices optiques le plus adapté pour simuler la mesure en réflectivité de cet échantillon, nous avons délibérément choisi de modéliser la structure la plus simple possible (un modèle plus complexe sera décrit dans le chapitre 5). Cette mesure présente l'avantage de couvrir une grande plage des longueurs d'onde, de 17 à 50 nm. Dans la région spectrale au-delà de 40 nm, peu de données sont disponibles dans la littérature et seule la table d'indices de Palik est disponible pour l'aluminium. Ensuite, si on compare les tables de Uspenskii, de Fernandez-Perea et du CXRO pour le scandium, on constate que les valeurs de Uspenskii permettent un accord correct entre le modèle et la mesure comparativement aux deux autres simulations. L'écart constaté entre l'allure du modèle de Uspenskii et celui de Fernandez-Perea peut s'expliquer par l'écart entre les valeurs de coefficients δ tels qu'ils apparaissent dans l'état de l'art des indices optiques du scandium présenté au préalable. Au-delà de 45 nm de longueur d'onde, des divergences plus marquées entre modèle et mesure apparaissent car les indices optiques sont relativement peu fiables dans cette région du spectre. Néanmoins, les analyses plus poussées menées dans le chapitre 5 confirmeront que les tables

d'indices de Uspenskii conviennent pour modéliser encore plus précisément la réponse spectrale d'échantillons contenant du scandium dans cette région spectrale en ajoutant des paramètres plus complexes au modèle présenté.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

A partir de l'état de l'art sur les tables de constantes optiques et des simulations des filtres et des miroirs multicouches, nous pouvons déduire quelques conclusions quant à la fiabilité des indices optiques entre 10 et 60 nm de longueur d'onde dans l'EUV pour chaque matériau rencontré.

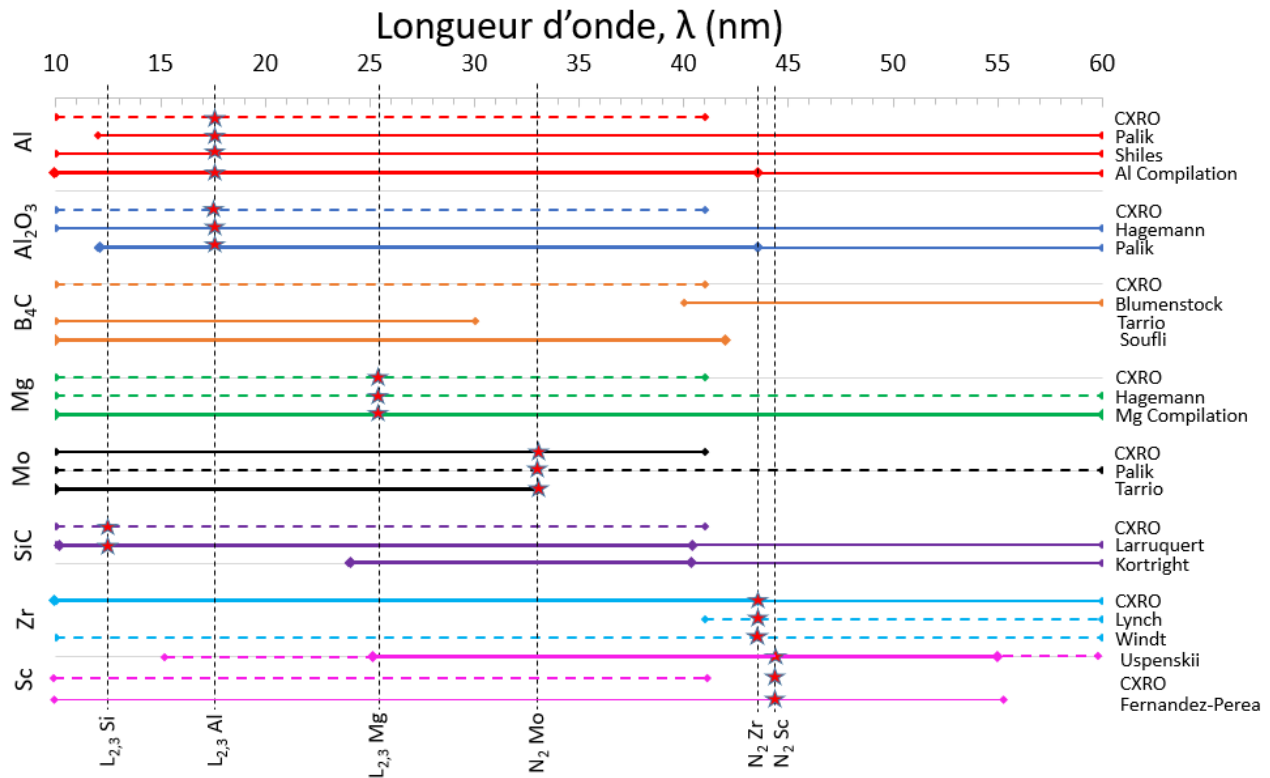


Figure 62. Bilan graphique des différentes tables d'indices optiques (voir Tableau 9 & Tableau 10)

La Figure 62 est un résumé graphique sur les valeurs de constantes optiques tabulées dans l'EUV et testées dans cette étude pour l'aluminium, l'oxyde d'aluminium, le carbure de bore, le magnésium, le molybdène, le carbure de silicium, le scandium et le zirconium. Chaque ligne horizontale représente un jeu de constantes optiques défini sur la gamme de longueurs d'onde considérée, et tous les jeux d'indices optiques sont regroupés par matériaux. Les lignes discontinues illustrent les valeurs les moins fiables d'après nos simulations EUV. En général, nous avons vu que les constantes optiques du CXRO donnent une bonne estimation de la réponse spectrale dans l'EUV entre 10 nm et 41 nm mais présente des limitations pour les matériaux composés et près des seuils d'absorption. De plus, les valeurs du CXRO ne s'étendent pas au-delà de 41 nm. Les lignes fines continues représentent des tables d'indices optiques fiables avec des faiblesses assez bien identifiées. Les lignes continues les plus épaisses illustrent les valeurs de constantes optiques les plus fiables,

c'est-à-dire celles qui nous ont permis d'obtenir les meilleures simulations dans l'EUV dans ces travaux. Cependant, indépendamment de la robustesse de chaque set, les seuils d'absorption sont toujours à l'origine de divergences majeures comme on a pu le constater aux seuils $L_{2,3}$ de Si, Al, Mg et aux seuils N_2 de Mo et Zr.

4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans son ensemble, le travail présenté dans ce chapitre a permis d'identifier les régions spectrales sensibles où les constantes optiques de matériaux en films minces s'avèrent imprécises. Le molybdène et le zirconium sont des matériaux intéressants et bien connus pour des applications spatiales mais leurs constantes optiques présentent encore d'importantes incertitudes entre 10 et 60 nm de longueur d'onde. De nouvelles mesures de constantes optiques pour ces matériaux deviennent nécessaires pour améliorer les modélisations comme celles montrées dans ces travaux. Les constantes optiques de l'aluminium permettent d'atteindre un assez bon accord entre les mesures et la simulation même si des faiblesses persistent autour de son seuil d'absorption $L_{2,3}$ à 17 nm. Ici encore, de nouvelles mesures autour de ce seuil pourraient sans doute améliorer les résultats.

De la même façon, les constantes optiques de oxydes de matériaux ne sont pas suffisamment bien connues dans la gamme EUV et elles peuvent fortement influencer l'efficacité de nos revêtements multicouches comme illustré ici avec Al_2O_3 . Comme ils apparaissent naturellement en surface une fois le revêtement exposé à l'air, et qu'ils peuvent éventuellement croître avec le temps et/ou la température, leurs propriétés doivent être connues afin d'anticiper et d'éviter toute perte d'efficacité du revêtement optique au moment de la conception.

Le bon accord entre données expérimentales et simulées obtenu en utilisant les tables de constantes optiques identifiées ici comme étant les plus fiables permettra l'optimisation de nouveaux revêtements multicouches pour le développement d'instruments à haute efficacité pour la physique solaire. Jusqu'ici, l'état de l'art des valeurs tabulées de constantes optiques dans l'EUV entre 10 nm et 60 nm associé aux simulations ont permis l'identification de plusieurs régions spectrales qui nécessiteraient de nouvelles mesures. De plus, il est clair que de nouvelles mesures de constantes optiques entre 40 nm et 60 nm permettraient d'améliorer notre compréhension de chaque matériau mentionné dans ces travaux.

CHAPITRE 4. ETALONNAGE DU TELESCOPE EUV FULL SUN IMAGER DE SOLAR ORBITER

En quoi consiste la mission Solar Orbiter (ESA/NASA) ? Quelles sont les caractéristiques des télescopes EUV à bord ? Comment obtenir une réponse spectrale fiable du télescope plein champ Full Sun Imager ?

L'objectif de ce quatrième chapitre est d'exposer la méthodologie et les résultats des modélisations que nous avons menées pour l'étalonnage radiométrique du Full Sun Imager (FSI), le télescope plein champ dans l'extrême ultraviolet de Solar Orbiter.

On rappelle d'abord les caractéristiques et les enjeux de la mission lancée depuis Cape Canaveral (Floride, USA) en février 2020, ainsi que la composition de l'Extreme Ultraviolet Imager dont fait partie FSI. On s'intéresse ensuite à la réponse spectrale dans l'EUV de chaque composant optique que comporte FSI, puis à l'efficacité spectrale de l'ensemble de l'instrument. L'idée est d'utiliser les données mesurées sur synchrotrons, souvent sur des plages spectrales restreintes, et de les compléter à l'aide de modélisations fiables réalisées à partir du travail préalable sur les indices optiques dans l'EUV présenté dans le chapitre 3. Enfin, on discute aussi des effets d'angle et d'uniformité sur le miroir de FSI et de l'impact sur la réponse spectrale globale de l'instrument.

1. PRESENTATION DE LA MISSION SOLAR ORBITER

1.1. Contexte et objectifs de Solar Orbiter

Solar Orbiter est une mission spatiale issue d'une collaboration internationale entre l'Agence Spatiale Européenne (ESA) et l'Agence Spatiale Américaine (NASA). Cette mission a pour ambition de réaliser des observations très proches du Soleil et à hautes latitudes afin de fournir, pour la première fois de l'Histoire, des images des régions polaires du Soleil et de mieux comprendre la relation Soleil-Terre.

Les grandes questions au cœur de la mission sont les suivantes :

1. Quels sont les mécanismes du vent solaire et d'où provient le champ magnétique lié à la couronne solaire ?
2. Comment les événements solaires transitoires influent sur la variabilité de l'héliosphère ?
3. Comment les éruptions solaires produisent les rayonnements de particules énergétiques qui emplissent l'héliosphère ?
4. Comment la dynamique solaire fonctionne et influe les connexions entre le Soleil et l'héliosphère ?

Le lancement a eu lieu à Cape Canaveral en Floride à bord d'une fusée Atlas V 411 en février 2020. Des manœuvres gravitationnelles aidées par les orbites de la Terre et de Vénus permettront au satellite d'augmenter l'inclinaison du plan de l'orbite par rapport à celui de l'écliptique (plan de l'orbite de la Terre) pour observer le Soleil sous différentes perspectives. Pendant la phase de croisière initiale, qui durera jusqu'en Novembre 2021, Solar Orbiter exécutera deux manœuvres d'assistance gravitationnelle autour de Vénus et une autour de la Terre pour modifier sa trajectoire vers les régions les plus internes du système solaire. Parallèlement, Solar Orbiter fera des acquisitions de données *in situ* et procédera à des caractérisations et étalonnages de ses instruments de télédétection. Le premier passage à proximité du Soleil se produira en 2022 à près d'un tiers de la distance Terre-Soleil.

L'orbite du satellite a été choisie pour être en résonance avec Vénus, ce qui signifie qu'il retournera à proximité de cette planète régulièrement pour utiliser sa gravité afin d'incliner sa trajectoire progressivement. Dans un premier temps, Solar Orbiter restera dans le plan de l'écliptique, mais chaque retour à proximité de Vénus augmentera son inclinaison orbitale jusqu'à atteindre 17° d'inclinaison en 2025, et jusqu'à 33° durant la phase d'extension de la mission dans un second temps, ce qui permettra d'obtenir des images encore plus directes des régions polaires du Soleil.

1.2. Instruments à bord de Solar Orbiter

La charge utile de Solar Orbiter est constituée de 10 instruments dont 9 sont fournis à l'ESA par des pays européens et un instrument américain (Figure 63). Détecteurs de rayonnement X et EUV, d'ondes radio, de particules chargées, de champs magnétiques permettent de sonder l'atmosphère et les vents solaires sous tous leurs aspects de façon complémentaire. Dans le cadre de ces travaux, nous nous intéresserons particulièrement à l'instrument Extreme Ultraviolet Imager (EUI).

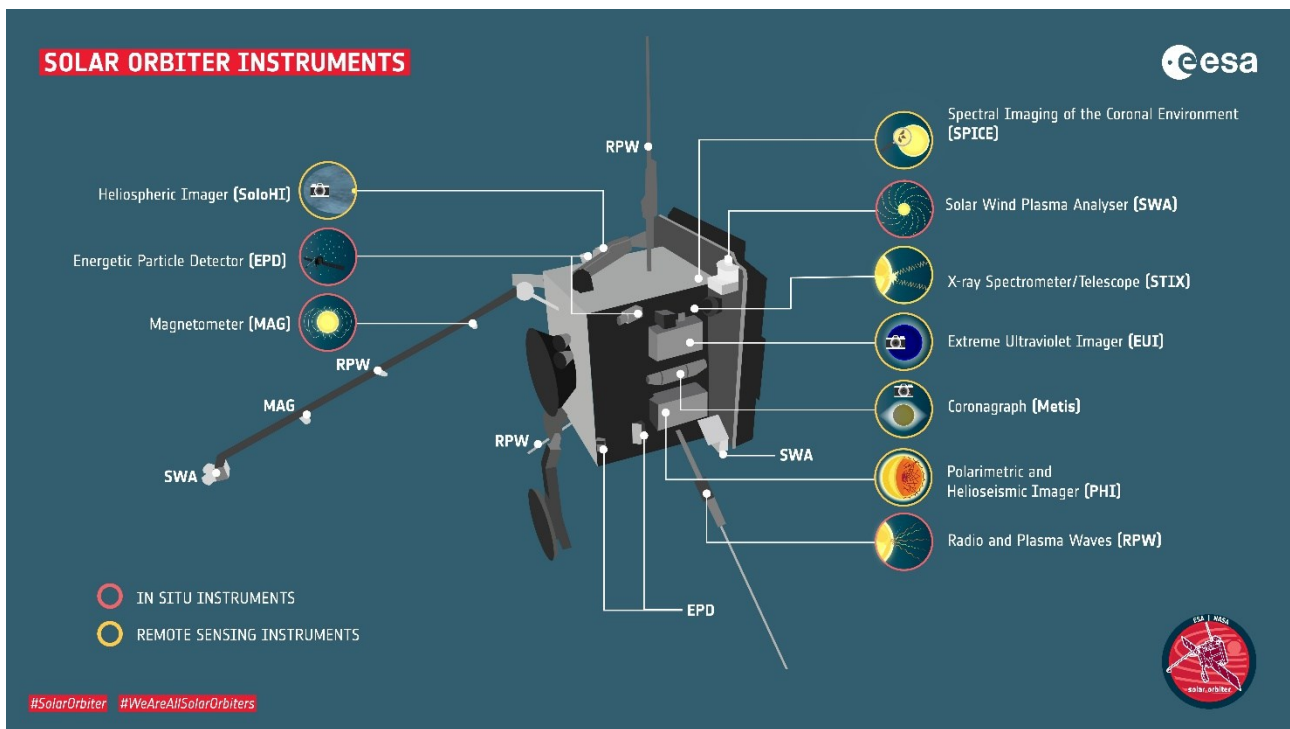


Figure 63. Représentation des 10 instruments qui constituent Solar Orbiter (Source : site ESA)

1.3. Extreme Ultraviolet Imager

1.3.1. Description de EUI

L'imageur extrême ultraviolet (EUI : Extreme Ultraviolet Imager) comporte trois télescopes :

- **Un imageur plein champ Full Sun Imager, FSI** : il s'agit d'un télescope de type Herschel à unique miroir hors-axe avec un champ de vision de $3,8^\circ \times 3,8^\circ$, ce qui correspond à 14,3 x 14,3 rayons solaires à une distance d'une unité astronomique (distance Terre-Soleil), et à 4 x 4 rayons solaires au périhélie. Ainsi la totalité du Soleil est visible lorsque le satellite vise le bord solaire. Il permet la détection de deux bandes spectrales centrées à 17,4 nm et à 30,4 nm de longueur d'onde pour imager la couronne solaire dans l'EUV et la région de transition. La bande passant à 17,4 nm (Fe X) correspond à une température d'environ 1 million de degrés, tandis que celle à 30,4 nm (He II) correspond à environ 80000 K. Sa résolution angulaire est de 10 arcsec, seules quelques secondes sont nécessaires pour un temps d'exposition type, et il faut compter 10 secondes de cadence pour imager les événements éruptifs les plus rapides.

- **Un imageur haute résolution EUV, HRI_{EUV} (High Resolution Imager)** : c'est un télescope de type Cassegrain hors-axe à deux miroirs dont le champ de vision couvre $1000'' \times 1000''$, soit 1×1 rayon solaire à une unité astronomique de distance, et $0,29 \times 0,29$ rayon solaire au périhélie, avec 1 arcsec de résolution angulaire. Il image la couronne solaire dans l'EUV à une longueur d'onde de 17,4 nm pour un temps d'exposition de quelques secondes et deux cadences possibles à 1 seconde ou à 30 secondes pour détecter les événements dynamiques avec une très haute précision.
- **Un imageur haute résolution Lyman- α , $HRI_{Ly\alpha}$** : ce télescope de type Grégory hors-axe à deux miroirs possède les mêmes caractéristiques que HRI_{EUV} , à la différence qu'il image la chromosphère basse ou la partie haute de la zone de transition à la longueur d'onde 121,6 nm de l'hydrogène, associée à une température d'environ 30000 K.

Pour les assembler, EUI inclus deux unités : le banc optique (OBS : Optical Bench System) et la boîte électronique commune (CEB : Common Electronics Box) reliés électriquement. L'OBS est la structure qui supporte les trois télescopes avec les miroirs, les caméras, les roues à filtres, les filtres et les portes amovibles protégeant l'entrée des instruments (Figure 64).

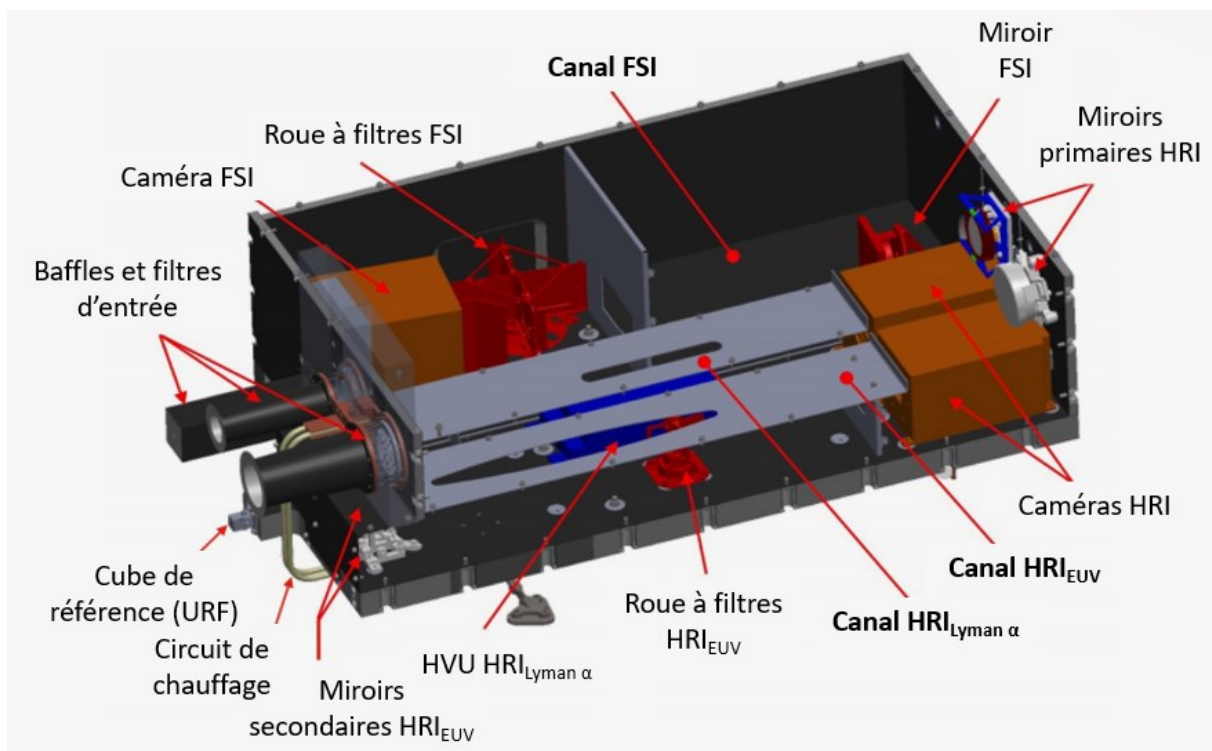


Figure 64. Vue d'ensemble du banc optique de EUI avec les différents sous-systèmes optiques d'après [4]

Les deux télescopes EUV fonctionnent en incidence quasi-normale grâce aux performances des revêtements optiques multicouches Al/Mo/SiC de leurs miroirs déposés par le groupe Optique XUV du LCF. La sélection spectrale est aussi assurée par ces revêtements interférentiels associés à des filtres en aluminium coupant la lumière visible et infrarouge. Le revêtement de HRI_{EUV} est optimisé pour la raie spectrale à 17,4 nm de longueur d'onde avec 56% de réflectivité [92], tandis que le

revêtement multicouche de FSI – aussi en Al/Mo/SiC - est optimisé en réflexion pour deux raies spectrales en simultané que nous détaillerons dans la suite de cette section. Les photons EUV sont collectés sur des capteurs CMOS APS (Active Pixel Sensors) de 3072×3072 pixels de $10 \mu\text{m}$ chacun, mais les capteurs des canaux HRI ne sont utilisés que sur 2048×2048 pixels.

1.3.2. Full Sun Imager

Les différents composants qui constituent FSI et le chemin optique à l'intérieur de l'instrument sont représentés sur la Figure 65. Contrairement à HRI_{EUV} , FSI dispose d'un unique miroir traité avec un revêtement interférentiel bi-bande en Al/Mo/SiC de structure plus complexe que les multicouches périodiques des miroirs primaire et secondaire de HRI_{EUV} optimisés pour une seule longueur d'onde. Ce traitement permet une réflectivité efficace aux deux longueurs d'ondes $17,4 \text{ nm}$ et $30,4 \text{ nm}$ simultanément, tout en éteignant la lumière EUV hors-bande. L'une ou l'autre bande passante est sélectionnée grâce aux deux filtres focaux différents montés sur la roue à filtres (filtre Zr ou Mg).

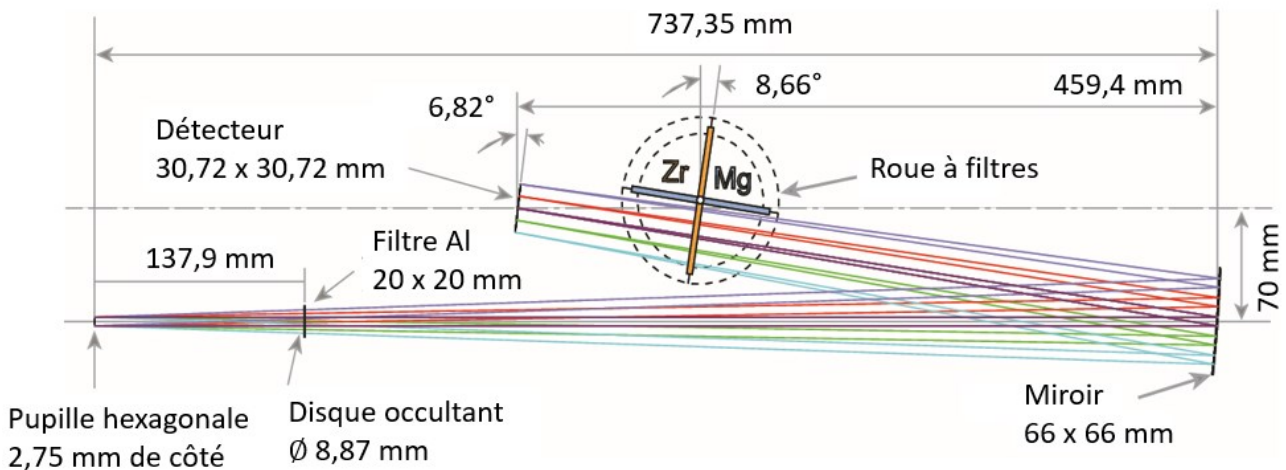


Figure 65. Schéma optique du Full Sun Imager d'après [4]

Dans la section suivante, nous présentons la méthodologie mise en place pour procéder à l'étalonnage radiométrique du Full Sun Imager dans l'EUV. Cet étalonnage est essentiel car il a pour but la connaissance de la réponse spectrale à la fois de l'instrument complet et de ses sous-systèmes. Ces éléments permettent d'une part de comprendre précisément comment est produite l'image par l'instrument, et d'autre part l'étalonnage permettra d'interpréter scientifiquement ces images issues d'observations dans l'EUV, afin d'en déduire des informations physiques telles que la température ou la densité électronique des différentes zones observées de l'atmosphère solaire, comme nous l'avons évoqué dans le premier chapitre. De plus, une connaissance précise des réponses en réflectivité et en transmission de chaque sous-système permettra d'anticiper des défauts pouvant provenir d'une éventuelle pollution lumineuse dans l'instrument, ou bien d'appliquer des ajustements précis aux sous-systèmes sur le long terme pour prendre en considération leur dégradation progressive liée aux conditions extrêmes d'observation.

2. ETALONNAGE DU FULL SUN IMAGER

2.1. Méthodologie

La réponse spectrale du Full Sun Imager – son efficacité en fonction de la longueur d’onde – peut être déterminée de deux façons : la première consiste à mesurer l’efficacité de l’ensemble de l’instrument directement sur une station expérimentale adaptée d’une source synchrotron, tandis que la seconde consiste à mesurer ou simuler la réponse spectrale (transmission ou réflexion) de chaque composant optique (filtre, miroir), puis de multiplier ces valeurs entre elles pour obtenir la réponse spectrale totale de l’instrument. Le processus peut nécessiter un ajustement par des facteurs correctifs pour compenser d’éventuelles pertes dues aux grilles de support des filtres par exemple. Nous verrons que ces deux méthodes sont complémentaires dans le cadre d’un étalonnage précis. C’est pourquoi l’instrument complet a été mesuré sur une ligne de lumière EUV synchrotron à PTB (Berlin, Allemagne), tandis que les composants optiques – notamment les échantillons témoins - ont été mesurés sur des lignes de lumière synchrotron à PTB (Berlin, Allemagne), sur la ligne Métrologie de SOLEIL (Gif-sur-Yvette, France) et sur une source EUV – CaliF - à l’Institut d’Astrophysique Spatiale (Orsay, France).

L’expérience acquise des instruments EIT/SoHO [1] et EUVI/STEREO [2] précédemment développés conjointement par le LCF et l’IAS, a révélé la nécessité de caractériser FSI en considérant les points critiques suivants :

1. On sait maintenant que l’on peut avoir une pollution lumineuse hors bande provenant de régions du spectre assez lointaines (45 nm par exemple) du fait de la remontée de la réponse en réflectivité des multicouches (réflexion en surface notamment) et du spectre solaire,
2. FSI étant un télescope à simple miroir, la sélectivité des bandes passantes est moindre que sur un système à deux miroirs, même si les extinctions ont été spécifiquement placées aux longueurs d’onde hors bande les plus intenses par optimisation du design optique du revêtement,
3. Du fait de son design optique, FSI est sensible aux défauts locaux de ses sous-systèmes optiques, donc nous avons dû caractériser leur uniformité plus précisément que pour les instruments précédents.

Néanmoins, les données mesurées de chaque sous-système optique et de l’instrument complet sont souvent partielles et concentrées autour des fenêtres d’observation principales à 17,4 nm et à 30,4 nm du fait des limitations de plage spectrale des lignes de lumière utilisées d’une part, et du temps nécessaire pour réaliser toutes les mesures d’autre part. En conséquence, la réponse spectrale dans les régions EUV hors-bandes a été peu évaluée expérimentalement ce qui pourrait nuire à l’analyse des

images. Par ailleurs, afin de ne pas endommager les composants optiques de vol (miroir et filtres), ce sont souvent leurs témoins qui ont été mesurés indépendamment. Or, nous verrons qu'il peut exister quelques différences entre les témoins et les composants de vol à bord de FSI qu'il est important de prendre en compte pour obtenir une réponse globale précise. Enfin, les incertitudes liées aux indices optiques dans l'EUV sont aussi un point critique de l'étalonnage radiométrique de FSI, mais les travaux réalisés sur les indices optiques des matériaux présentés dans le chapitre 3 de cette thèse, nous ont permis de sélectionner les jeux d'indices les plus adaptés actuellement pour toutes les modélisations présentées dans ce chapitre.

Dans le Tableau 17 qui suit, on répertorie chaque composant optique de FSI avec leurs témoins associés. On y indique également les plages de mesure spectrale en nanomètre pour chacun d'eux, et les constantes optiques choisies pour les simulations présentées dans la suite de ces travaux.

Chapitre 4. Etalonnage du télescope EUV Full Sun Imager de Solar Orbiter

Tableau 17. Identification des composants optiques du Full Sun Imager (vol), leurs témoins associés, les gammes de mesure des données en longueur d'onde sur différentes sources et jeux de constantes optiques utilisées pour les simulations. Voir Tableau 8 et Tableau 9 (Chapitre 3) pour les références et autres détails associés aux constantes optiques listés ci-dessous.

Vol	Témoins	Plage de mesure λ (nm)	Constantes optiques utilisées pour les simulations
Filtre entrée Al	Al LYRA PROBA2 – 157,9 nm Al FSI – 152,7 nm	Mesure LYRA [0,042 – 2655,43 nm] Mesure FSI – CSL, PTB [5,55 – 40 nm]	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Al2O3_CXRO [1-42,3 nm] Al2O3_Palik [42,7-100 nm]
Miroir Al/Mo/SiC #2	MP 15036-F29	[13,02-100 nm] PTB + SOLEIL	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Mo_CXRO [1 - 64,5 nm] Mo_Palik [65,2 – 12398 nm]
			SiC_CXRO [1-42,3 nm] SiC_Kortright [42,6-100 nm]
Filtre Al/Zr 1 #25	1829 (associé à #25)	[12,35-26,11 nm] SOLEIL	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Al2O3_CXRO [1-42,3 nm] Al2O3_Palik [42,7-100 nm]
			Zr_CXRO [1-64,9 nm] Zr_Windt [67,1-100 nm]
Filtre Al/Zr 2 #13	1908 (associé à #13)	[12,35-26,11 nm] SOLEIL	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Al2O3_CXRO [1-42,3 nm] Al2O3_Palik [42,7-100 nm]
			Zr_CXRO [1-64,9 nm] Zr_Windt [67,1-100 nm]
Filtre Al/Mg 1 #26	1906 (associé à #26)	[12,49-41,25 nm] SOLEIL	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Al2O3_CXRO [1-42,3 nm] Al2O3_Palik [42,7-100 nm]
			Mg_Compilation [1-100 nm]
Filtre Al/Mg 2 #4	1891 (associé à #4)	[12,39-41,25 nm] SOLEIL	Al_CXRO [1-12,3 nm] Al_Compilation [12,4-100 nm]
			Al2O3_CXRO [1-42,3 nm] Al2O3_Palik [42,7-100 nm]
			Mg_Compilation [1-100 nm]

2.2. Réponse spectrale des composants optiques de FSI

2.2.1. Le filtre d'entrée

Par définition, le filtre d'entrée de FSI est le premier composant optique de l'instrument. Il s'agit d'une membrane d'aluminium de 152,7 nm d'épaisseur nominale qui rejette l'essentiel du spectre visible et proche infrarouge, et atténue les longueurs d'onde en dessous du seuil d'absorption de l'aluminium à 17 nm, tout en maintenant une bonne transmission du rayonnement EUV d'intérêt. Il protège ainsi le miroir et le détecteur de l'instrument. C'est également un filtre en aluminium assez similaire à celui qui équipait l'instrument LYRA à bord du micro-satellite PROBA 2 [50] d'une épaisseur nominale de 157,9 nm.

Le filtre d'entrée Al de FSI a été mesuré sur synchrotron à PTB sur une plage spectrale allant de 5,55 nm à 40 nm de longueur d'onde, tandis que le filtre de LYRA avait été mesuré sur une gamme plus étendue de 0,042 nm à 2655,43 nm de longueur d'onde. En comparant ces deux jeux de mesures (Figure 66 & Figure 67), il apparaît une forte similitude dans leurs transmissions, mais la mesure du filtre de FSI présente des oscillations près du seuil $L_{2,3}$ de l'aluminium qui n'apparaissent pas sur la mesure du filtre de LYRA, ce qui constitue une incertitude quant à la fiabilité des données de FSI dans cette région du spectre.

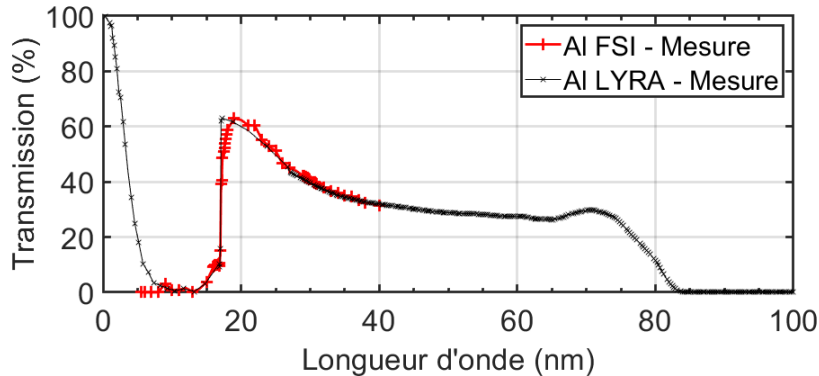


Figure 66. Réponse en transmission des filtres d'entrée en aluminium de FSI et de LYRA mesurés dans l'EUV au synchrotron PTB (échelle linéaire)

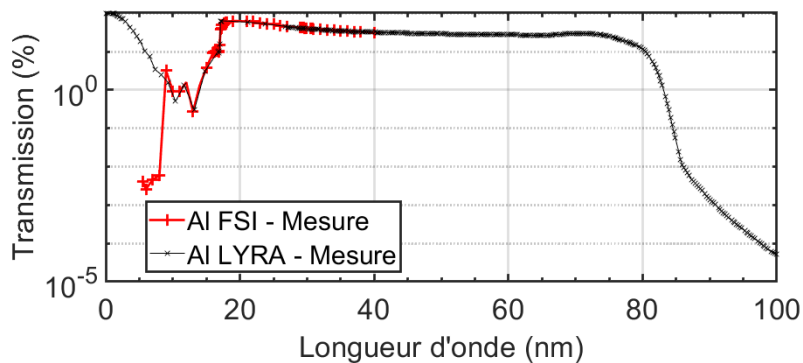


Figure 67. Réponse en transmission des filtres d'entrée en aluminium de FSI et de LYRA mesurés dans l'EUV au synchrotron PTB (échelle logarithmique)

Nous avons ensuite simulé la réponse en transmission des filtres de LYRA et de FSI selon les épaisseurs données, en ajoutant deux couches de 3 nm d'oxyde Al_2O_3 de part et d'autre de la membrane d'aluminium à l'aide des constantes optiques déterminées comme les plus fiables dans le chapitre 3, et en diminuant de 6 nm (3 nm x 2 faces) l'épaisseur nominale d'aluminium. Malgré le travail préalable sur les indices optiques, les modèles obtenus sont loin des valeurs mesurées à cause des incertitudes persistantes autour du seuil de l'aluminium à 17 nm et au-delà de 40 nm. Les oscillations observées sur les simulations sont associées aux interférences dues aux réflexions multiples dans la structure du filtre (Figure 68 & Figure 69). Leur atténuation a pu être modélisée en ajoutant une forte rugosité de 5 nm rms aux interfaces (Figure 70 & Figure 71). On constate par ailleurs que les oscillations présentes sur les simulations de FSI et de LYRA sont légèrement décalées du fait de la différence d'épaisseur des deux filtres.

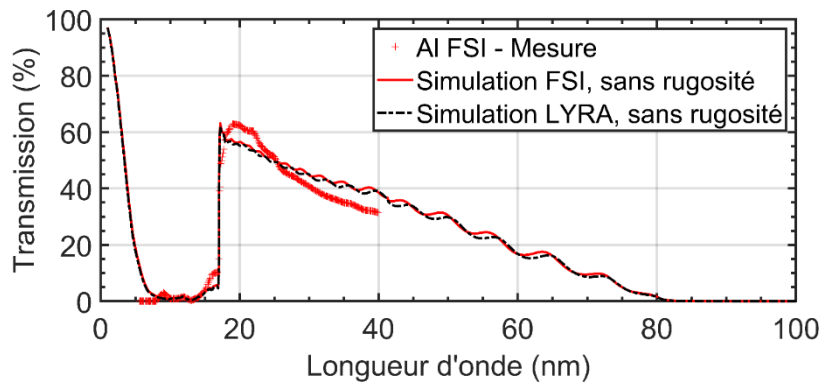


Figure 68. Simulations des transmissions des filtres d'entrée de FSI et de LYRA sans rugosité (échelle linéaire)

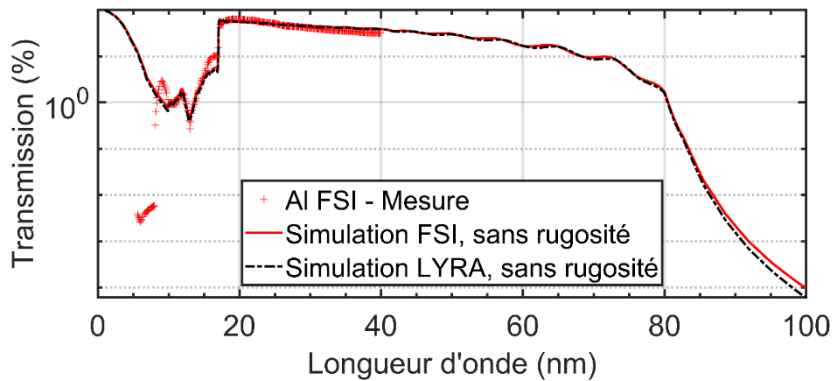


Figure 69. Simulations des transmissions des filtres d'entrée de FSI et de LYRA sans rugosité (échelle logarithmique)

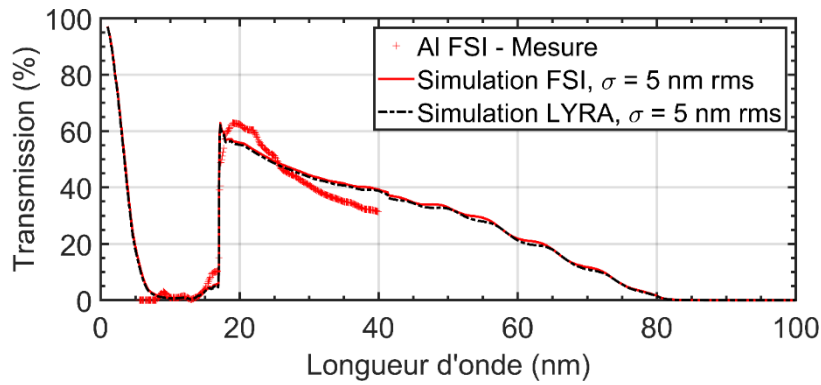


Figure 70. Simulations des transmissions des filtres d'entrée de FSI et de LYRA avec rugosité (échelle linéaire)

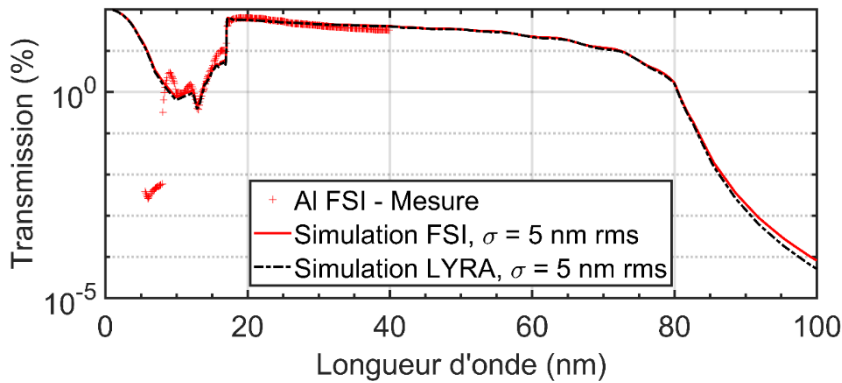


Figure 71. Simulations des transmissions des filtres d'entrée de FSI et de LYRA avec rugosité (échelle logarithmique)

A ce stade, nous n'avons donc ni mesure, ni modèle suffisamment fiable de la réponse en transmission du filtre d'entrée de FSI. Cependant, en considérant que la mesure en transmission du filtre d'entrée de LYRA est suffisamment précise, et que la différence d'épaisseur avec le filtre de FSI est relativement faible, nous avons établi un facteur correctif à partir du rapport des deux simulations à appliquer sur la mesure de LYRA pour estimer plus précisément la réponse en transmission du filtre de FSI. On illustre sur la Figure 72, le rapport des transmissions simulées des filtres de LYRA et de FSI de 0,1 nm à 100 nm. On constate que l'on peut définir quatre zones distinctes :

- (1) De 1 nm à 11 nm : la valeur du rapport des simulations augmente de 1 à 1,18 rapidement sans présenter de fluctuation irrégulière, on pourra donc utiliser ces valeurs pour corriger la réponse en transmission du filtre d'entrée dans cette zone.
- (2) De 11,1 nm à 17 nm : les fluctuations irrégulières sur cette gamme de longueurs d'onde peuvent être moyennés à la valeur 1,14. On utilisera ce facteur pour corriger la réponse en transmission du filtre d'entrée entre 11,1 et 17 nm.
- (3) De 17,1 nm à 85,4 nm : les oscillations observées ici sont associées aux réflexions multiples qui se produisent à l'intérieur de la structure. On peut les atténuer en augmentant la rugosité des couches qui composent le filtre d'entrée (Al et couches d'oxyde). La moyenne de ces valeurs sur cette gamme

de longueurs d'onde vaut 1,02. C'est ce facteur correctif que l'on utilisera pour ajuster la réponse spectrale du filtre d'entrée dans cette région.

(4) De 85,5 nm à 100 nm : comme pour la première zone, la valeur du rapport des simulations augmente rapidement jusqu'à 1,6 sans présenter de fluctuation dans cette région du spectre. On utilisera directement ces valeurs pour ajuster la transmission du filtre d'entrée dans cette gamme spectrale.

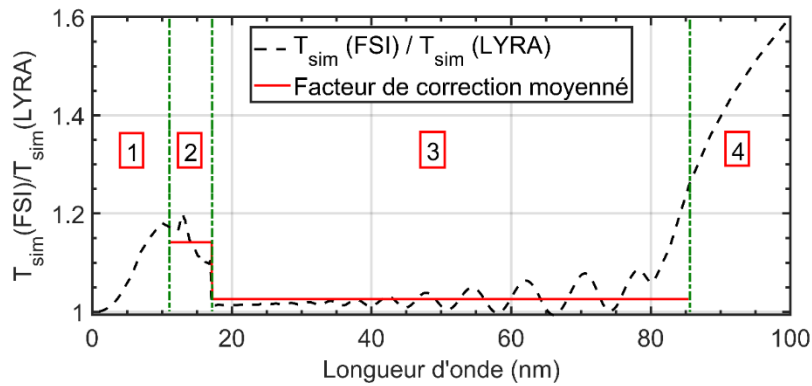


Figure 72. Facteur de correction établi à partir du rapport des simulations des filtres d'entrée de FSI et de LYRA

Pour finir, nous avons appliqué ces valeurs déduites du rapport des simulations de FSI et de LYRA aux mesures de LYRA pour obtenir la réponse en transmission présentée sur la Figure 73 qui correspond au modèle le plus fiable du filtre d'entrée de FSI.

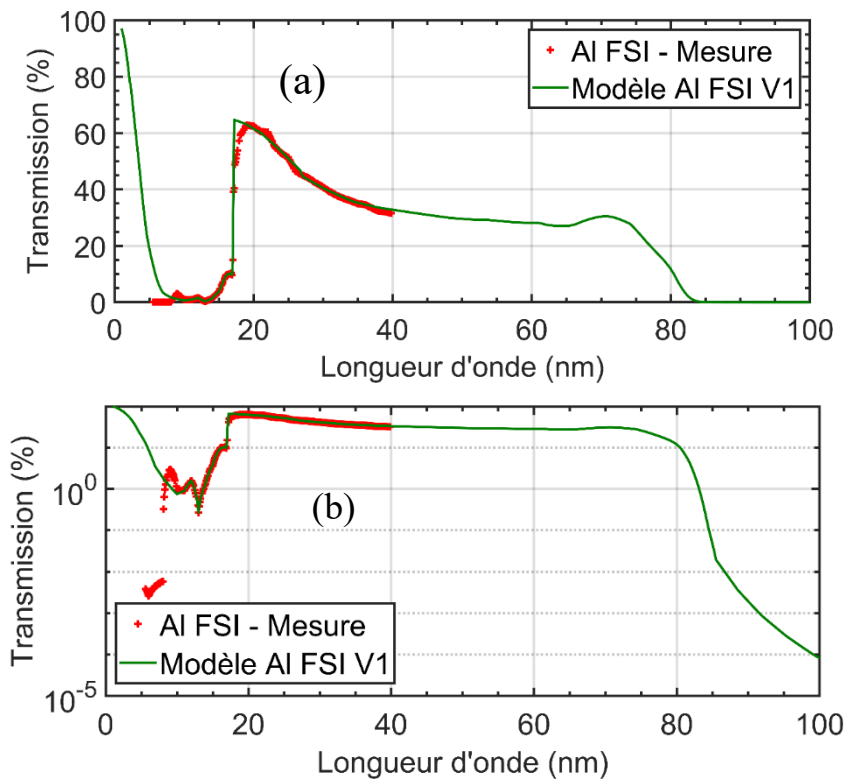


Figure 73. Modèle final de la réponse en transmission du filtre d'entrée de FSI comparée à sa mesure au synchrotron PTB en échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Cette méthodologie nous a donc permis d'établir une réponse spectrale en transmission du filtre d'entrée de FSI de 1 à 100 nm en corroborant la mesure de ce filtre par celle d'un filtre similaire d'une mission précédente, tout en atténuant d'autres incertitudes rencontrées dans les jeux d'indices optiques de l'aluminium dans l'EUV (Figure 73).

Tableau 18. Composition du modèle du filtre d'entrée de FSI à utiliser pour l'étalonnage de l'instrument

Gamme spectrale	Données/Simulations utilisées
1 – 11 nm	Simulation FSI
11,1 – 17 nm	Mesure du filtre de LYRA (sans facteur de grille) x facteur de correction moyen 1,14 appliqué sur [11,1 – 17 nm]
17,1 – 85,4 nm	Mesure du filtre de LYRA (sans facteur de grille) x facteur de correction moyen 1,02 appliqué sur [17,1-85,4 nm]
85,5 – 100 nm	Mesure du filtre de LYRA (sans facteur de grille) x facteurs de correction sur [85,5 – 100 nm]

Le modèle du filtre d'entrée de FSI à utiliser pour l'étalonnage de l'instrument (Modèle Al FSI V1 de la Figure 73) combine alors des mesures expérimentales et des simulations théoriques comme décrit dans le Tableau 18. La mention « sans facteur de grille » précisée dans ce tableau signifie simplement que le coefficient d'atténuation de 81% dû au pas de la grille supportant le filtre lors de sa mesure a été extrait des données mesurées afin d'avoir uniquement la transmission du filtre.

2.2.2. Les filtres focaux

Afin de sélectionner la raie spectrale du fer (Fe X) à 17,4 nm ou celle de l'hélium (He II) à 30,4 nm réfléchies par le miroir bi-bande Al/Mo/SiC de l'instrument, FSI est équipé d'une roue dotée de deux paires de filtres (Figure 74): une paire de filtres en Zr encapsulés entre deux couches Al pour sélectionner la raie spectrale à 17,4 nm, et une paire de filtres en Mg aussi encapsulés entre deux couches Al pour sélectionner la seconde bande passante à 30,4 nm (Tableau 19).

Ces filtres doivent présenter une bonne stabilité temporelle vis-à-vis des effets d'oxydation et une tenue robuste aux vibrations mécaniques lors de la mise sous vide durant des tests ou du lancement. L'encapsulation en aluminium permet de garantir une oxydation passivante en Al_2O_3 , ce qui protège Zr et Mg de l'air ambiant. Les témoins des filtres Al/Zr/Al ont été mesurés sur synchrotron entre 12,35 nm et 26,11 nm de longueur d'onde, alors que les filtres Al/Mg/Al ont été mesurés entre 12,4 nm et 41,25 nm de longueur d'onde. Comme pour le filtre d'entrée, il a donc été nécessaire de compléter ces mesures par des simulations pour obtenir une réponse spectrale en transmission étendue de 1 nm à 100 nm de longueur d'onde.

Tableau 19. Structure des filtres Al/Zr/Al et Al/Mg/Al de FSI.

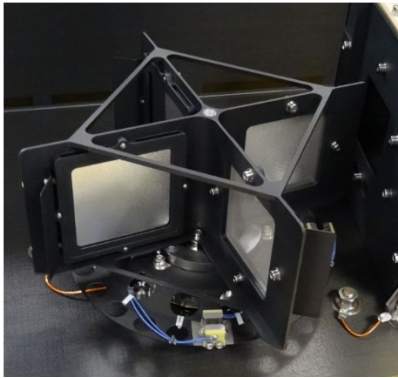
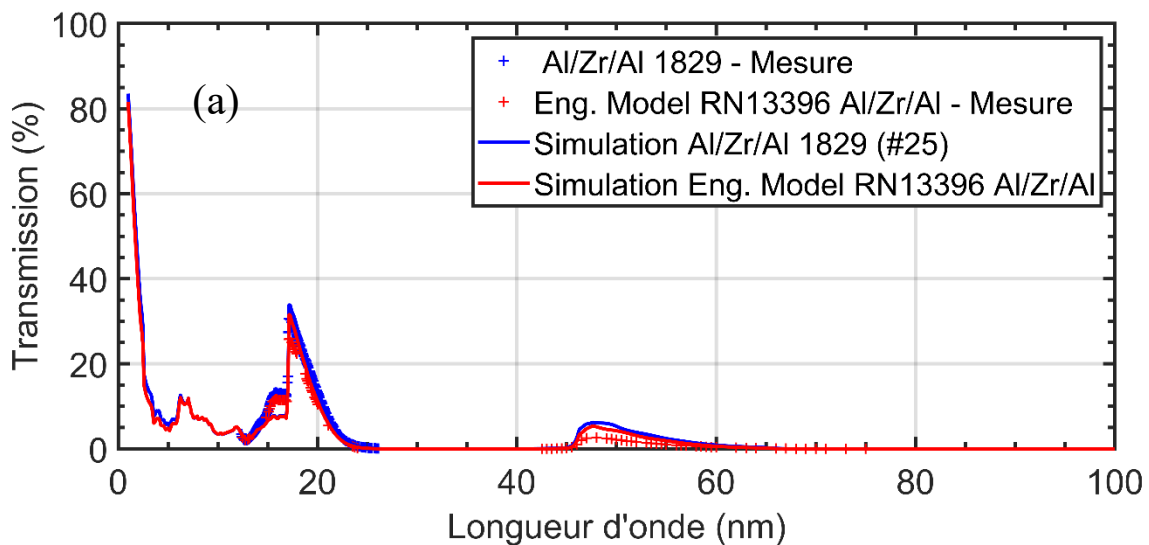


Figure 74. Roue à filtre de FSI d'après [4]

Type	Matériau	Témoin 1908 (#13) (nm)	Témoin 1829 (#25) (nm)	Eng. Model RN13396 (nm)
Filtre Al/Zr/Al	Al ₂ O ₃	5	5	5
	Al	52.6	50.7	53.1
	Zr	97.2	93.6	92.5
	Al	52.6	50.7	49
	Al ₂ O ₃	5	5	5
Type	Matériau	Témoin 1891 (#4) (nm)	Témoin 1906 (#26) (nm)	Eng. Model RN13386 (nm)
Filtre Al/Mg/Al	Al ₂ O ₃	5	5	5
	Al	80.2	80.1	44.5
	Mg	322.6	322.2	325.7
	Al	80.2	80.1	44.5
	Al ₂ O ₃	5	5	5

- Filtre focal sélectif Al/Zr/Al pour la raie Fe X à 17,4 nm

Les modèles des filtres Al/Zr/Al sont aussi obtenus en combinant mesures expérimentales et simulations. La mesure du témoin du filtre de vol #13 et celle du #25 ont été réalisées de 12,4 nm à 24,9 nm de longueur d'onde. Pour compléter ces mesures, on a utilisé des simulations avec les indices optiques adaptés de 1 à 12,3 nm puis de 25 à 100 nm pour couvrir l'ensemble de la gamme spectrale EUV (Tableau 17). Cependant, on a déterminé dans le chapitre 3 (Figure 48 & Figure 50) que les indices optiques de l'aluminium et du zirconium sont assez peu fiables au-delà de 40 nm. Pour prendre cet élément en considération, on va utiliser les mesures des valeurs de transmission du modèle d'essai (Engineering Model RN13396 dans le Tableau 19), dont la structure est relativement proche de celles des filtres Al/Zr/Al de vol, pour corriger les simulations de 45 à 65,7 nm (Figure 75 (a) & (b)).



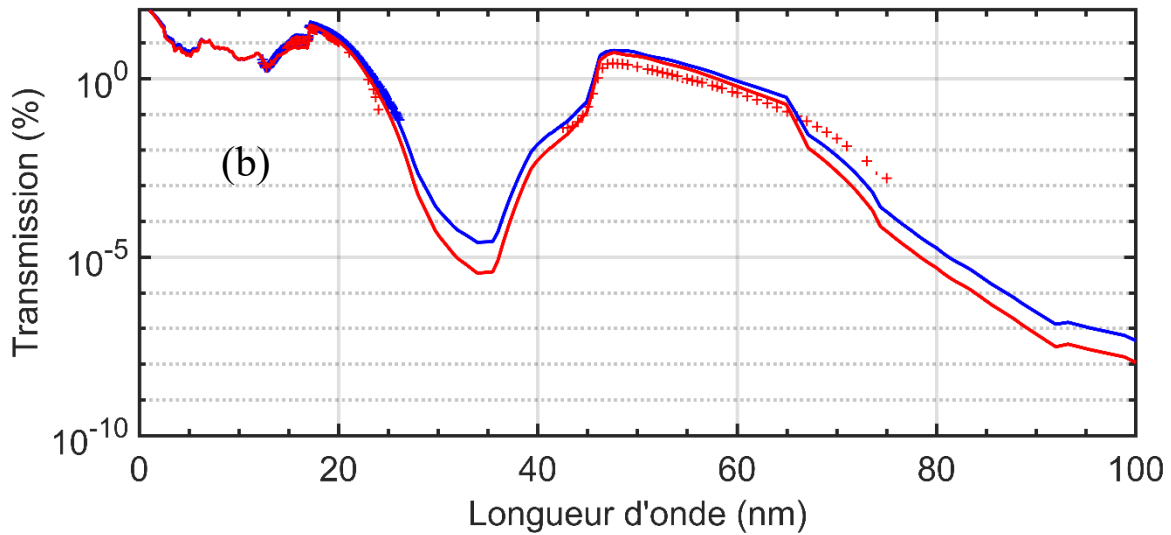


Figure 75. Mesure en transmission du filtre d'essai RN13396 et du filtre témoin Al/Zr/Al 1829 avec leurs simulations respectives dans l'EUV en échelle linéaire (a) et logarithmique (b).

En suivant la même démarche que pour le filtre d'entrée, on établit que le rapport des simulations de deux filtres de structures proches donne les mêmes valeurs que le rapport de leurs mesures pour les mêmes longueurs d'ondes :

$$\frac{T_{simulation}(Al/Zr\ 1829)}{T_{simulation}(Eng.\ Model\ Al/Zr)} = \frac{T_{estimé}(Al/Zr\ 1829)}{T_{mesuré}(Eng.\ Model\ Al/Zr)}$$

A partir de ces hypothèses, on fait le rapport des simulations (Figure 76) des valeurs de transmission du filtre Al/Zr 1829 (#25) et du modèle d'essai Al/Zr/Al entre 45 à 65,7 nm de longueur d'onde, puis on multiplie les données mesurées du modèle d'essai par les valeurs obtenues du rapport des simulations pour obtenir une valeur plus réaliste de la réponse en transmission de Al/Zr 1829 sur cette même gamme spectrale.

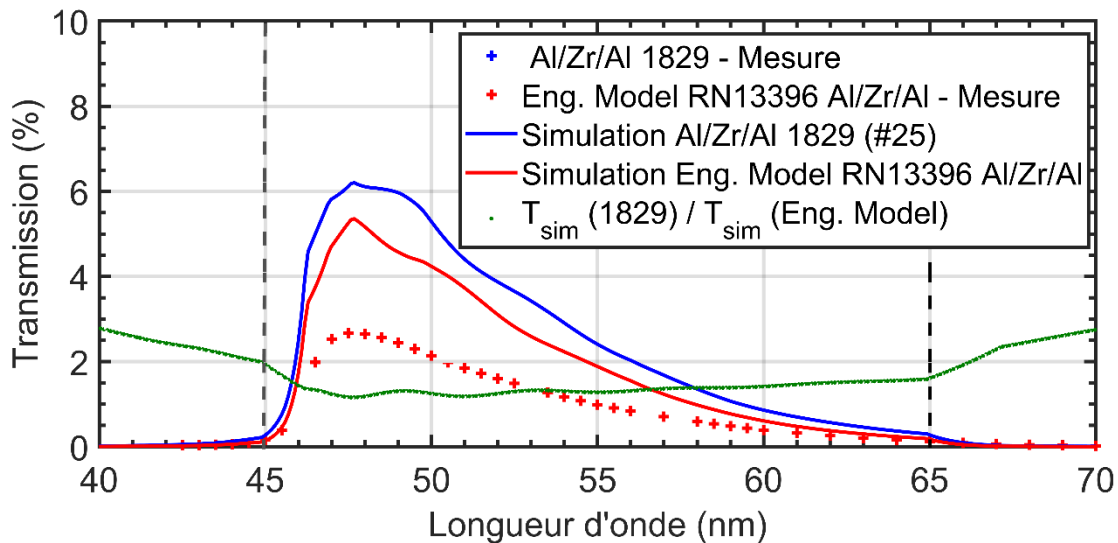


Figure 76. Illustration du rapport des simulations du témoin Al/Zr/Al et du modèle de test (Engineering Model) entre 45 nm et 65 nm de longueur d'onde. Ce rapport définit un facteur correctif moyen à appliquer sur la mesure du Eng. Model pour estimer une réponse en transmission plus précise du filtre de vol Al/Zr/Al 1829 (#25) dans cette zone spectrale, où l'indice optique du Zr est incertain et où la transmission est non-nulle, ce qui représente une source potentielle de pollution lumineuse dans l'instrument. (La légende associée à la transmission mesurée de 1829 apparaît ici mais les données s'étendent seulement jusqu'à 25 nm, d'où l'absence de données sur cette figure).

Par cette démarche, on détermine une transmission du filtre corrigée qui nous permet de compenser les incertitudes liées aux indices optiques de l'aluminium et surtout du zirconium dans cette zone (voir Chapitre 3, Figure 50). On effectuera la même opération pour le filtre Al/Zr 1908 (#13). Les réponses spectrales finales de ces deux filtres sont illustrées sur la Figure 77, et le détail des données est explicité dans le Tableau 20.

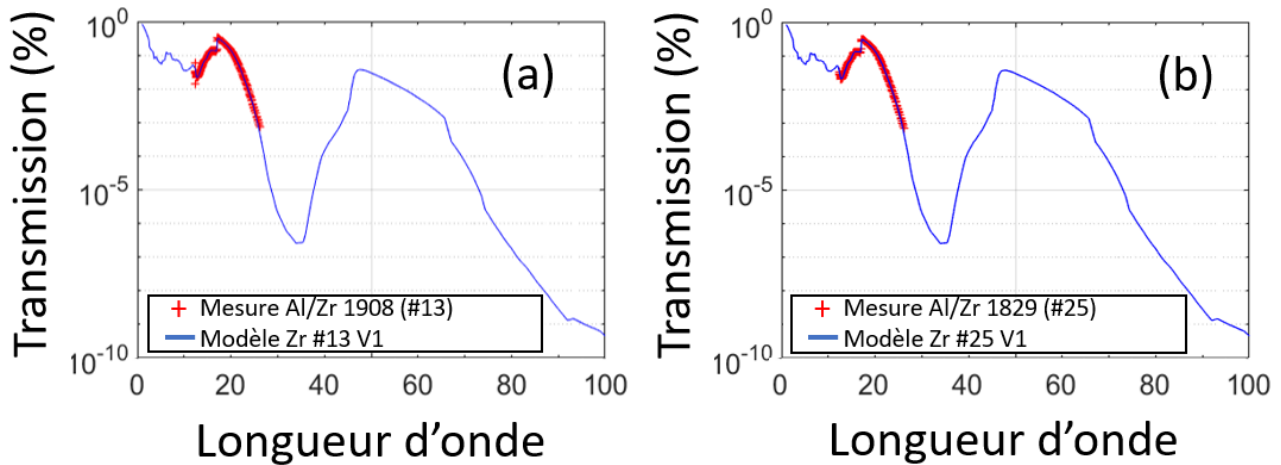


Figure 77. Mesures et modèles d'étalonnage des valeurs en transmission des filtres Al/Zr/Al 1908 pour #13 (a) et 1829 pour #25 (b)

Tableau 20. Composition des modèles d'étalonnage des filtres Al/Zr/Al #13 et #25

	Gamme spectrale	Données/Simulations utilisées
Al/Zr/Al #13	1 – 12,3 nm	Simulation 1908
	12,4 – 24,9 nm	Mesure du témoin 1908
	25 - 100 nm	Simulation 1908 avec facteur de correction x1,38 appliqué sur [45-65.7 nm]
Al/Zr/Al #25	1 – 12,3 nm	Simulation 1829
	12,4 – 24,9 nm	Mesure du témoin 1829
	25 - 100 nm	Simulation 1829 avec facteur de correction x1,38 appliqué sur [45-65.7 nm]

- **Filtre focal sélectif Al/Mg/Al pour la raie He II à 30,4 nm**

Pour les filtres Al/Mg/Al (Figure 79 (a) & (b)), les modélisations ont été rendues plus simples par les indices optiques plus fiables du magnésium (cf. Chapitre 3). Grâce au modèle d'essai (Engineering model RN13386, Tableau 19) qui a été mesuré sur une plus large gamme spectrale dans l'EUV que les filtres témoins, nous avons pu vérifier que notre modèle s'accorde sur toute la mesure hormis une divergence qui s'accroît au-delà de 40 nm de longueur d'onde (Figure 78). De plus, étant donné que le filtre d'essai comporte près de deux fois moins d'aluminium que les filtres témoins (voir Tableau 19), soit une différence de structure non-négligeable, nous avons décidé de ne pas corriger

la réponse spectrale des filtres avec les données du filtre d'essai pour estimer leur réponse en transmission au-delà de 40 nm de longueur d'onde.

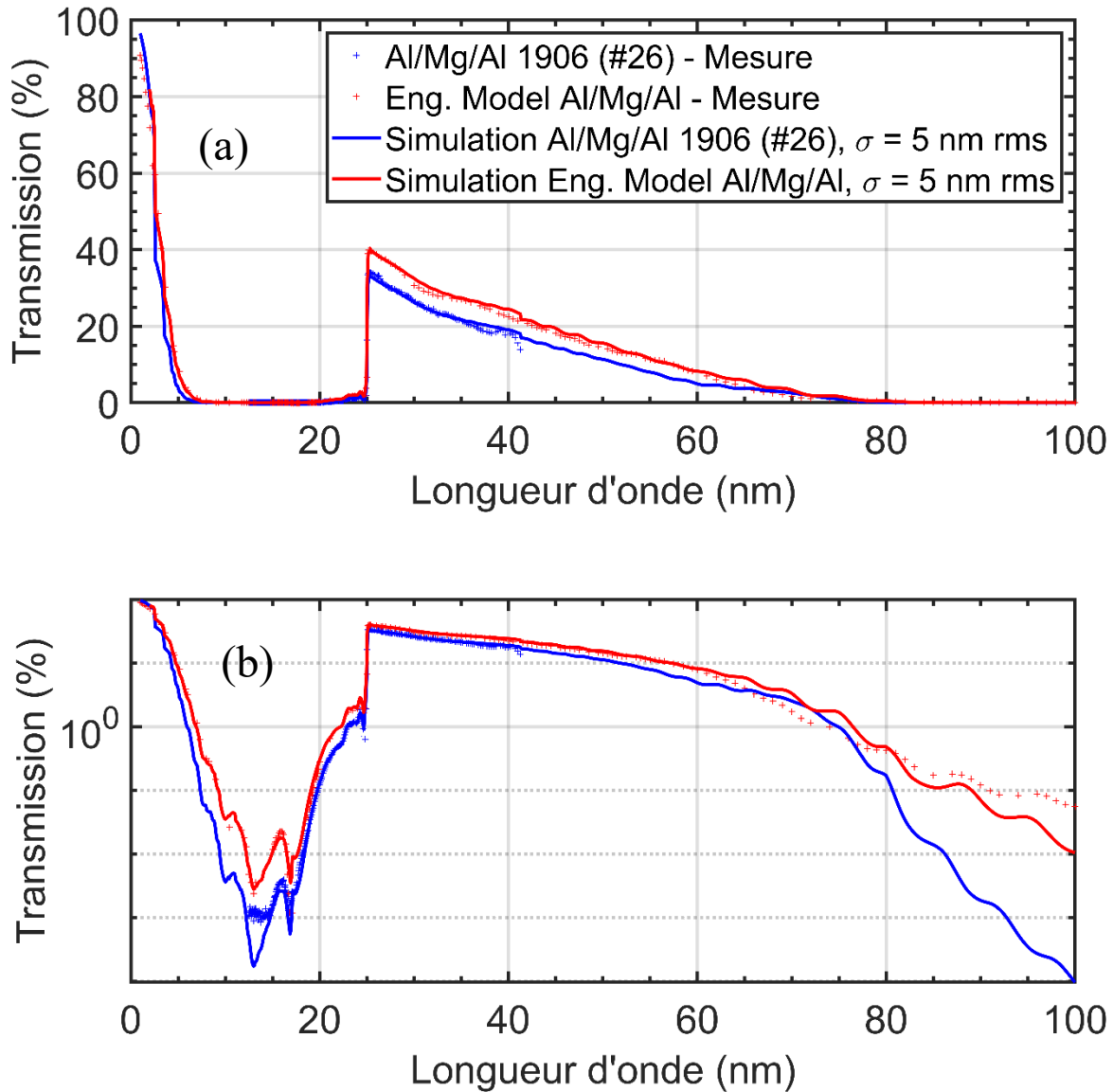


Figure 78. Réponses en transmission dans l'EUV mesurées sur synchrotron PTB et simulées du modèle de test (Engineering Model) et du témoin 1906 (#26) du filtre Al/Mg/Al. Représentation à l'échelle linéaire (a) et logarithmique (b).

Les modèles d'étalonnage des filtres focaux Al/Mg/Al #26 et #4 (Figure 79) comprennent les mesures de leurs filtres témoins respectifs de 12,4 nm à 40,6 nm, complétées par des simulations avec les indices optiques les plus adaptés de 1 à 12,3 nm et de 40,7 à 100 nm comme indiqué dans le Tableau 21.

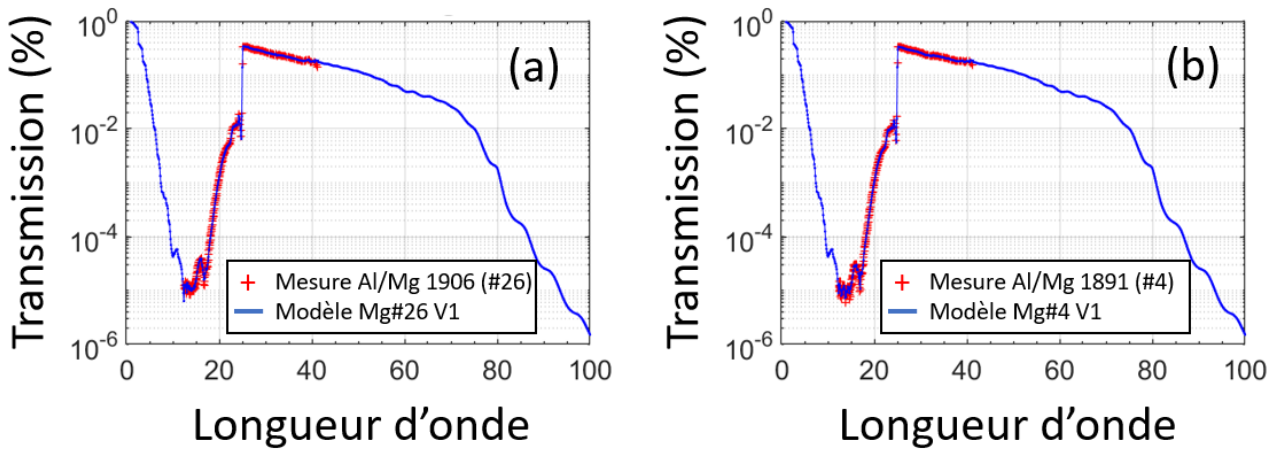


Figure 79. Mesures et modèles d'étalonnage des valeurs en transmission des filtres Al/Mg/Al 1906 pour #26 (a) et 1891 pour #4 (b)

Tableau 21. Composition des modèles d'étalonnage des filtres Al/Mg/Al #26 et #4

	Gamme spectrale	Données/Simulations utilisées
Al/Mg/Al #4	1 – 12,3 nm	Simulation 1891
	12,4 – 40,6 nm	Mesure du témoin 1891
	40,7 - 100 nm	Simulation 1891
Al/Mg/Al #26	1 – 12,3 nm	Simulation 1906
	12,4 – 40,6 nm	Mesure du témoin 1906
	40,7 - 100 nm	Simulation 1906

2.2.3. Miroir interférentiel bi-bande Al/Mo/SiC

Le télescope Full Sun Imager est équipé d'un unique miroir (Figure 80 (a) & (b)) dont le revêtement multicouche permet de réfléchir efficacement deux longueurs d'ondes distinctes dans l'EUV. Pour cela, l'empilement est une structure bi-périodique en Al/Mo/SiC (Tableau 22), c'est-à-dire qu'on a superposition de deux revêtements de deux périodes différentes séparées par une couche d'aluminium – la « buffer layer » ou « couche tampon » - dont l'épaisseur nominale de 4 nm a été calculée pour accorder les deux multicouches et assurer un fonctionnement optimal en positionnant les extinctions hors-bandes aux longueurs d'onde correspondant aux raies solaires EUV potentiellement intenses. La première multicouche déposée sur le substrat poli est optimisée pour réfléchir la raie spectrale à 17,4 nm avec une période nominale de 8,95 nm. La seconde multicouche déposée par-dessus la première doit réfléchir la raie spectrale à 30,4 nm et a donc une période nominale de 16,5 nm. On rappelle que les courtes longueurs d'onde correspondent à des énergies plus grandes, et c'est pourquoi la multicouche la plus proche du substrat est celle qui correspond à la réflexion de la raie à 17,4 nm : les photons sont assez énergétiques pour traverser l'ensemble de la structure pour interagir avec le revêtement « enfoui » sous la deuxième multicouche.

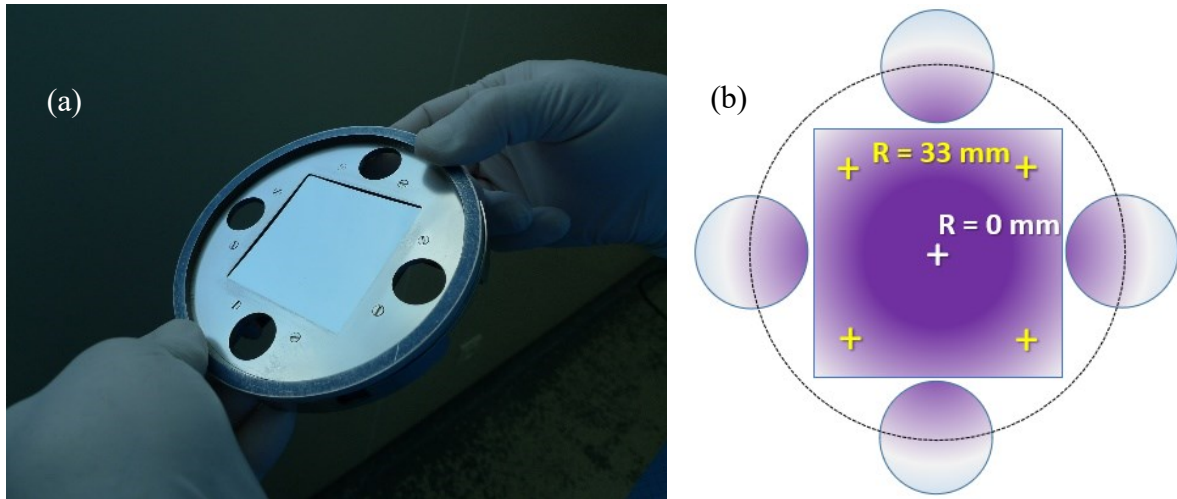


Figure 80. Photo du miroir bi-périodique en Al/Mo/SiC après traitement dans le bâti de pulvérisation MP800 du LCF, en salle blanche (a). Le miroir est le carré au centre du support tandis que les 4 substrats circulaires correspondent aux témoins du miroir. Le schéma (b) représente les différentes zones d'intérêt du miroir et le gradient d'épaisseur déposé du centre ($R=0$ mm) vers les bords du miroir ($R=33$ mm), ainsi que sur les témoins autour du miroir.

Pour l'étalonnage de FSI, il est essentiel de fournir la réponse spectrale en réflectivité du miroir bi-bande Al/Mo/SiC le plus précisément possible sur l'ensemble de la gamme spectrale EUV. Pour cela, on doit connaître les épaisseurs déposées de chaque couche de matériau constituant le revêtement multicouche, et ce paramètre peut sensiblement varier selon la position sur le porte-échantillon lors du dépôt. Sur la photo de la Figure 80 (a), on constate que le miroir de vol (66 x 66 mm) est au centre du porte-échantillon tandis que les quatre échantillons circulaires qui l'entourent correspondent aux témoins de référence. Nous avons également illustré sur le schéma (b) de la Figure 80 la position du miroir avec les quatre témoins disposés autour de ce dernier, ainsi que les positions particulières au centre du miroir indiquée $R=0$ mm, et sur les bords dans les coins du miroir à $R=33$ mm. On notera que les épaisseurs de matériaux déposées au centre du miroir se rapprochent davantage des valeurs nominales visées que celles des bords du miroir et des témoins, et cela peut impacter significativement la réflectivité du revêtement multicouche, et par extension l'efficacité de l'instrument total. Or, la difficulté de l'étalonnage du miroir de vol de FSI, repose sur le fait que ce dernier n'a pas été directement mesuré. Nous avons initialement à notre disposition uniquement les valeurs d'épaisseurs nominales visées et la mesure du témoin associé au miroir de vol (MP15036-F29). Ainsi, ce sont les relations d'étalonnage de vitesse de dépôt du bâti de pulvérisation, qui vont nous permettre d'estimer les valeurs d'épaisseurs du miroir de vol au centre et sur ses bords à partir des mesures des témoins de référence.

Les résultats des épaisseurs visées et estimées dans chaque cas de figure du miroir multicouche bi-périodique Al/Mo/SiC sont répertoriés dans le Tableau 22. Nous nous référerons à ces valeurs pour détailler la démarche suivie.

Tableau 22. Structures nominales et estimées du miroir de référence, et du modèle de vol en son centre et sur ses bords (à 33 mm du centre)

		Épaisseurs nominales visées (nm)		Témoin MP 15036-F29 (nm)		Modèle de Vol à r=0 (Centre) (nm)		Modèle de Vol à r=33 mm (Bord) (nm)	
SiO ₂		1,5		1,5		1,5		1,5	
SiC		2,0		2,0		2,0		1,97	
Mo		0,6		0,45		0,55		0,54	
Al		11,0		11,1		11,2		11,17	
SiC	N=3	4,7	d = 16,5	4,7	d = 16,25	4,7	d = 16,55	4,62	d = 16,43
Mo		0,8		0,55		0,65		0,64	
Al		11,0		11,0		11,2		11,17	
Buffer Al		4,0		4,2		4,3		4,3	
SiC	N=30	0,9	d = 8,95	0,9	d = 8,80	0,9	d = 9,0	0,88	d = 8,93
Mo		2,15		1,85		1,95		1,92	
Al		5,9		6,05		6,15		6,13	
Substrat									

La première étape pour déterminer précisément la réponse spectrale du miroir de vol consiste à simuler la réflectivité de la structure multicouche aux valeurs d'épaisseurs nominales visées, et de la comparer à la mesure du témoin de référence MP15036-F29 qui s'étend de 10 à 100 nm de longueur d'onde (Figure 81 (a) & (b)). Constatant que la simulation aux valeurs nominales ne s'accorde pas à la mesure, on a optimisé les épaisseurs pour accorder la réponse spectrale simulée avec la réflectivité mesurée de l'échantillon témoin, d'où les valeurs d'épaisseurs pour le témoin du Tableau 22. On observe également que l'indice optique Al_Compilation permet de simuler les extinctions hors-bande, et bien que cette simulation n'atteigne pas une réflectivité aussi élevée que la mesure au pic 17,4 nm à cause des incertitudes d'indice près du seuil L2,3 de l'aluminium, la largeur de la bande passante est correctement modélisée. Les divergences entre le modèle et la mesure au-delà de 40 nm de longueur d'onde sont une fois de plus liées aux indices optiques qui ne sont pas définis de façon suffisamment précise dans cette région du spectre.

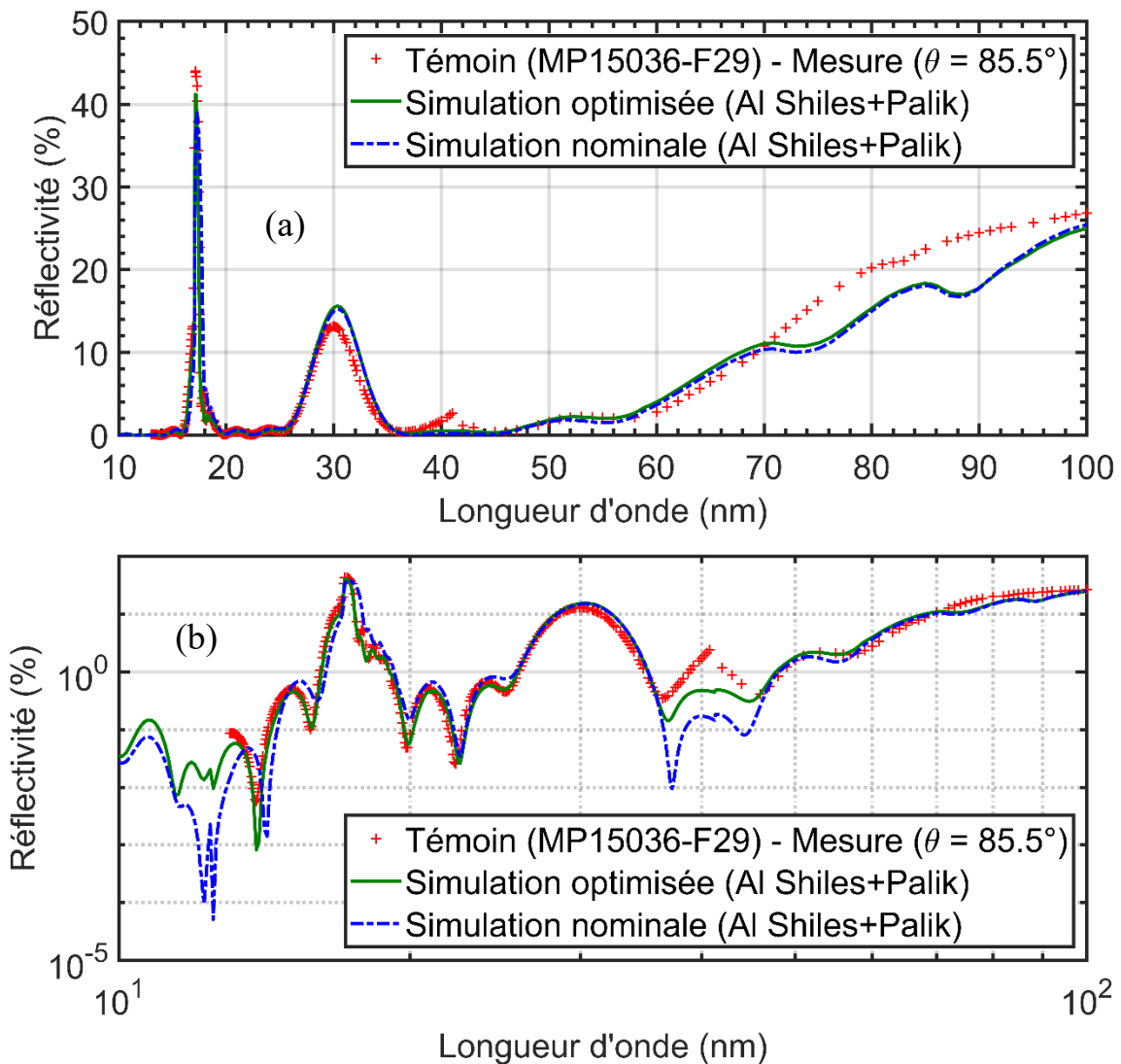


Figure 81. Mesure du témoin du miroir de vol de FSI et simulations réalisées grâce aux valeurs d'épaisseurs nominales et optimisées avec les tables d'indices de Shiles/Palik pour l'aluminium (Al Compilation) en échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

D'après les relations d'étalonnage de vitesse de dépôt pour la pulvérisation cathodique de chaque matériau établi en 2015 lors de la fabrication de ces composants, et en comparant les efficacités simulées et mesurées de l'ensemble de l'instrument de l'étape suivante (Figure 84 & Figure 85), nous avons estimé les épaisseurs du miroir de vol en $R=0$ mm et en $R=33$ mm présentées dans le Tableau 22 à partir de l'optimisation du miroir de référence. Ainsi, les estimations d'épaisseurs de Al, Mo et SiC à 33 mm du centre du miroir devaient être corrigées d'un facteur approximatif de 0,983 pour Mo et SiC (déposés avec une vitesse de passage de l'échantillon constante), et d'environ 0,997 pour Al (déposé avec une correction de vitesse). Ces différentes valeurs sont importantes à prendre en considération car elles impliquent des effets sur la réponse en réflectivité du miroir de vol et sur l'efficacité de l'instrument total selon que la zone de l'image analysée soit obtenue après réflexion au centre ou au bord du miroir. Pour un même angle d'incidence, on modélise la réflectivité du miroir de vol en son centre (position nominale $R = 0$ mm) et excentrée à 33 mm du centre ($R = 33$ mm) selon les structures indiquées dans le Tableau 22.

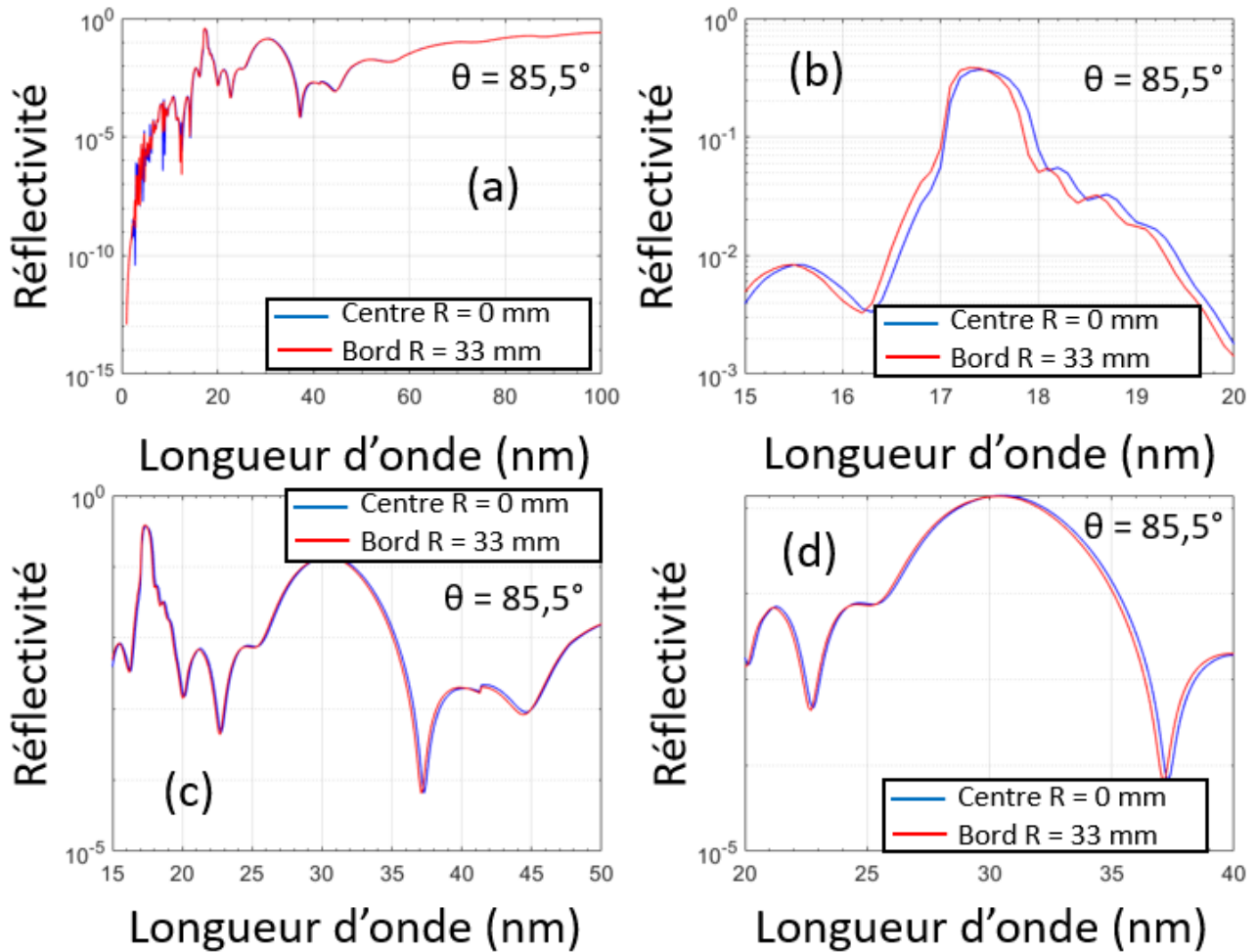


Figure 82. Simulations du miroir multicouche Al/Mo/SiC avec les paramètres de structure au centre ($R=0$ mm) et sur les bords ($R = 33$ mm) pour un angle de rasance de $85,5^\circ$, soit très proche de l'incidence normale à la surface. Les quatre graphiques mettent en évidence plusieurs zones spectrales d'ensemble et localisées autour des pics de réflectivité d'intérêt.

Sur la Figure 82, on compare les simulations de réflectivité en fonction de la longueur d'onde du miroir de vol Al/Mo/SiC avec l'estimation d'épaisseurs au centre et sur les bords. On observe que la réponse en réflectivité du miroir en $R=33$ mm est décalée vers les courtes longueurs d'ondes et que cet effet est plus particulièrement visible autour du pic de réflectivité à 17,4 nm (Figure 82 (b)). Nous verrons comment cela impacte l'étalonnage de FSI dans la section suivante concernant l'efficacité de l'ensemble de l'instrument et notamment sur son uniformité.

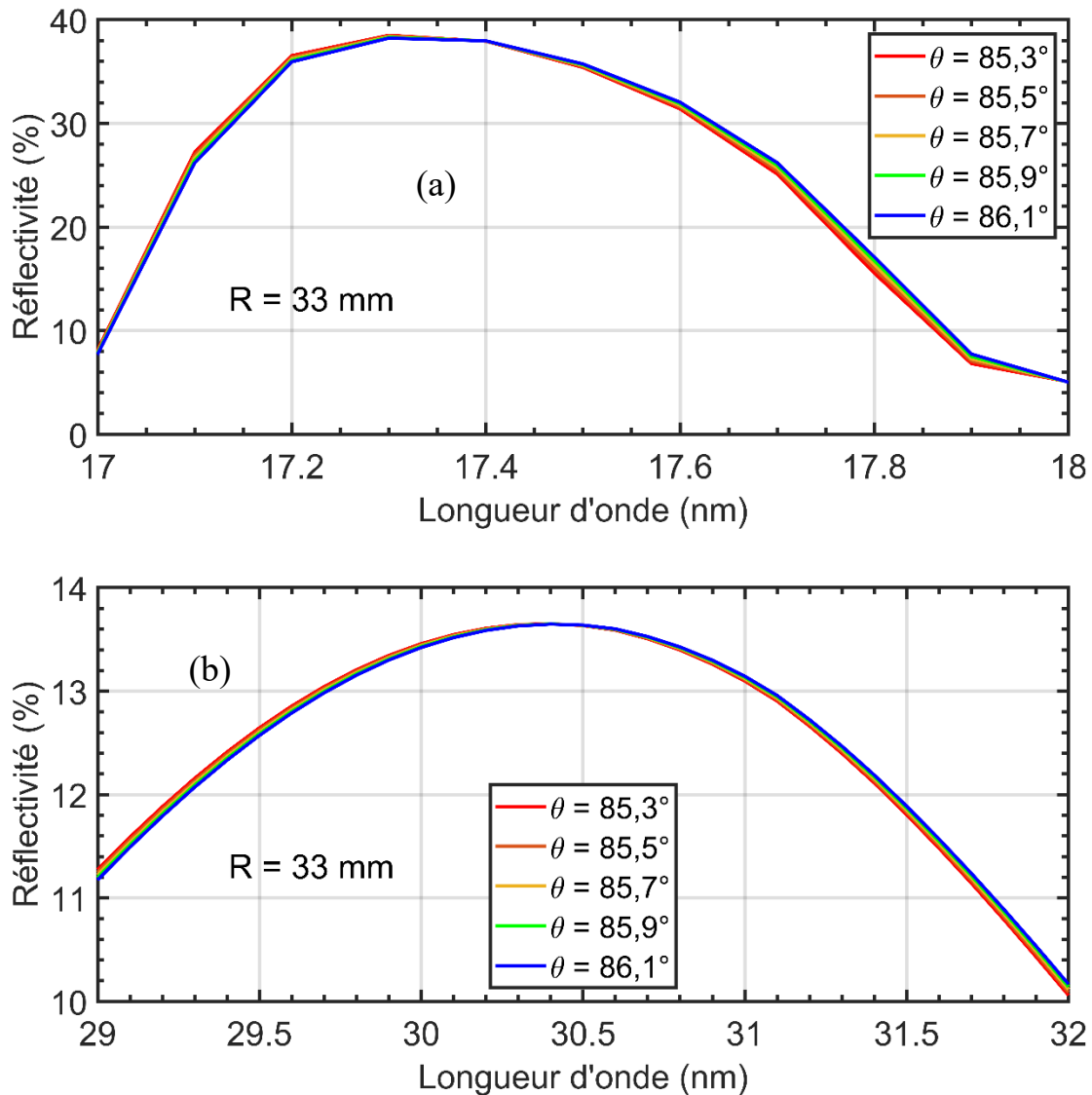


Figure 83. Simulations de l'effet de l'angle d'incidence sur la réflectivité du miroir à $R=33$ mm autour de 17,4 nm (a) et de 30,4 nm de longueur d'onde (b)

Pour finir, nous avons simulé la réponse spectrale en réflectivité au bord du miroir ($R = 33$ mm) en faisant varier l'angle d'incidence entre les valeurs extrêmes d'utilisation de FSI de $85,3^\circ$ jusqu'à $86,1^\circ$ par pas de $0,2^\circ$, et nous avons mis en évidence les valeurs de réflectivité autour des longueurs d'onde d'intérêt à 17,4 nm et à 30,4 nm (Figure 83). On constate un très faible effet de la variation d'angle sur le spectre de réflectivité avec un décalage vers les grandes longueurs d'onde de l'ordre de 0,02 nm. Ce paramètre est négligeable par comparaison aux effets de bords qui peuvent induire des décalages dix fois plus importants allant jusqu'à 0,2 nm.

En conclusion, le modèle du miroir de vol en $R=0$ mm qui sera utilisé pour l'étalonnage de l'instrument est à nouveau un modèle fusionnant mesure et résultats semi-empiriques puisque de 1 à 40 nm, on utilise la modélisation $R=0$ mm optimisée et étant donné la divergence significative du modèle avec la mesure du témoin aux grandes longueurs d'ondes, on complètera le modèle avec la mesure du témoin dans cette région spectrale.

2.3. Réponse spectrale de l'instrument FSI complet

2.3.1. Efficacité spectrale

Maintenant que nous avons une réponse spectrale satisfaisante de chaque composant optique du Full Sun Imager, rappelons que l'objectif est d'obtenir une réponse spectrale de l'efficacité de l'instrument complet. Pour cela, on considère chaque réponse spectrale précédemment établie comme une fonction de transfert, et l'efficacité totale s'obtient en multipliant les fonctions de transfert entre elles. A cela s'ajoutent aussi les éventuels facteurs correctifs pour prendre en compte la transmission des grilles qui supportent les filtres. Pour FSI, on considèrera deux facteurs correctifs car le filtre d'entrée et les filtres sélectifs sont montés sur des grilles qui induisent nécessairement une diminution du flux de photons dans l'instrument. Il a été déterminé que chaque grille possède un coefficient de transmission de 81%. Ce facteur est purement géométrique et correspond à la fraction du faisceau masqué par la grille du fait de son épaisseur. Ce facteur correctif sera appliqué deux fois ($\times 0,81^2$) pour calculer la réponse spectrale de l'instrument. On précise que ces différentes efficacités sont mesurées en considérant une réponse en réflectivité en $R=0$ mm du miroir Al/Mo/SiC.

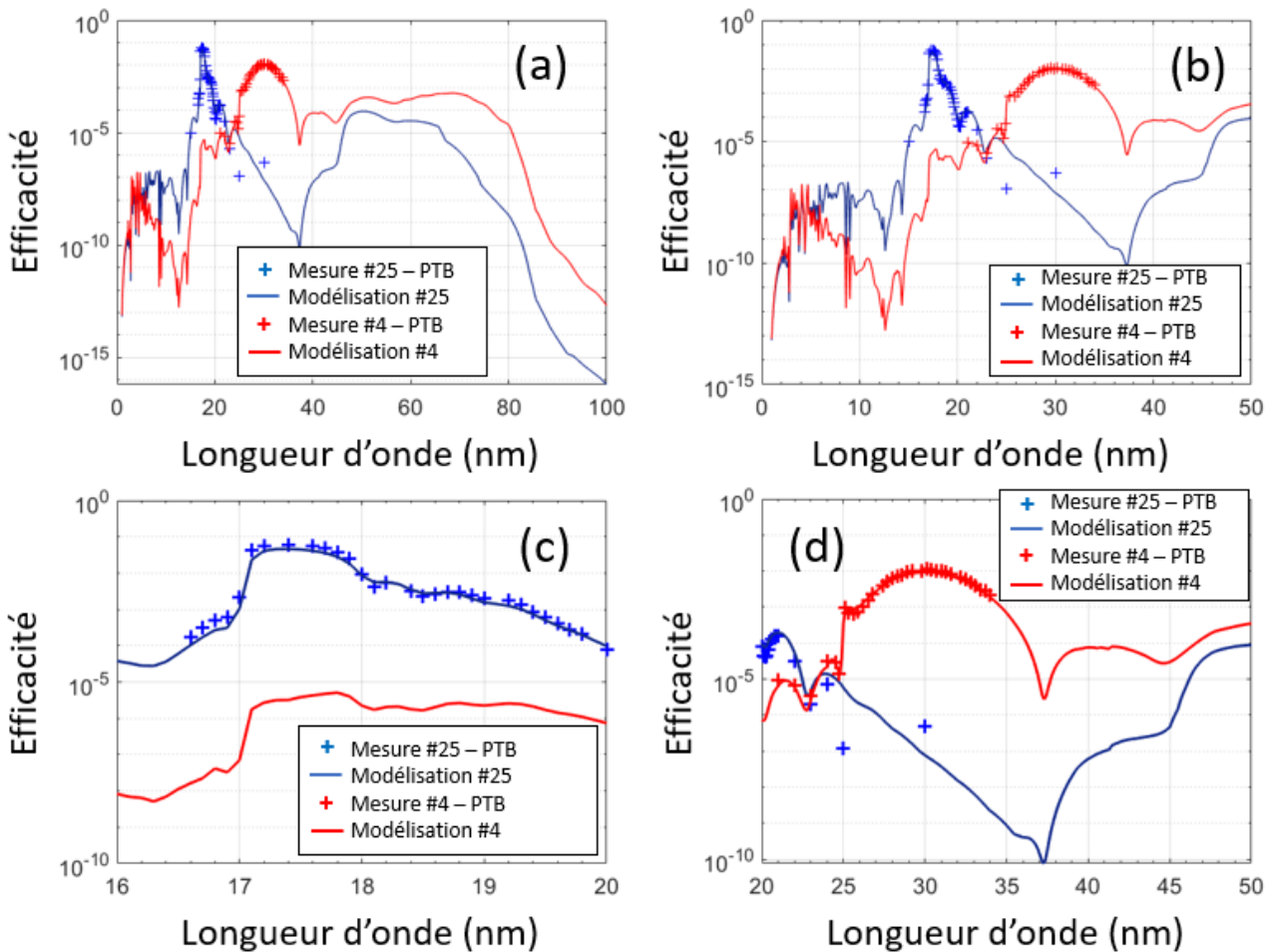


Figure 84. Comparaisons des réponses spectrales mesurées à PTB et modélisées dans l'EUV de FSI pour les canaux de filtres #25 et #4

On obtient alors quatre réponses spectrales de l'efficacité de l'instrument, soit une réponse pour chaque filtre (2x Al/Zr/Al et 2x Al/Mg/Al), que l'on va pouvoir comparer aux mesures d'efficacité

de l'instrument réalisées sur synchrotron à PTB, et également sur la station d'étalonnage de l'IAS. Ces mesures ont été réalisées autour des longueurs d'ondes d'intérêt pour FSI, c'est-à-dire 17,4 nm et 30,4 nm. Seulement quelques points de mesure hors-bandes ont été relevés, mais leur fiabilité est complexe à établir car leurs intensités sont très faibles donc facilement perturbées par le bruit de mesure. On constate que pour les canaux des filtres Al/Zr/Al #25 et Al/Mg/Al #4 (Figure 84), l'accord entre modèles et mesures d'efficacité totale réalisées à PTB autour des longueurs d'ondes d'intérêt est bien reproduit. Les points hors-bandes sont en assez bon accord avec les modèles également même si les deux points de mesure les moins intenses pour l'efficacité du canal du filtre Al/Zr/Al #25 sont un peu éloignés du modèle. A ce stade, il est difficile de savoir si cela provient des limites du modèle ou bien de la mesure.

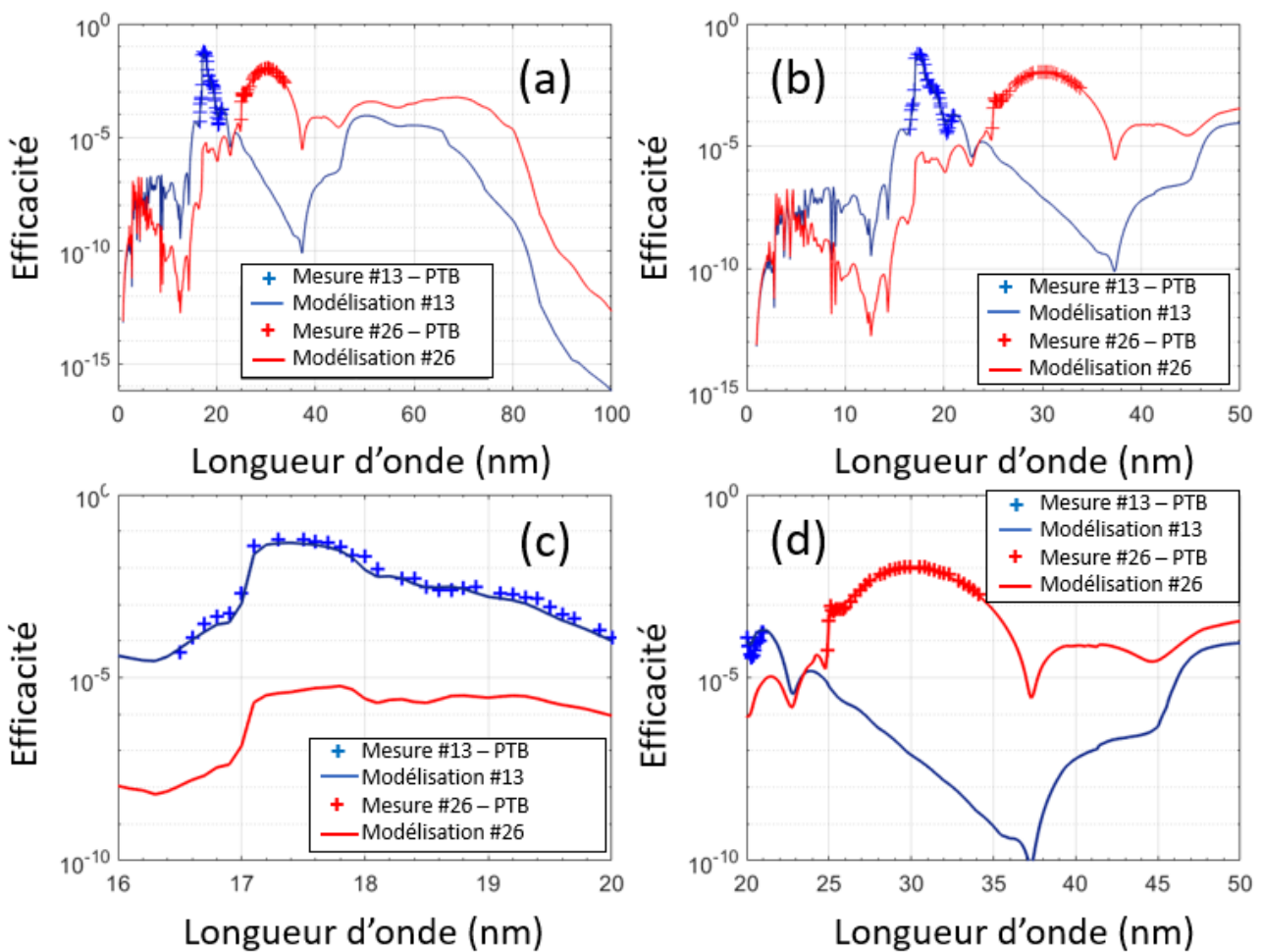


Figure 85. Comparaisons des réponses spectrales mesurées à PTB et modélisées dans l'EUV de FSI pour les canaux de filtres #13 et #26

Les mesures d'efficacité réalisées à PTB pour les canaux associés aux filtres Al/Zr/Al #13 et Al/Mg/Al #26 sont aussi assez bien reproduites par les modèles établis au préalable à partir des composants optiques individuels de FSI (Figure 85).

Complémentairement aux mesures réalisées à PTB, des mesures d'efficacité pour l'instrument complet avaient aussi été réalisées sur la station d'étalonnage de l'IAS autour des longueurs d'onde

des raies spectrales d'intérêt. Nous comparons une nouvelle fois nos modélisations à ces mesures sur la Figure 86 (a) et (b) où nous relevons aussi que l'accord est satisfaisant.

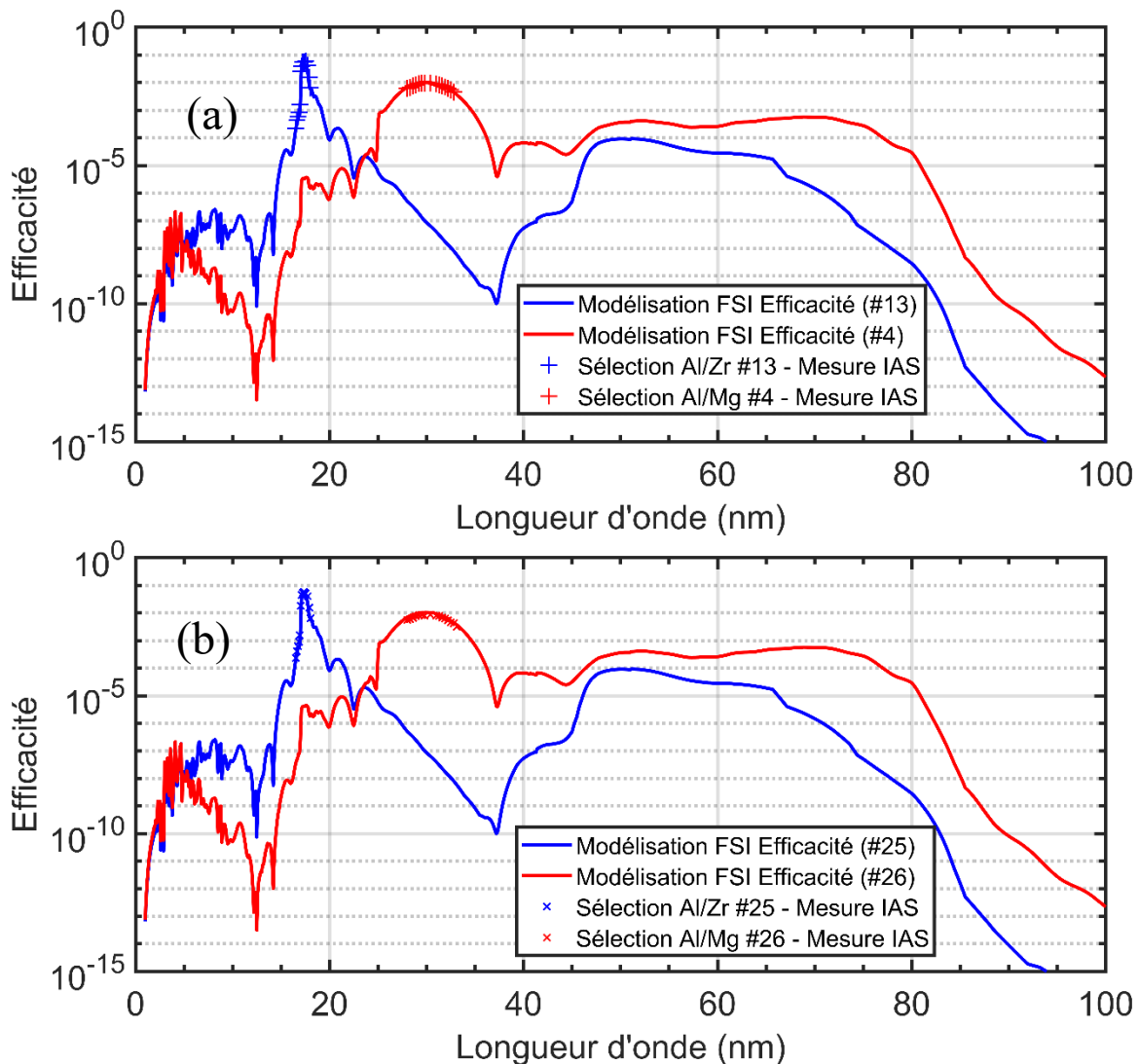


Figure 86. Comparaisons des réponses spectrales mesurées sur la station d'étalonnage à l'IAS et modélisées dans l'EUV de FSI pour les canaux de filtres #4 et #13 (a), et #26 et #25 (b)

L'ensemble de ces résultats valident les modèles que nous avons établis pour chaque composant. La réponse du modèle complet de l'instrument va pouvoir être utilisée comme référence à l'étalonnage du Full Sun Imager. Ils indiquent aussi que les mesures réalisées à PTB et à l'IAS sont cohérentes, et donc assurent une réponse spectrale fiable pour les performances du télescope.

2.3.2. Uniformité

Des mesures avaient aussi été réalisées pour tester l'uniformité de la réponse spectrale de l'instrument autour de 17,4 nm de longueur d'onde. Ces mesures ont été prises pour un faisceau dirigé dans les quatre coins du détecteur, ce qui revient à diriger le faisceau sur les bords du miroir carré aux dimensions 66 x 66 mm de FSI (Figure 87). Le léger décalage entre ces différents points de mesure est de l'ordre de l'effet induit par la différence d'angle d'incidence que nous avons vu dans la partie précédente (Figure 83). On constate également un décalage du pic d'environ 0,1-0,2 nm vers les

courtes longueurs d'onde par rapport à l'efficacité mesurée en $R=0$ mm, comme ce que nous avons modélisé avec le miroir.

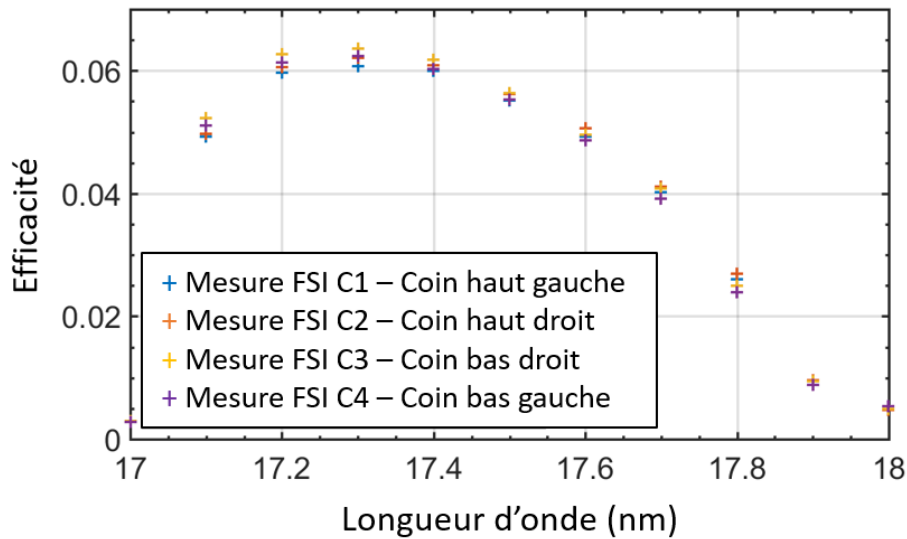


Figure 87. Mesures d'efficacité de FSI en uniformité autour de la longueur d'onde de travail à 17,4 nm

On a alors considéré la position extrême à 33 mm du centre du miroir pour mesurer à nouveau l'efficacité de l'instrument complet avec ce nouveau paramètre. Dans la section dédiée au revêtement multicouche du miroir de FSI, on a vu qu'un gradient d'épaisseur des couches minces déposées existe et induit une différence sensible de réflectivité du miroir entre son centre et ses bords. C'est donc la réponse en réflectivité du miroir à 33 mm que nous prenons en compte pour calculer la nouvelle réponse spectrale en efficacité excentrée de l'instrument.

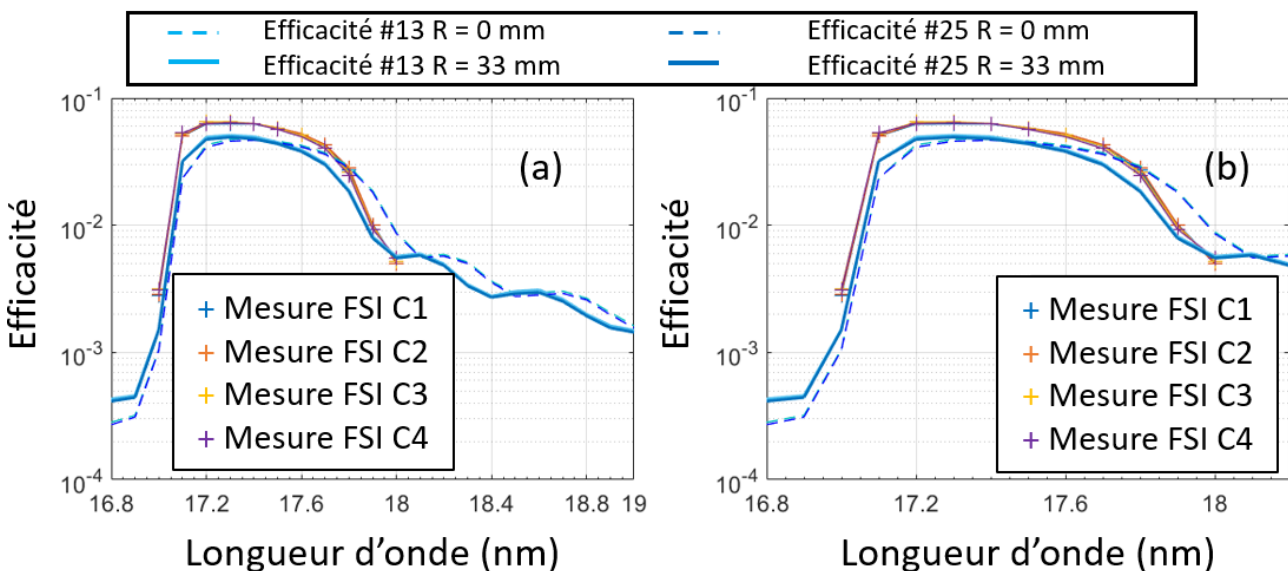


Figure 88. Mesures d'uniformité de l'efficacité de FSI aux quatre coins du détecteur comparées aux simulations d'efficacité établies en considérant les performances du miroir bi-bande en son centre ($R=0$ mm) et sur ses bords ($R=33$ mm)

Si l'on compare ce nouveau modèle aux mesures aux quatre coins de l'instrument (Figure 88), on constate bien une translation du pic d'efficacité vers les courtes longueurs d'ondes en accord avec les

mesures excentrées, et la bande passante du pic modélisé est similaire au pic mesuré que l'on fasse la simulation avec le filtre Al/Zr #13 ou #25 étant donné qu'ils sont très similaires. L'intensité est cependant inférieure à la mesure dans les deux cas à cause de l'indice optique de l'aluminium qui sous-estime la réponse en réflectivité du miroir autour du seuil L_{2,3} comme nous l'avons observé au préalable sur la modélisation du miroir Al/Mo/SiC. Pour prendre en compte cet effet de bord dans le traitement des images prises par FSI, nous mettrons à disposition un fichier combinant les mesures et les modélisations à $R = 33$ mm pour le cas extrême en plus des fichiers de réponse spectrale en position nominale à $R = 0$ mm.

3. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans ce chapitre, nous avons exposé une méthodologie en plusieurs étapes pour proposer une modélisation fiable de la réponse spectrale étendue sur toute la gamme EUV du télescope plein champ Full Sun Imager de la mission Solar Orbiter. Il est à noter que nous ne nous sommes exclusivement intéressés qu'au télescope en lui-même. Les détecteurs ont été caractérisés indépendamment, et des mesures au-delà de 40 nm devraient être effectuées prochainement sur des modèles de rechange. Pour l'étalonnage radiométrique présenté dans ce chapitre, nous avons d'abord modélisé la réponse en transmission et en réflectivité de chaque composant optique, filtres et miroir, de l'instrument en nous basant à la fois sur les conclusions liées à l'état de l'art des indices optiques du chapitre 3, et également sur les données mesurées des témoins de vol. Une fois ces réponses spectrales déterminées, nous avons ensuite modélisé la réponse spectrale en efficacité totale de FSI sur l'ensemble de la gamme EUV. La comparaison aux mesures expérimentales partielles de l'instrument effectuées au synchrotron PTB et sur la ligne de qualification EUV de l'IAS, nous a permis de conclure quant à la fiabilité des modélisations pour l'étalonnage du Full Sun Imager en position nominale et excentrée. Pour finir, ces données seront prochainement mises à disposition en ligne afin de permettre l'analyse des images acquises par FSI. La méthodologie développée dans le cadre de ces travaux de thèse sera également appliquée à l'étalonnage radiométrique du télescope imageur HRI_{EUV}.

Les premières images du Full Sun Imager révélées en juillet 2020 indiquent le bon fonctionnement du télescope. On observe sur ces images prises à 0,5 unité astronomique du Soleil, les différentes structures de l'atmosphère selon la longueur d'onde d'observation dans l'EUV (Figure 89 (b) & (c)). La résolution atteinte est déjà au moins équivalente aux performances du télescope EIT de SoHO [1]. Les premières images prises par HRI_{EUV} en juin 2020 ont révélé l'efficacité de tels revêtements, alors que Solar Orbiter se situait à près de 0,5 unité astronomique du Soleil, soit la distance la plus proche jamais atteinte pour des télescopes imageurs. On constate déjà des structures complexes inédites de petites boucles coronales, des filaments mouvants sombres, et des zones très brillantes éruptives désignées comme des « feux de camps » (Figure 89 (a)).

Les prochaines années s'annoncent prometteuses car le satellite se rapprochera jusqu'à 0,3 unité astronomique du Soleil, survolera ses pôles pour la première fois de l'Histoire, et on sait désormais que la qualité des optiques permettra certainement d'obtenir des images exceptionnelles riches d'informations.

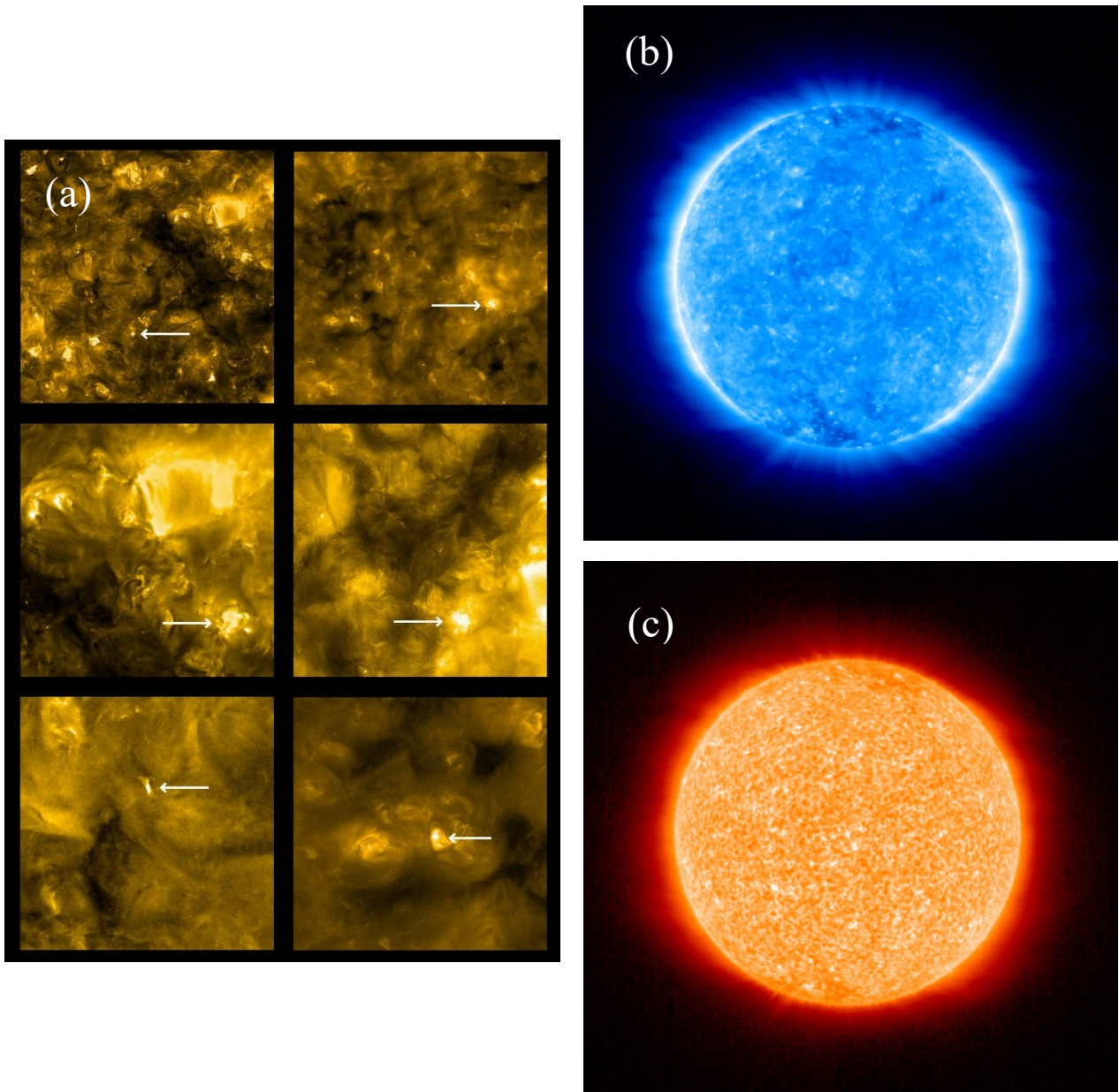


Figure 89. (a) Premières images du télescope High Resolution Imager EUV / Solar Orbiter prises à 17,4 nm de longueur d'onde. Les flèches indiquent les « feux de camps » observés dans l'atmosphère solaire. Les deux premières images (b) & (c) du Full Sun Imager à 17,4 nm (bleu) et 30,4 nm (orange), zone centrale du détecteur 1024x1024 pixels (le détecteur complet fait 3k x 3k), soit la résolution de EIT/SoHO – 13 mai 2020.

CHAPITRE 5. NOUVEAUX MIROIRS INTERFERENTIELS EFFICACES DANS L'EXTREME ULTRAVIOLET

Comment développer des revêtements interférentiels efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde dans l'EUV ? Quelles sont les différentes étapes du processus de développement ? Quels sont les effets de la microstructure et des interfaces des systèmes multicouches sur leurs performances dans l'extrême ultraviolet ?

Dans ce cinquième chapitre, nous présentons une étude complète sur le développement et la caractérisation de nouveaux miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet. A partir des travaux sur les indices optiques décrits dans le chapitre 3 et d'un état de l'art des multicouches dans l'EUV, nous avons constaté que peu de miroirs efficaces ont pu être développés au-delà de 40 nm de longueur d'onde, d'où l'absence d'instruments d'observation solaire dans cette région spectrale. Nous avons donc recherché les combinaisons de matériaux les plus prometteuses pour atteindre de hautes performances dans cette gamme, et nous nous sommes notamment intéressés aux revêtements à base d'aluminium et de scandium.

Les multicouches périodiques Al/Sc ont d'abord été fabriqués par pulvérisation cathodique magnétron au laboratoire. Ils ont ensuite été caractérisés par réflectométrie X en incidence rasante, microscopie électronique en transmission, diffraction d'électrons et diffraction X aux grands angles, et par spectroscopie de photoélectrons X. Nous avons ainsi pu étudier l'effet de couches barrière en SiC aux interfaces, et la stabilité temporelle de ces revêtements. Les performances en réflectivité dans l'EUV de ces systèmes multicouches ont été mesurées au synchrotron *Advanced Light Source* (ALS, Berkeley – Californie, US) sur la ligne de réflectométrie 6.3.2.

Les données analysées des différents échantillons nous ont amené à considérer les effets d'interface dans nos simulations pour obtenir un accord plus précis entre modèles et résultats expérimentaux, et ce malgré les limitations liées aux indices optiques au-delà de 40 nm. A partir de ces résultats, nous avons proposé des revêtements Al/Sc, ainsi que des systèmes à trois matériaux comme Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc optimisés pour atteindre de hautes performances au-delà de 40 nm de longueur d'onde. Nous concluons ce chapitre sur l'intérêt de ces nouveaux systèmes multicouches pour les futures générations d'instruments EUV pour la physique solaire, les lasers EUV, ou encore la physique attoseconde.

1. ETAT DE L'ART ET MOTIVATIONS

1.1. Etat de l'art des multicouches dans l'EUV

Dans la perspective de situer plus précisément l'intérêt du développement des revêtements basés sur le couple de matériaux Al/Sc, on établit l'état de l'art des miroirs multicouches EUV à haute réflectivité que l'on trouve dans la littérature. On présente dans le Tableau 23, les combinaisons de matériaux les plus efficaces avec la longueur d'onde, l'ion émetteur associé, le record de réflectivité obtenu expérimentalement, et les publications d'origine de ces résultats.

Tableau 23. Recensement des réflectivités records atteintes expérimentalement pour différents systèmes multicouches en corrélation avec les raies spectrales émises dans l'extrême ultraviolet des ions de la couronne solaire

λ (nm)	R _{record}	Ions	MLs	Publications
12,9	72%		Mo/Be/Si	[93]
13,2	67%	Fe XX/XXIII	Si/Mo	[94]
13,5	71%		Mo/Be/Si	[93]
17,1	56%	Fe IX	Al/Zr	[95]
17,2	56%	Fe IX	Al/Zr	[94,96]
17,3	59%	Fe IX/X	Al/Zr	[97]
17,4	58%	Fe X	Al/Mo/SiC	[91,92] [98]
17,5	55,5%	Fe X	Al/Zr	[94]
17,9	55%	Fe XI	Al/Zr	[97]
19,2	45,7%	Fe XXIV	Al/Mo/SiC	[99]
21	50%	Fe XIV	Al/Mo/B ₄ C	[91]
25	56,5%	Fe XVI	Mg/Co	[100] @ 45°
28,4	52,8%	Fe XV	Mg/Sc/SiC	[101]
29,9	30%	Fe XXII	Al/W/SiC	[99]
30,1	40%	Ca XVIII	Mg/Y ₂ O ₃	[89]
30,3	44,6%	Si XI/He II	Mg/SiC	[102]
30,5	40,3%	He II	Mg/Co	[102]
31,1	33%		Al/Mo/B ₄ C	[49,92]
31,2	44%		Mg/SiC	[89,103]
32	42%	Ni XVIII	Al/Mo/B ₄ C	[91]
33,5	43%	Fe XVI	Mg/SiC	[104]
36,5	54%	Mg IX	Sc/Si	[105]
36,8	48,7%		Mg/Sc/SiC	[101]
44,7	56%	S XIV	Sc/(Cr)/Si	[106]
46	54%	C III	Sc/Si	[106]
46,2	36%	Ne VII	Al-Mg/SiC	[90,97]
48,7	33%	Ne III	Sc/Si	[105]
58,4	40,6%	He I	Mg/SiC	[107]
63	29%	O V	Al/MgF ₂ /B ₄ C	[108]
76,9	40,6%	Ne VIII	Mg/SiC	[107]

Entre 10 nm et 35 nm de longueur d'onde, les revêtements Mo/Si ont longtemps été privilégiés pour équiper les miroirs des télescopes spatiaux EUV comme nous l'avons relevé dans le chapitre 1. De récents développements ont montré que les structures à 3 matériaux contenant de l'aluminium permettaient d'atteindre de plus hautes réflectivités, d'où l'utilisation de Al/Mo/SiC pour les

télescopes EUV de Solar Orbiter. On trouve aussi de plus en plus de revêtements avec du béryllium qui s'avèrent très performants, mais leur fabrication nécessite des équipements et des procédures de sécurité adaptés étant donné la toxicité de ce matériau. Entre 35 nm et 50 nm de longueur d'onde, les structures multicouches Sc/Si prédominent, et peu de combinaisons alternatives existent pour atteindre des réflectivités supérieures à 50% dans cette région du spectre EUV. Au-delà de 50 nm et jusqu'à 90 nm, les revêtements Mg/SiC et Al/MgF₂/B₄C permettent d'obtenir des réflectivités comprises entre 20% et 40%. Les matériaux SiC et B₄C sont aussi souvent utilisés seuls dans cette région car ils peuvent atteindre autour de 20% de réflectivité [109].

L'amélioration des performances des instruments d'observation solaire dans l'EUV nécessite des développements de plus en plus complexes pour optimiser la réflectivité et la sélectivité des revêtements multicouches dans cette gamme spectrale. Comme nous l'avons exposé dans le chapitre 3, les tables d'indices optiques des matériaux sont rapidement limités au-delà de 40 nm et près des seuils d'absorption, ce qui explique pourquoi aussi peu d'instruments ont été développés pour la détection des raies d'émissions de la couronne entre 40 et 100 nm (voir Chapitre 1, Tableau 2) comme le Ne VII à 46,5 nm et l'O V à 63 nm caractéristiques de la zone de transition de l'atmosphère solaire, ou la raie spectrale He I à 58,4 nm associée à la chromosphère. L'objectif de cette étude est d'optimiser de nouvelles combinaisons multicouches performantes dans cette gamme spectrale encore peu explorée en prenant en considération l'état de l'art des tables d'indices optiques du chapitre 3, et en ayant recours à tous les moyens de fabrication et de caractérisation de couches minces optiques à disposition.

Dans la suite de ce chapitre, nous présentons les premiers résultats obtenus avec des structures multicouches Al/Sc caractérisées par différentes techniques : réflectométrie X en incidence rasante, réflectométrie EUV au synchrotron ALS (*Advanced Light Source*, Berkeley), microscopie électronique en transmission au Centre de Sciences Nucléaires et de Sciences de la Matière (CSNSM, Orsay). Nous présentons également quelques résultats sur le couple AlMg/Sc dont les performances sont comparées à Al/Sc, et sur l'effet de l'ajout de couches barrières de SiC aux interfaces dans la structure Al/Sc. Les résultats obtenus sont très prometteurs et s'avèrent utiles à la fois pour de futures applications d'observation solaire dans l'EUV au-delà de 40 nm, et également pour identifier plus précisément quelles sont les tables d'indices optiques les plus pertinentes à utiliser à l'heure actuelle.

1.2. Choix des matériaux

Les résultats des recherches bibliographiques et des premières simulations nous ont amenés à considérer le couple de matériaux Al/Sc pour les longueurs d'onde supérieures à 40 nm. Des multicouches à base d'aluminium et de scandium avaient déjà été étudiées théoriquement dans notre laboratoire pour des longueurs d'onde plus courtes (17 nm à 40 nm), et une étude préliminaire de

dépôt par pulvérisation par faisceau d'ions avaient été réalisée [110]. Récemment, l'aluminium a été utilisé dans des structures périodique et bi-périodique à trois matériaux Al/Mo/SiC efficace à 17,4 nm et à 30,4 nm pour l'instrument Extreme Ultraviolet Imager [92] de Solar Orbiter (cf. Chapitre 4). De son côté, le scandium associé au silicium s'est montré efficace entre 44 nm et 50 nm [106]. A notre connaissance, l'association d'aluminium et de scandium ne s'est trouvée que dans la littérature de métallurgie en tant qu'alliage très résistant mécaniquement [111,112].

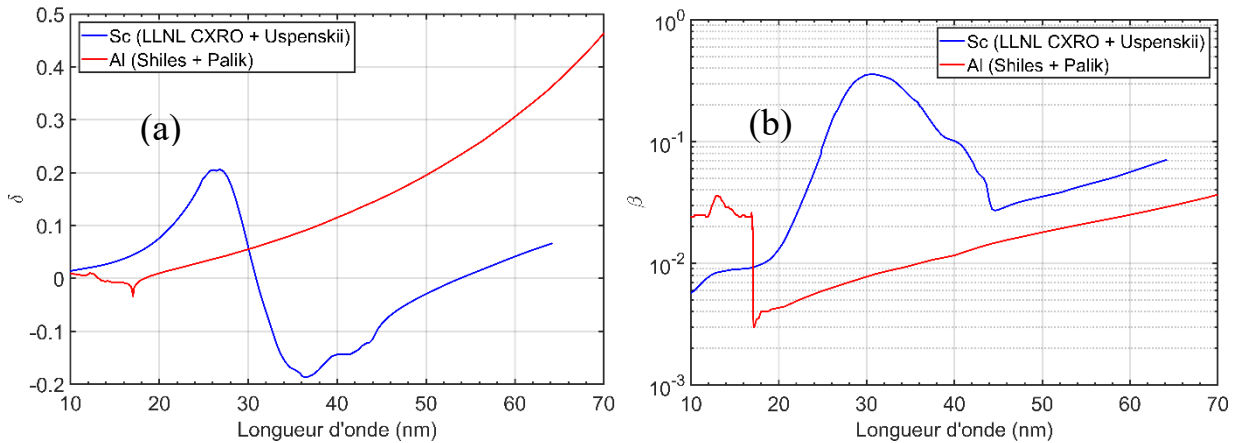


Figure 90. Indices optiques de l'aluminium et du scandium : coefficients δ (a) et β (b)

Pour les simulations et modélisations de cette étude, on utilisera les constantes optiques du CXRO et notamment de Aquila [80] en-dessous de 25 nm et celles de Uspenskii [81] au-delà de 25 nm et jusqu'à 64 nm pour le scandium, et la compilation de Shiles et de Palik pour l'aluminium d'après les conclusions tirées du Chapitre 3 (Figure 90). On utilisera aussi les constantes optiques de Palik pour Mo [70] et de Kortright pour SiC [83]. On montre sur la Figure 91 les calculs d'optimisation de réflectivité maximale dans le cas idéal pour différentes combinaisons de matériaux. Le couple Al/Sc pourrait théoriquement atteindre des valeurs de réflectivité supérieures à 55% autour de 45 nm et supérieures à 30% jusqu'à 60 nm. Le couple Mg/Sc est également prometteur mais on sait que les propriétés des multicouches à base de magnésium se dégradent rapidement sous l'effet de l'oxydation. En revanche, on considèrera le développement de multicouches AlMg/Sc car il a été montré que l'alliage AlMg constitue une barrière efficace contre la corrosion atmosphérique du Mg [90], et les performances théoriques des multicouches AlMg/Sc sont aussi intéressantes (Figure 91). On montre également sur la Figure 91 les performances théoriques idéales pour Sc/Si à titre de comparaison. Les valeurs théoriques des épaisseurs optimisées associées aux réflectivités maximales de chaque couple de matériaux sont indiquées dans le Tableau 24 pour la longueur d'onde à 44,3 nm correspondant au seuil $M_{2,3}$ du scandium.

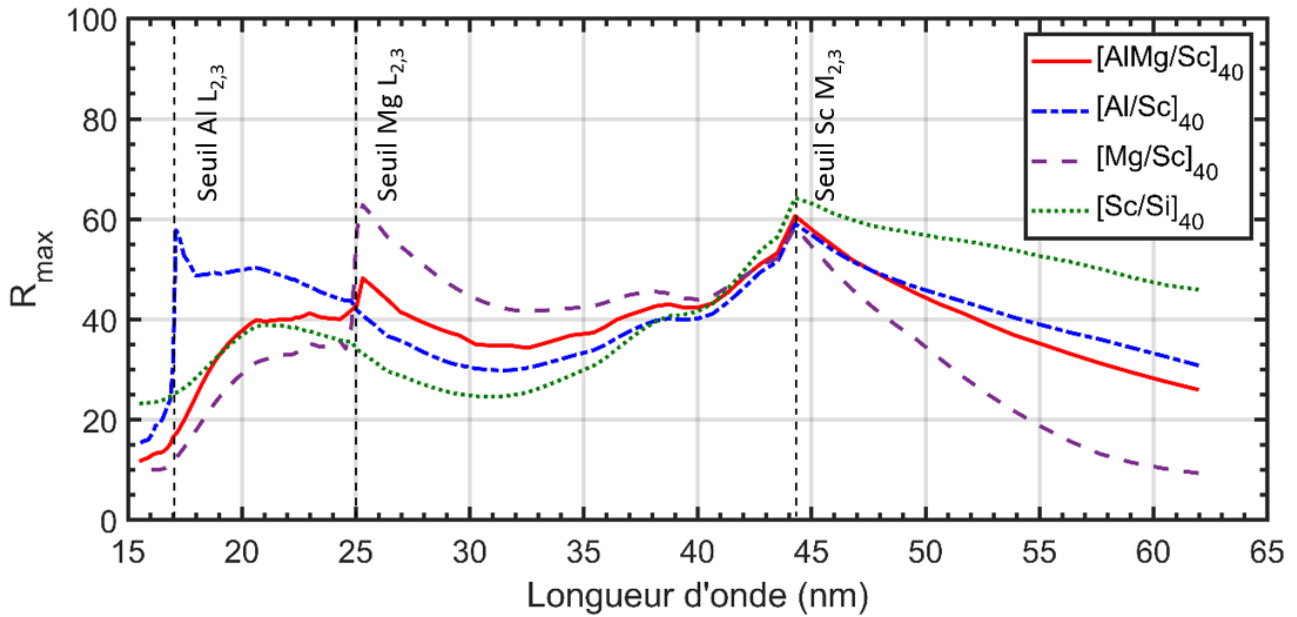


Figure 91. Calculs d'optimisation des réflectivités maximales idéales dans l'EUV pour Sc/Si, Al/Sc, Mg/Sc et AlMg/Sc

Tableau 24. Valeurs de réflectivité et d'épaisseurs théoriques optimisées pour différents couples de matériaux à 44,3 nm de longueur d'onde

Multicouche [1/2]	Réflectivité (%)	Épaisseur 1 (nm)	Épaisseur 2 (nm)
[Sc/Si] ₅₀	64,2	10,57	12,50
[Al/Sc]	58,7	13,97	9,50
[Mg/Sc]	57,4	14,93	7,71
[AlMg/Sc]	60,2	14,61	8,77

Dans un second temps, on procède aux calculs d'optimisation de réflectivité maximale dans le cas idéal de structures périodiques multicouches à trois matériaux (Figure 92). Les valeurs d'épaisseurs optimisées idéales associées pour 44,3 nm de longueur d'onde sont indiquées dans le Tableau 25.

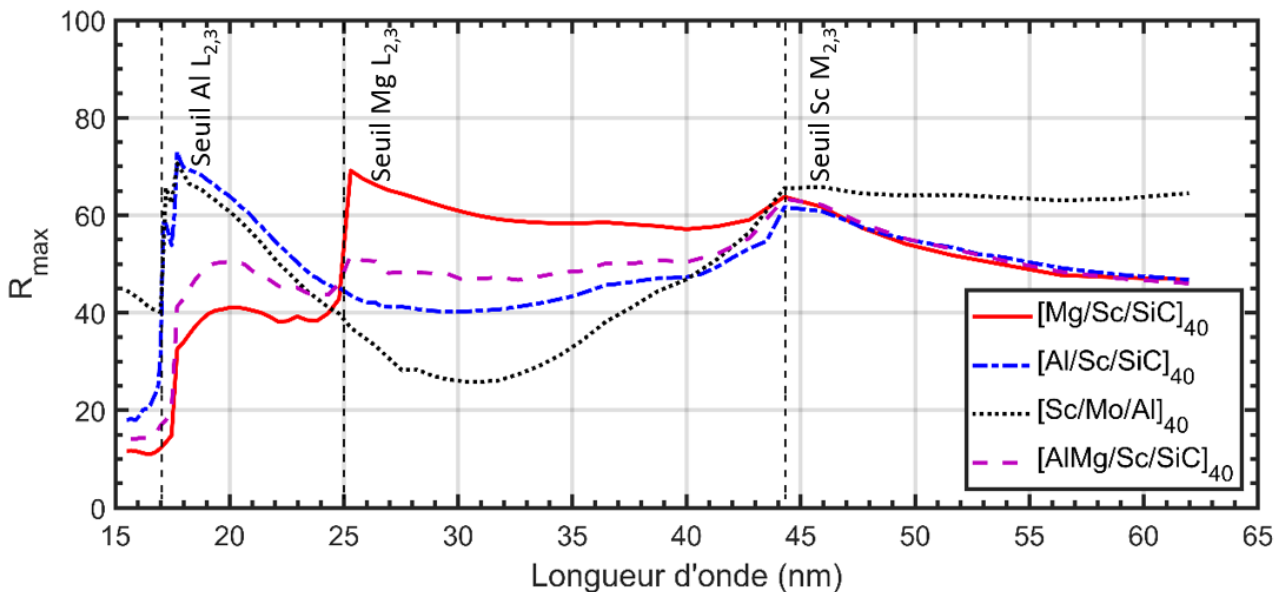


Figure 92. Calculs d'optimisation des réflectivités maximales idéales dans l'EUV pour Al/Sc/SiC, Mg/Sc/SiC, Sc/Mo/Al et AlMg/Sc/SiC

Tableau 25. Valeurs de réflectivité et d'épaisseurs théoriques optimisées pour différentes structures multicouches périodiques à 3 matériaux à 44,3 nm de longueur d'onde

Multicouche [1/2/3]	Réflectivité (%)	Epaisseur 1 (nm)	Epaisseur 2 (nm)	Epaisseur 3 (nm)
[Mg/Sc/SiC] ₅₀	63,8	11,71	7,17	4,04
[Al/Sc/SiC]	61,6	10,41	9,35	3,83
[AlMg/Sc/SiC]	63,4	11,25	8,57	3,71
[Mo/Al/Sc]	65,6	4,28	8,03	10,60

On constate effectivement qu'un troisième matériau augmente sensiblement les performances théoriques de l'ensemble des multicouches simulées dans l'EUV. On s'intéressera particulièrement à Al/Sc/SiC, AlMg/Sc/SiC et Sc/Mo/Al dans la suite des travaux présentés car chacune de ces combinaisons est inédite à notre connaissance, et semble prometteuse pour atteindre des réflectivités supérieures à 50% au-delà de 40 nm de longueur d'onde. On restera cependant prudents dans nos attentes sachant les incertitudes de la plupart des indices optiques tabulés dans cette région du spectre et seuls les développements expérimentaux nous permettront de déterminer les performances réelles de ces structures. Des conditions aux interfaces comme l'interdiffusion, la rugosité ou encore l'oxydation peuvent fortement nuire aux propriétés optiques des revêtements multicouches dans l'EUV, alors il sera intéressant de mener plusieurs types d'analyse afin de déterminer toutes ces propriétés.

2. ETUDE D'ÉCHANTILLONS MULTICOUCHES PÉRIODIQUES AL/SC ET ALMG/SC

2.1. Plan d'expérience

Pour commencer notre étude, nous avons fabriqué plusieurs multicouches périodiques Al/Sc, en faisant varier les épaisseurs, la période, le nombre de périodes ou encore l'ordre de dépôt des matériaux (Tableau 26). Les épaisseurs visées pour les couches individuelles d'Al et de Sc varient de 5 nm à 20 nm. Tous les échantillons sont protégés par une couche de 3 nm de SiC. Toutes les multicouches Al/Sc (respectivement AlMg/Sc) possèdent 10 périodes à l'exception de l'échantillon #8026 (respectivement #9020) qui en possède 40. L'objectif à ce stade n'est pas encore d'obtenir la plus haute réflectivité possible, mais d'étudier expérimentalement l'évolution de la réponse optique et de la structure en fonction des différents paramètres de fabrication. Tous les échantillons ont été déposés par pulvérisation cathodique magnétron dans la machine Plassys MP800 du LCF (cf. Chapitre 2. Moyens expérimentaux et méthodes). Notons que nous avons déposé les couches minces AlMg à l'aide d'une cible unique de l'alliage AlMg dans ces travaux, par opposition à la co-pulvérisation de deux cibles Al et Mg que l'on trouve dans les références [90,107].

Tableau 26. Structure et épaisseurs (en nanomètre) visées des multicouches périodiques [Al/Sc]

	#	ML	$d_{Al\ target}$	$d_{Sc\ target}$	d_{Top}	$D_{ML\ target}$
Multicouches Al/Sc	8026	[Al/Sc] ₄₀ / SiC	5	5	3	10
	8027	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	5	5	3	10
	8028	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	10	10	3	20
	8029	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	15	15	3	30
	8030	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	20	20	3	40
	8031	[Sc/Al] ₁₀ / SiC	10	10	3	20
	8032	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	5	20	3	25
	8033	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	20	5	3	25
Multicouches AlMg/Sc	9020	[AlMg/Sc] ₄₀ / SiC	5	5	3	10
	9010	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	5	5	3	10
	9014	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	10	10	3	20
	9012	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	15	15	3	30
	9015	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	20	20	3	40
	9016	[Sc/AlMg] ₁₀ / SiC	10	10	3	20
	9018	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	5	20	3	25
	9019	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	20	5	3	25

Dans cette étude, nous avons développé des échantillons AlMg/Sc en suivant le même plan d'expérience que pour les échantillons Al/Sc, afin de pouvoir comparer les performances des deux systèmes en n'ayant changé que le matériau Al par AlMg.

2.2. Caractérisation de la microstructure des multicouches Al/Sc et AlMg/Sc

2.2.1. Réflectométrie X à 8 keV

Tous les échantillons multicouches Al/Sc et AlMg/Sc ont d'abord été mesurés par réflectométrie X en incidence rasante à 8,05 keV directement à l'issue de leur fabrication. Les valeurs d'épaisseurs et de rugosités déduites des ajustements de ces mesures sont présentées dans le Tableau 27. La précision est estimée à 0,01 nm pour l'épaisseur de la période et proche de 0,1 nm pour les épaisseurs individuelles des couches. Les épaisseurs obtenues par ces ajustements sont proches des valeurs visées pour les échantillons Al/Sc et AlMg/Sc. Les modèles utilisés pour ajuster ces mesures indiquent des valeurs de rugosité/diffusion aux interfaces comprises entre 0,5 nm et 0,7 nm pour les échantillons Al/Sc, et jusqu'à 1,2 nm rms pour certaines multicouches AlMg/Sc. A titre d'exemple sur la Figure 93, on schématise l'échantillon [Al/Sc]₁₀/SiC 8028, qui sera analysé par plusieurs méthodes dans la suite de cette section, avec ses paramètres déterminés selon les mesures de réflectométrie X en incidence rasante.

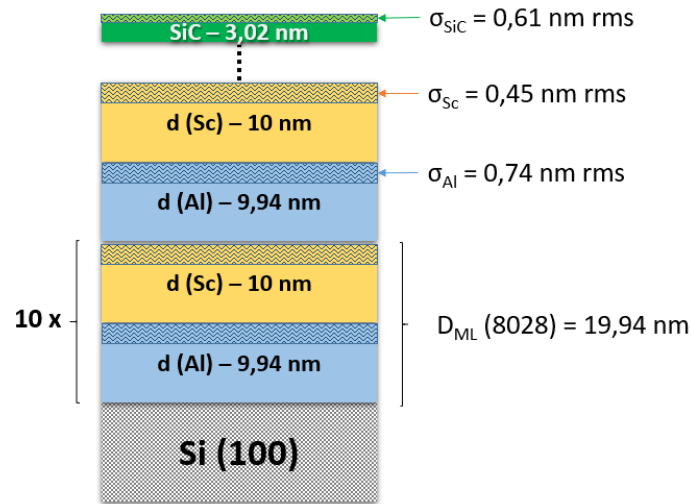


Figure 93. Schéma de l'échantillon multicouche $[Al/Sc]_{10}/SiC$ dont les épaisseurs et les rugosités de surface et d'interface ont été mesurées par RRX à 8 keV. On représente ici tous les paramètres que l'on retrouve dans le Tableau 27 de façon similaire à tous les autres échantillons traités dans cette section

Tableau 27. Valeurs d'épaisseur et de rugosité des échantillons multicouches Al/Sc et AlMg/Sc déterminées d'après les mesures de réflectométrie X en incidence rasante. Toutes les valeurs sont données en nanomètres.

	#	ML	$d_{Al (AlMg) XRR}$	$d_{Sc XRR}$	$d_{Top XRR}$	$D_{ML XRR}$	$\sigma_{Al (AlMg) XRR}$	$\sigma_{Sc XRR}$	$\sigma_{SiC XRR}$
Multicouches Al/Sc	8026	$[Al/Sc]_{40} / SiC$	4,92	4,95	3,02	9,87	0,77	0,50	0,58
	8027	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	5	4,92	3,03	9,98	0,71	0,46	0,5
	8028	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	9,94	10,00	3,02	19,94	0,74	0,45	0,61
	8029	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	15,04	14,97	3,05	30,01	0,68	0,61	0,66
	8030	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	20,04	19,88	3,02	39,92	0,70	0,53	0,58
	8031	$[Sc/Al]_{10} / SiC$	9,76	10,19	3,09	19,95	0,63	0,51	0,44
	8032	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	5,18	19,42	3,01	24,60	0,71	0,55	0,69
	8033	$[Al/Sc]_{10} / SiC$	20,87	4,21	2,97	25,07	0,72	0,45	0,55
Multicouches AlMg/Sc	9020	$[AlMg/Sc]_{40} / SiC$	5,31	4,35	3,00	9,66	0,43	1,11	0,5
	9010	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	5,65	4,25	2,62	9,9	0,4	0,4	0,5
	9014	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	8,61	11,22	3,00	19,83	1,0	0,68	0,51
	9012	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	14,91	15,1	3,2	30,01	0,74	0,89	0,43
	9015	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	19,63	20,23	3,00	39,86	1,06	1,22	0,48
	9016	$[Sc/AlMg]_{10} / SiC$	7,83	12,32	3,00	20,15	0,6	1,11	0,49
	9018	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	3,59	21,98	3,02	25,57	0,52	0,69	0,49
	9019	$[AlMg/Sc]_{10} / SiC$	20,53	3,56	3,06	24,09	1,2	0,58	0,42

La Figure 94 illustre les ajustements que nous avons effectués sur les mesures pour trois échantillons Al/Sc. Le faible contraste optique entre Al et Sc à 8,05 keV [68] ne permet pas d'obtenir des pics de Bragg clairement définis dans les données de réflectivité mesurées des échantillons Al/Sc. Les modélisations des données de réflectométrie X ont donc été rendues plus difficiles car l'absence de pics de Bragg intenses ne garantit pas l'unicité de la solution recherchée par l'algorithme de LEPTOS (cf. Chapitre 2). On s'est donc attaché à trouver un ensemble de solutions cohérentes pour l'ensemble des échantillons. Le bon accord entre les valeurs théoriques et expérimentales des intensités des pics de Bragg successifs indique néanmoins une bonne qualité des couches déposées et de leur périodicité pour les échantillons mesurés.

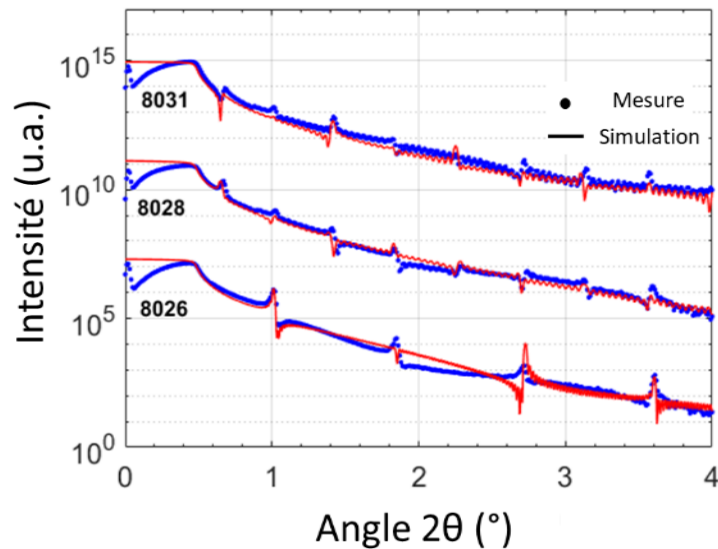


Figure 94. Mesures et modélisations des échantillons Al/Sc 8026, 8028 et 8031 obtenus par réflectométrie X à 8 keV en incidence rasante

En comparant les spectres expérimentaux et simulés de réflectométrie X en incidence rasante des échantillons 8028 et 8031 qui ne diffèrent que par l'ordre de dépôt des couches dans leurs structures (Figure 94), on observe l'inversion de certains pics de Bragg qui est bien reproduite sur les simulations. Nous verrons plus tard que l'ordre de dépôt joue un rôle significatif sur les performances optiques dans l'EUV du couple de matériau Al/Sc.

Par ailleurs, on compare les spectres de réflectométrie X de quelques échantillons équivalents Al/Sc et AlMg/Sc sur la Figure 95. On notera que le contraste d'indice plus marqué entre AlMg et Sc exacerbe l'intensité des pics de Bragg sur les mesures des échantillons AlMg/Sc. Néanmoins, il semble y avoir un léger élargissement des pics de Bragg sur certaines courbes de AlMg/Sc (9010 par exemple) que l'on n'observe pas autant pour Al/Sc. Cela pourrait indiquer une irrégularité dans la structure AlMg/Sc mais encore une fois, de plus amples analyses seraient nécessaires pour le confirmer.

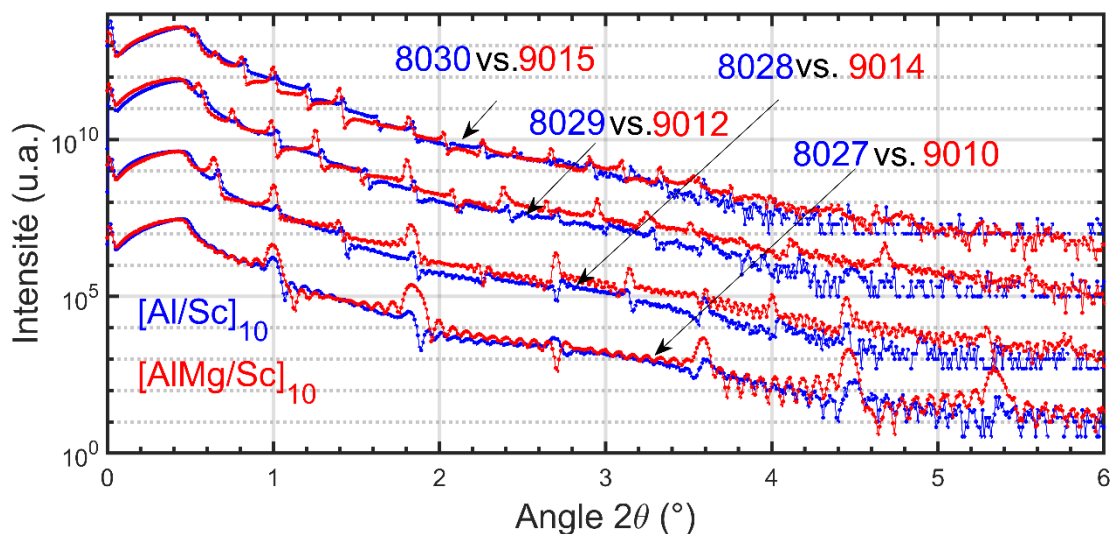


Figure 95. Mesures de réflectométrie X rasante à 8 keV des échantillons [AlMg/Sc] comparées aux mesures des échantillons équivalents [Al/Sc]

2.2.2 Diffraction X aux grands angles

Comme les performances optiques des miroirs multicouches dans l'EUV peuvent être affectées par leur structure cristalline, nous avons eu recours à la diffraction X aux grands angles (DRX) qui permet d'identifier les phases et orientations cristallines pouvant exister dans nos échantillons multicouches Al/Sc et AlMg/Sc. Cette technique sera complétée par les données obtenues par diffraction d'électrons dans la section suivante sur les échantillons Al/Sc. On analyse ici les échantillons multicouches aux épaisseurs asymétriques (c'est-à-dire avec les épaisseurs des deux matériaux différentes) pour révéler les phases cristallines spécifiques de Al, Sc, AlMg et éventuellement d'alliages pouvant exister aux interfaces. Les échantillons asymétriques sont :

- Pour Al/Sc : **8032** (5,18nm / 19,42 nm) et **8033** (Al 20,87 nm / Sc 4,21 nm) (Figure 96),
- Pour AlMg/Sc : **9018** (3,59 nm / 21,98 nm) et **9019** (20,53 nm / 3,56 nm) (Figure 97).

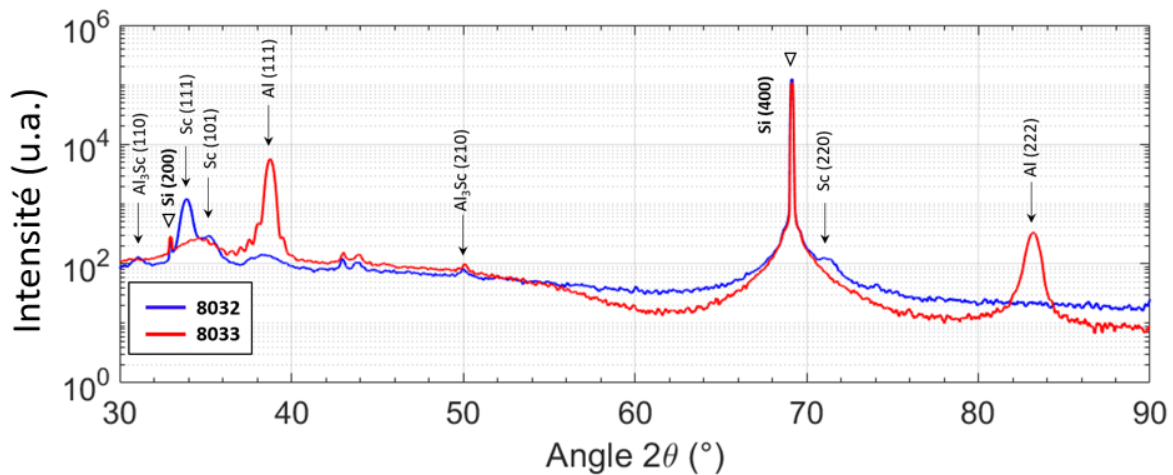


Figure 96. Analyse par diffraction X aux grands angles des échantillons multicouches Al/Sc 8032 et 8033 de 30° à 90°

Sur la Figure 96, on peut identifier le pic caractéristique du substrat Si (100) à 69,15° accompagné du pic de réflectivité « interdit » (200) à 33° [113] pour les deux échantillons 8032 et 8033. Dans les données DRX de l'échantillon Al/Sc 8033 contenant plus d'aluminium que de scandium, on constate clairement la cristallisation de l'aluminium avec la raie spectrale (111) à 38,5° et (222) à 83,3°, mais on ne distingue pas de raies caractéristiques de la cristallisation du scandium. Par ailleurs, l'échantillon Al/Sc 8032 contenant plus de Sc que de Al présente trois raies d'émission pour le Sc : Sc (111) à 33,9°, Sc (101) à 35° et Sc (220) à 70,94° à proximité du pic principal du substrat Si (100). On note aussi que l'échantillon 8032 présente un faible signal à la position de la raie Al (111) qui est caractéristique d'un état polycristallin. On retrouve ce même type de signal à l'emplacement des raies Sc (111) et Sc (101) pour l'échantillon 8033, indiquant du Sc à l'état polycristallin. Sur les deux jeux de données, nous avons déterminé au moins une réflexion liée à l'alliage Al₃Sc : Al₃Sc (110) et (210) pour l'échantillon 8032, et (210) seulement pour l'échantillon 8033.

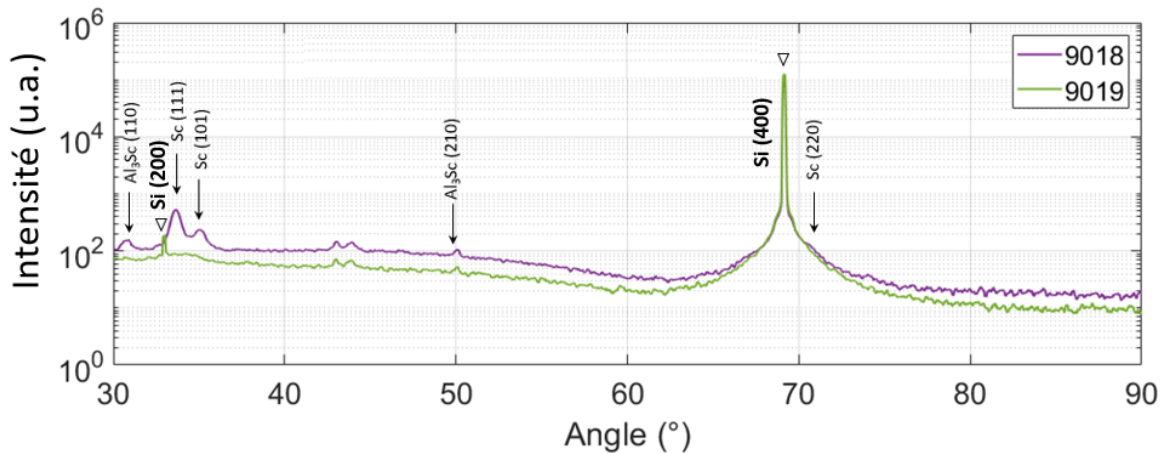


Figure 97. Analyse par diffraction X aux grands angles des échantillons multicouches AlMg/Sc 9018 et 9019 de 30° à 90°

En ce qui concerne les échantillons AlMg/Sc, comme pour les structures Al/Sc, on observe clairement le pic caractéristique du substrat Si (100) à 69,15° accompagné du pic de réflectivité (200) à 33° [113] pour les deux échantillons 9018 et 9019 (Figure 97). La principale différence avec le système multicouche Al/Sc, c'est qu'aucun pic caractéristique de l'aluminium n'est mesuré dans le cas des multicouches AlMg/Sc. On peut en déduire que l'alliage AlMg reste amorphe contrairement aux couches d'Al dans ces structures. Le scandium quant à lui apparaît une fois encore pour l'échantillon 9018 qui contient plus de Sc que de AlMg sous l'aspect des mêmes réflexions que précédemment : Sc (111) à 33,9°, Sc (101) à 35°, et on note un faible épaulement Sc (220) à 70,94° à proximité du pic principal du substrat Si (100). Par ailleurs, on constate aussi sur les deux spectres au moins un pic caractéristique de l'alliage Al₃Sc avec Al₃Sc (110) et (210) pour l'échantillon 9018, et (210) seulement pour l'échantillon 9019.

2.2.3 Microscopie électronique en transmission et diffraction électronique

Pour compléter notre étude sur la structure de nos échantillons, nous avons eu recours à la microscopie électronique en transmission (TEM) pour caractériser l'état des couches et des interfaces de nos échantillons Al/Sc 8028 et 8031. Nous n'avons pas procédé à l'analyse TEM des échantillons AlMg/Sc par manque de temps mais également par choix au vu des résultats obtenus par les mesures de réflectivité dans l'EUV présentées dans la suite de ce chapitre (voir 2.3.2. Performances des multicouches AlMg/Sc dans l'EUV).

- **Imagerie en champ clair**

Pour aller plus loin dans l'analyse, nous avons effectué les mesures de microscopie électronique sur une lame du 8028 préparée par polissage mécanique par nos soins. Nous avons également essayé d'obtenir des clichés du 8031 préparé par polissage mécanique, mais malheureusement la lame du 8031 s'est avérée inexploitable pour l'observation au TEM. Nous avons alors décidé de faire préparer par FIB par l'entreprise ELEMCA des lames de ces deux échantillons (8028 et 8031) que nous avons pu observer. On rappelle que la préparation par polissage manuel des lames minces transparentes aux électrons est une procédure qui demande beaucoup de temps et de minutie, et que le résultat n'est pas toujours garanti à cause de la complexité de la procédure et de la fragilité de l'échantillon. On précise également que la lame du 8028 obtenue par polissage mécanique a été préparée et mesurée environ 6 mois après la fabrication par pulvérisation cathodique de l'échantillon, et les deux autres lames FIB ont été préparées et analysées près d'un an et demi après la fabrication. On peut ainsi non seulement observer les structures de nos multicouches selon l'ordre de dépôt Al/Sc (8028) ou Sc/Al (8031), mais également comparer les résultats obtenus par deux techniques de préparation différentes, et constater l'évolution temporelle de la structure multicouche.

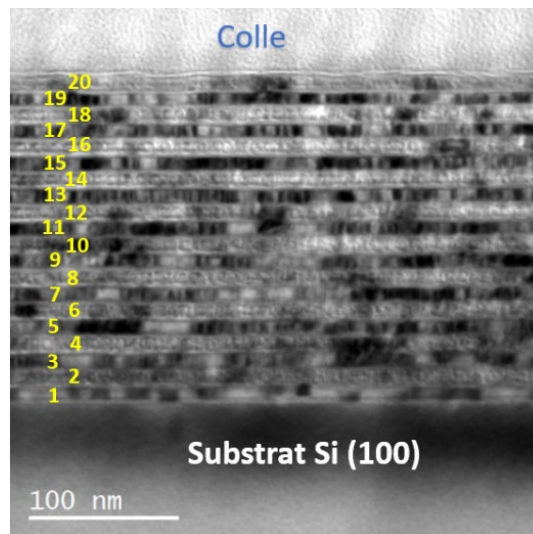


Figure 98. Image TEM en champ clair de 8028 [Al/Sc]₁₀ préparé par polissage mécanique. Les couches paires correspondent aux couches de scandium, et les couches impaires sont en aluminium.

La Figure 98 montre des sections transverses obtenues pour l'échantillon 8028 préparé par polissage mécanique, avec différents grossissements. Les couches d'aluminium et de scandium sont clairement visibles du substrat jusqu'à la surface de l'échantillon. Les couches d'aluminium apparaissent plus sombres que le scandium. On distingue aussi des structures colonnaires dans les couches Al, alors que le Sc semble essentiellement amorphe. La Figure 99 (b) correspond à la zone délimitée en jaune de la Figure 99 (a). Le profil en niveaux de gris superposé à l'image (b) résulte de l'intégration sur toute l'aire sélectionnée. Il permet de mettre en évidence l'existence d'une couche intermédiaire à chaque interface Al-Sc et Sc-Al dont l'épaisseur semble atteindre au maximum 3 nm.

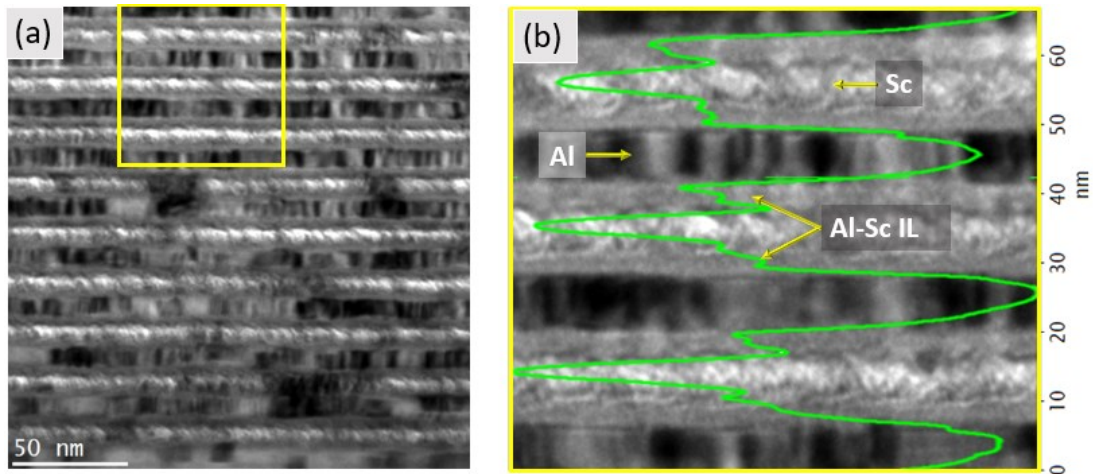


Figure 99. Images de microscopie électronique en transmission en champ clair de l'échantillon 8028 $[Al/Sc]_{10}$ préparé par polissage mécanique sur tripode plan. L'image (a) est un grossissement x50k et (b) x100k de la zone sélectionnée sur (a). Des structures colonnaires sont nettement visibles sur les deux images dans les couches d'aluminium, tandis que le scandium semble plus amorphe. Les niveaux de gris tracés sur (b) mettent en évidence les couches d'interface Al-Sc.

Un an et demi plus tard et préparé par une autre technique, on distingue toujours les différentes couches de la structure de 8028 (Figure 100 (a), (b) et (c)). Le contraste au sein des couches d'Al correspond encore aux structures colonnaires observées sur les images TEM précédentes, et on voit à nouveau les couches intermédiaires aux interfaces (c). On observe aussi un effet de la technique de préparation notamment sur la Figure 100 (a), où on voit que les 3 couches les plus proches du substrat sont peu discernables. Pour en déterminer la cause, nous avons effectué une mesure EDX en balayant le revêtement verticalement du substrat à la surface et nous avons déterminé qu'il s'agissait d'un dépôt de gallium suite à la préparation FIB. De plus, en imagerie les interfaces semblent moins bien définies qu'avec la préparation manuelle. Dans le but de limiter ces effets de préparations, l'échantillon suivant (8031) a été préparé par FIB avec des courants plus faibles.

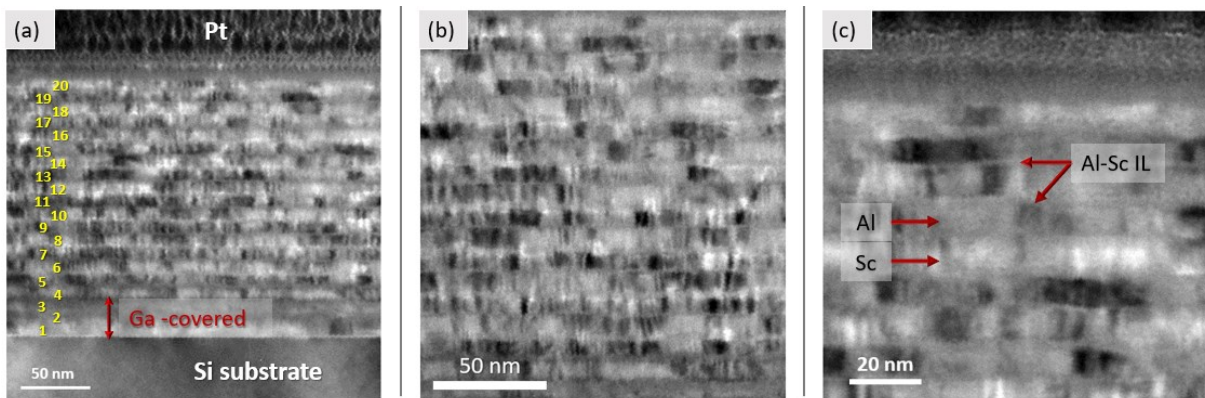


Figure 100. Images TEM en champ clair de 8028 $[Al/Sc]_{10}$ préparé par FIB – Elemca

L'échantillon 8031 dont l'ordre des couches est inversé par rapport au 8028, a lui aussi été préparé par FIB un an et demi après sa fabrication. Les images TEM de la Figure 101 (a), (b) et (c) indiquent que les couches Al et Sc sont toujours distinctes du substrat jusqu'à la surface de l'échantillon et que les couches intermédiaires sont elles aussi toujours visibles (c). Pour cet échantillon, contrairement au précédent, la technique de préparation par FIB n'a pas induit de dépôt de gallium, et on distingue

même la fine couche de protection en SiC de 3 nm à la surface du revêtement.

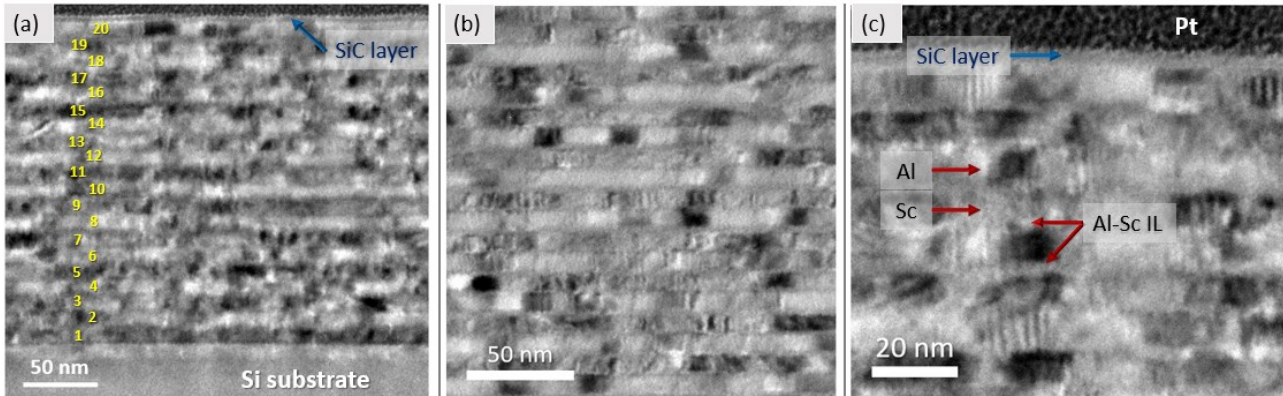


Figure 101. Images TEM en champ clair de 8031 [Sc/Al]₁₀ préparé par FIB – Elemca

D'après ces trois séries d'images TEM, on peut déjà conclure que la structure multicouche Al/Sc semble robuste aux différentes techniques de préparation et au vieillissement.

- EDX

En complément de l'imagerie des échantillons multicouches, nous avons utilisé le mode d'analyse EDX du microscope qui consiste à détecter les raies d'émission caractéristiques des éléments qui nous intéressent en balayant les couches de l'échantillon du substrat vers la surface sur quelques dizaines de nanomètres. Nous avons ainsi pu obtenir le profil chimique des couches d'aluminium et de scandium pour les lames minces préparées au FIB du 8028 et du 8031 (Figure 102).

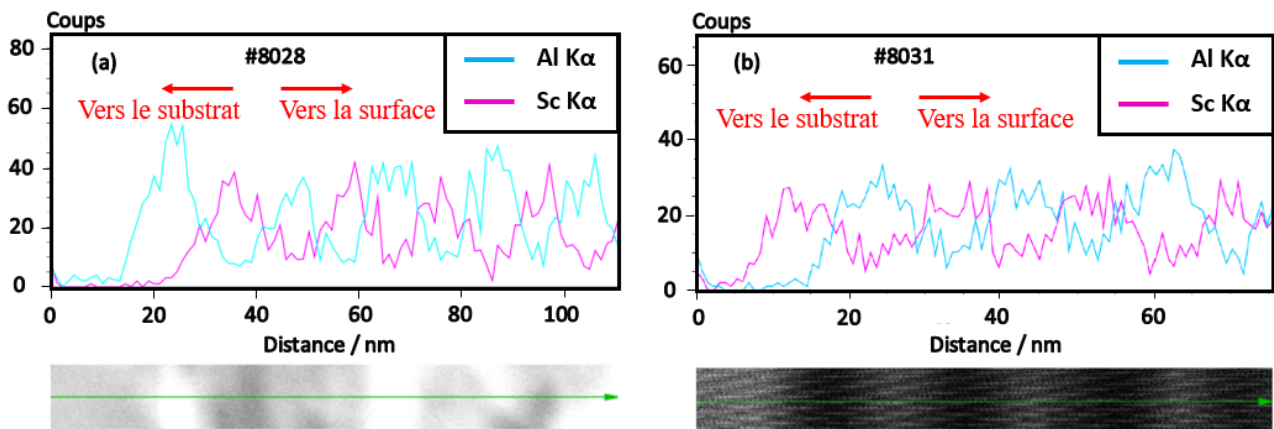


Figure 102. Profil EDX des lames minces associées aux échantillons multicouches Al/Sc 8028 (a) et Sc/Al 8031 (b)

Cette analyse nous a permis de confirmer que les couches minces au sein de la structure sont restées intactes suite à la préparation FIB et ce, plus d'un an après leur fabrication. Néanmoins, la résolution de cette technique n'a pas permis de distinguer les couches d'interfaces intermédiaires que l'on a pu observer sur les images en champ clair.

- Diffraction électronique

Le mode d'analyse par diffraction d'électrons du microscope nous a permis de caractériser quantitativement différentes cristallisations des échantillons multicouches Al/Sc en complément des résultats de la diffraction X. On rappelle que chaque point brillant correspond à la projection d'une orientation cristalline dans l'espace réciproque de la sphère d'Ewald qui est bien plus grande pour les électrons que pour les rayons X étant donné que la longueur d'onde associée aux électrons est environ 100 fois plus courte que celle des rayons X. De ce fait, les motifs de diffraction peuvent être obtenus quasiment instantanément, et plus de réflexions peuvent être observées par cette technique que par la diffraction X. Cependant, cette technique reste plus difficile que la diffraction X pour identifier les différentes réflexions parce que la diffusion électronique joue un rôle significatif sur les intensités des motifs, et c'est pourquoi il est intéressant d'utiliser ces données en complément de l'analyse par diffraction X.

Sur les images de diffraction, la tâche centrale correspond au faisceau direct, les tâches brillantes réparties autour sont associées aux orientations cristallines, et les cercles diffus sont caractéristiques des phases amorphes. Pour une phase polycristalline, les tâches se répartissent le long d'un cercle fin dont la distance au centre est indicative du paramètre de maille du cristal correspondant. On constate aussi sur ces images que l'intensité des tâches n'est pas homogène. Cela est dû à la préparation des échantillons, l'épaisseur de la lame n'étant pas la même sur toute la surface exposée aux électrons.

La distance mesurée entre la tâche centrale et la tâche d'intérêt est une valeur en 1/nm qui peut être utilisée pour déterminer la distance inter-réticulaire (d_{hkl}) du cristal correspondant. Par ce principe et par des comparaisons adaptées avec les bases de données de diffraction, nous avons commencé l'analyse en identifiant les orientations cristallines du substrat de silicium (100) (Figure 103 (a), Figure 104 (a) et Figure 107 (a)) pour l'utiliser comme repère pour toutes les autres identifications qui nous intéressent.

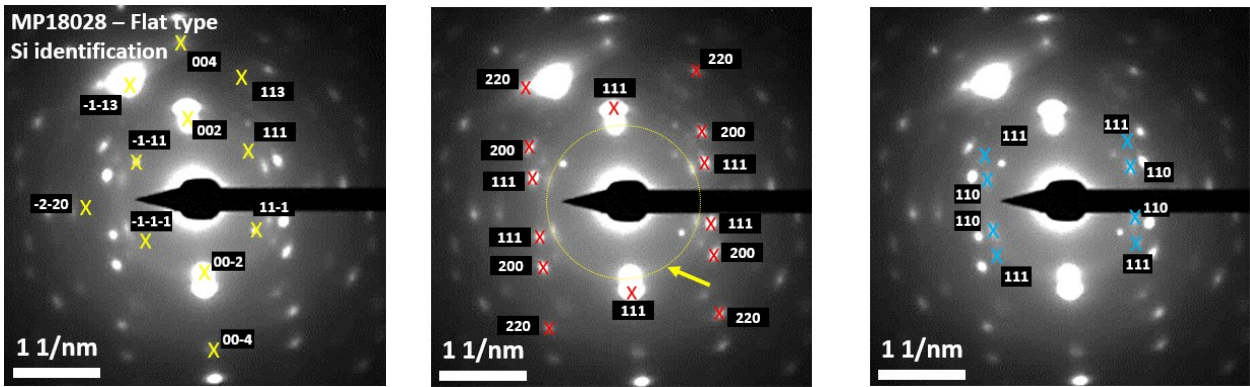


Figure 103. Clichés de diffraction électronique de l'échantillon multicouche Al/Sc 8028 préparé par polissage mécanique sur tripode plan avec identification des orientations cristallines pour Si (a), Al (b) et Al_3Sc (c). Les couches de scandium sont essentiellement amorphes et apparaissent sous l'aspect de cercle diffus comme indiqué sur (b).

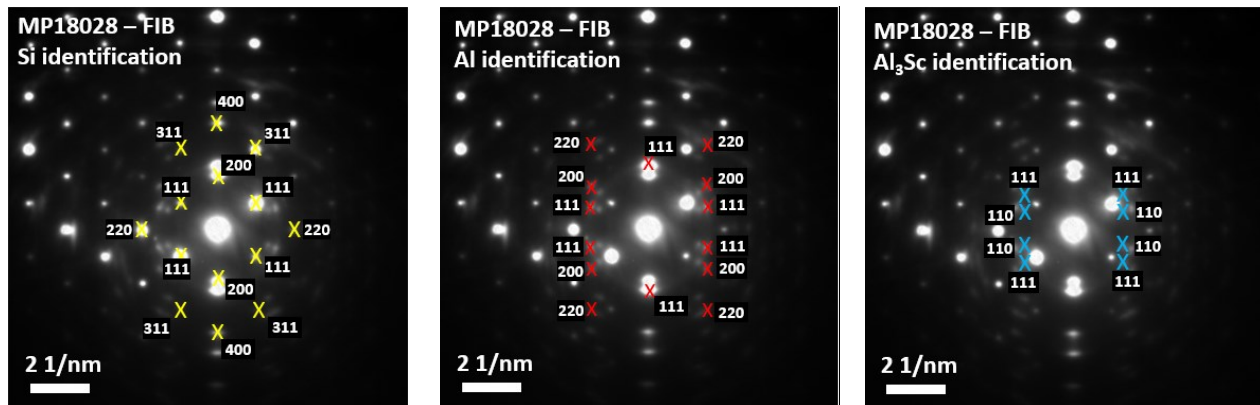


Figure 104. Clichés de diffraction électronique de l'échantillon multicouche Al/Sc 8028 préparé par FIB avec identification des orientations cristallines pour Si (a), Al (b) et Al_3Sc (c).

La diffraction d'électrons de la lame mince 8028 préparée par polissage mécanique (Figure 103b), a révélé des orientations cristallines (111), (200) et (220) pour l'aluminium qui peuvent être corrélées aux structures colonnaires observées sur les images en champ clair. Parallèlement, le cercle diffus qui apparait sur ces clichés correspond certainement au scandium amorphe étant donné qu'aucune tâche de diffraction n'a pu être identifiée en lien avec cet élément. Nous avons aussi identifié des réflexions liées à l'alliage Al_3Sc pour les orientations (111) et (110) (Figure 103c).

Par ailleurs, la diffraction électronique de ce même échantillon préparé par FIB un an plus tard a révélé exactement les mêmes orientations cristallines comme on peut le constater sur les trois clichés composant la Figure 104. Le Tableau 28 comporte le détail de toutes les identifications réalisées de l'échantillon multicouche 8028 pour ses deux lames minces préparées par polissage mécanique et par FIB.

Tableau 28. Valeurs mesurées et théoriques des distances inter-réticulaires déterminées par diffraction d'électrons pour l'échantillon multicouche Al/Sc 8028 préparé par polissage mécanique et par FIB. L'erreur calculée correspond à la formule : $(d_{théorique} - d_{exp} / d_{théorique}) * 100$

	Élément	$d(hkl)_{exp}$ (Å)	$d(hkl)_{théorie}$ (Å)	Identification	Erreur
8028 Al/Sc Polissage mécanique	Si	2,7439	2,7154	Si (200)	-1,05%
		3,1513	3,1355	Si (111)	-0,50%
		1,9330	1,9201	Si (220)	-0,67%
		1,6544	1,6375	Si (311)	-1,03%
		1,3720	1,3577	Si (400)	-1,05%
	Al	2,32919	2,32897	Al (111)	-0,01%
		2,0307	2,024	Al (200)	-0,33%
		1,459	1,431	Al (220)	-1,97%
	Al ₃ Sc	2,368421053	2,36771	Al ₃ Sc (111)	-0,03%
		2,884615385	2,89984	Al ₃ Sc (110)	0,53%
8028 Al/Sc Polissage FIB	Si	2,7222	2,7154	Si (200)	-0,25%
		3,1276	3,1355	Si (111)	0,25%
		1,9342	1,9201	Si (220)	-0,73%
		1,6517	1,6375	Si (311)	-0,87%
		1,36617	1,3577	Si (400)	-0,62%
	Al	2,333	2,32897	Al (111)	-0,19%
		2,0417	2,024	Al (200)	-0,87%
		1,4384	1,431	Al (220)	-0,51%
	Al ₃ Sc	2,370967742	2,36771	Al ₃ Sc (111)	-0,14%
		2,893700787	2,89984	Al ₃ Sc (110)	0,21%

Des échantillons multicouches Al/Mo/SiC développés pour le Full Sun Imager de Solar Orbiter (Chapitre 4) avaient également été analysés par microscopie électronique en transmission et par diffraction électronique en 2010 dans le cadre des travaux de postdoctorat de Ahmed Ziani. Ces échantillons avaient été préparés par polissage mécanique sur tripode avec une préparation en biseau, contrairement à la préparation plane des échantillons Al/Sc présentés dans cette étude. La préparation en biseau présente l'avantage de ne pas nécessiter l'étape finale de polissage ionique, donc pas de risque de dégradation ou d'inclusion d'ions dans la structure multicouche, car la surface transparente aux électrons s'obtient directement par la préparation en biseau. Dans l'étude présentée ici, nous avons également essayé de procéder à la préparation d'échantillons Al/Sc en biseau, mais malheureusement, les quelques échantillons traités n'étaient pas exploitables pour l'analyse car ils se sont révélés trop dégradés par la préparation qui reste extrêmement délicate à mettre en pratique.

Cette structure multicouche périodique Al/Mo/SiC est constituée de 25 périodes de 9 nm d'épaisseur, dont 6,4 nm d'Al, 1,4 nm de Mo et 1,1 nm de SiC, soit une épaisseur totale du revêtement de 225 nm. Les observations ont été réalisées en 2010 par Rémi Chassagnon au Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB).

Sur le cliché de microscopie électronique correspondant (Figure 105), on observe les structures colonnaires caractéristiques de l'aluminium comme pour les multicouches Al/Sc. La couche la plus sombre correspond au Mo et on devine une fine couche plus claire et amorphe de SiC à l'interface Al-sur-Mo. Par ailleurs, on retrouve le diagramme caractéristique du substrat de silicium sur le cliché de diffraction électronique, ainsi que les orientations cristallines (111), (200) et (220) de l'aluminium comme pour l'échantillon Al/Sc 8028 (Figure 106).

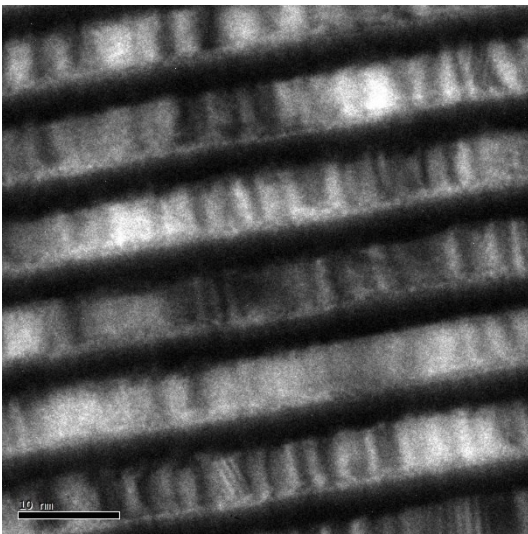


Figure 105. Image de microscopie électronique en transmission de l'échantillon multicouche Al/Mo/SiC étudié par Ahmed Ziani (2010)

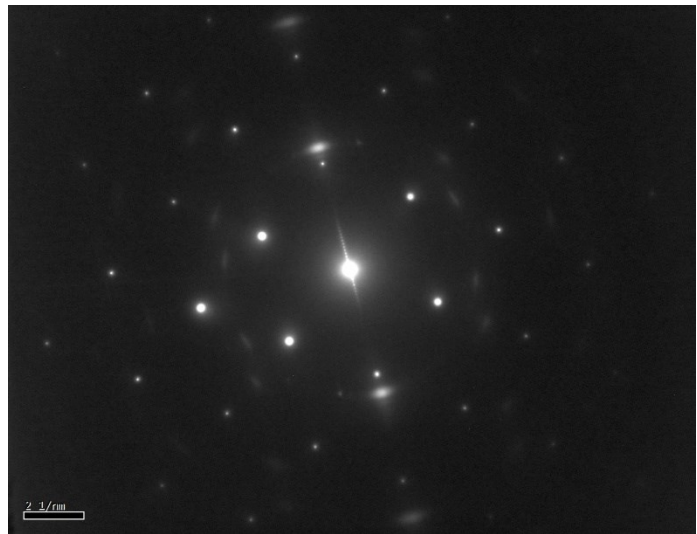


Figure 106. Cliché de diffraction électronique de l'échantillon multicouche Al/Mo/SiC étudié par Ahmed Ziani (2010)

Enfin, la lame mince préparée par FIB pour l'échantillon Sc/Al 8031 a aussi été étudiée par diffraction électronique (Figure 107 (a), (b), (c) et (d)). Les résultats diffèrent des échantillons 8028 car on a identifié des réflexions liées à trois orientations cristallines du scandium mais aucune réflexion claire n'a pu être attribuée à la cristallisation de l'aluminium. Néanmoins, trois orientations cristallines liées à des alliages AlSc ou Al₃Sc ont pu être déterminées. On distingue aussi un cercle diffus assez brillant sur ces clichés ce qui indique que nous avons aussi des phases amorphes de scandium et d'aluminium qui coexistent dans la structure du revêtement. Les résultats des identifications sont explicités dans le Tableau 29. On peut supposer que la nature de la première couche déposée sur le substrat influe sur la structure cristalline des couches suivantes.

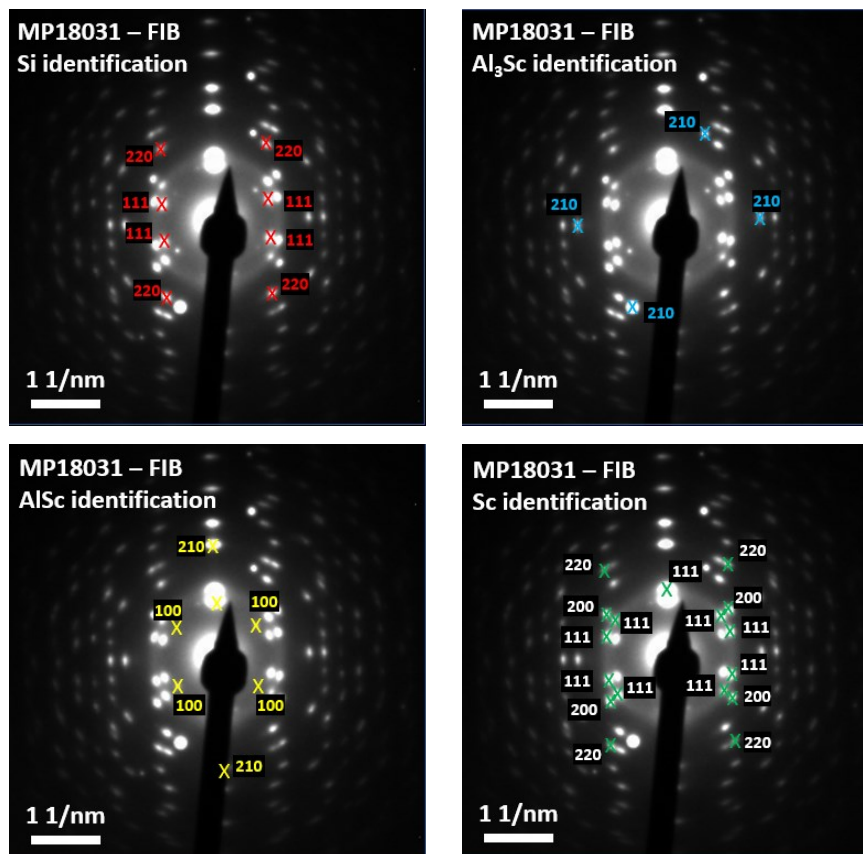


Figure 107. Clichés de diffraction électronique de l'échantillon multicouche Sc/Al 8031 avec identification des orientations cristallines de Si (a), Al_3Sc (b), AlSc (c) et Sc (d)

Tableau 29. Valeurs mesurées et théoriques des distances inter-réculaires déterminées par diffraction d'électrons pour l'échantillon multicouche Sc/Al 8031 préparé par FIB. L'erreur calculée correspond à la formule : $(d_{\text{théorique}} - d_{\text{exp}} / d_{\text{théorique}}) * 100$

	Élément	$d(\text{hkl})_{\text{exp}}$ (Å)	$d(\text{hkl})_{\text{théorie}}$ (Å)	Identification	Erreur
8031 Sc/Al Polissage FIB	Sc	2,6111	2,60962	Sc (111)	-0,06%
		2,2721	2,26	Sc (200)	-0,54%
		1,5848	1,59806	Sc (220)	0,83%
	Si	3,10377	3,1355	Si (111)	1,01%
		1,91279	1,9201	Si (220)	0,38%
	AlSc	3,38477	3,388	AlSc (100)	0,10%
		1,51473	1,51516	AlSc (210)	0,03%
	Al_3Sc	1,831845	1,83402	Al_3Sc (210)	0,12%

- **Bilan des résultats de diffraction X et de TEM**

D'après les images de microscopie électronique en transmission, et les analyses par diffraction d'électrons et de rayons X aux grands angles, des cristaux Al_3Sc apparaissent dans tous les échantillons Al/Sc, et nous pourrions facilement admettre que cet alliage est l'un des principaux composants de la couche intermédiaire existant aux interfaces Al/Sc. De plus, pour les échantillons qui commencent par une couche d'Al, on constate une cristallisation évidente de Al selon l'orientation (111) qui apparaît sous la forme de structures colonnaires dans les images TEM, pour les épaisseurs supérieures à 5 nm. Pour ce type d'échantillons, la cristallisation du Sc a été uniquement identifiée dans les données de diffraction X pour les échantillons 8032 et 9018 comportant des couches de Sc d'environ 20 nm, ce qui suggère que des couches de Sc d'épaisseurs supérieures à 10 nm sont nécessaires pour initier la cristallisation.

2.2.4. Spectrométrie de photoélectrons X

Nous avons eu recours à la spectrométrie de photoélectrons X sur une source de photons incidents de 1486,7 eV (Al $K\alpha$) pour étudier la composition chimique de la surface et des interfaces de nos échantillons 8028 et 8031. Cependant, nous devons souligner que ces mesures restent préliminaires et que nous n'avons pas pu approfondir cette étude à cause de problèmes techniques sur la machine utilisée. De plus, l'interprétation de ces données est très complexe car il s'agit d'une technique d'analyse de surface extrêmement sensible et de nombreux facteurs peuvent induire des variations dans les pics détectés. On parle notamment d'effet de charge, et bien sûr de tous les types de contamination de surface que l'on peut rencontrer. Les problèmes de contamination de surface peuvent généralement être évités en décapant la surface à l'aide d'un faisceau d'ions. Cependant, pour cette étude, nous nous intéressons à la couche de surface et nous avons donc choisi de ne pas décapier les échantillons.

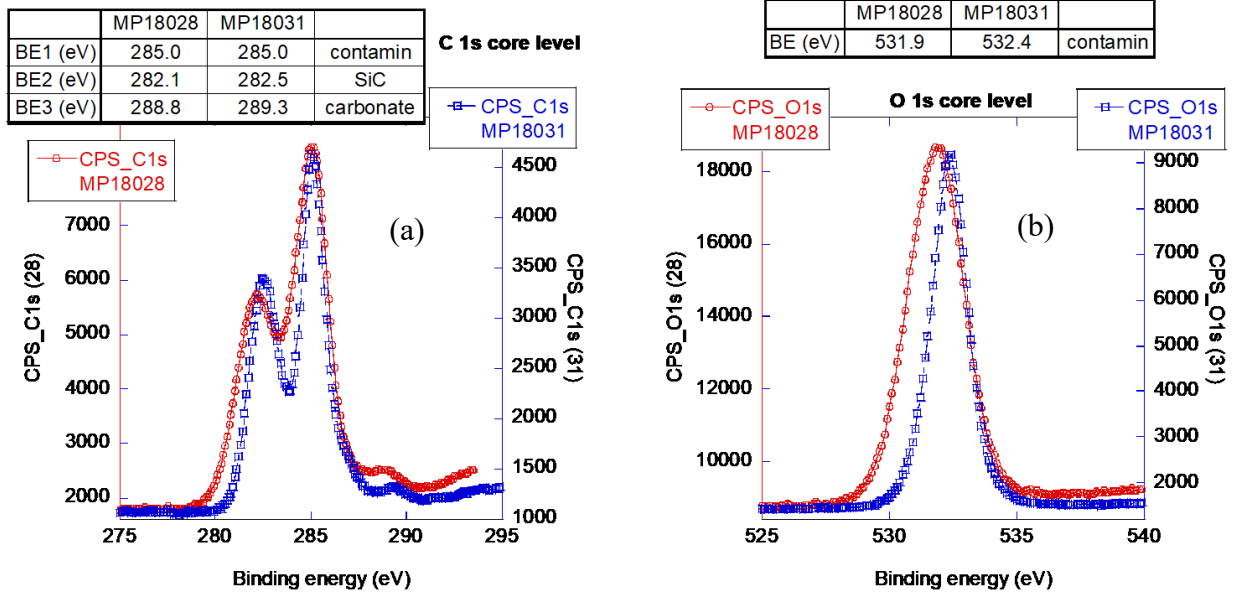


Figure 108. Données XPS des photoélectrons émis par les niveaux de carbone C 1s (a) et d'oxygène O 1s (b) en fonction de leurs énergies de liaison dans les échantillons 8028 Al/Sc et 8031 Sc/Al non-décapés

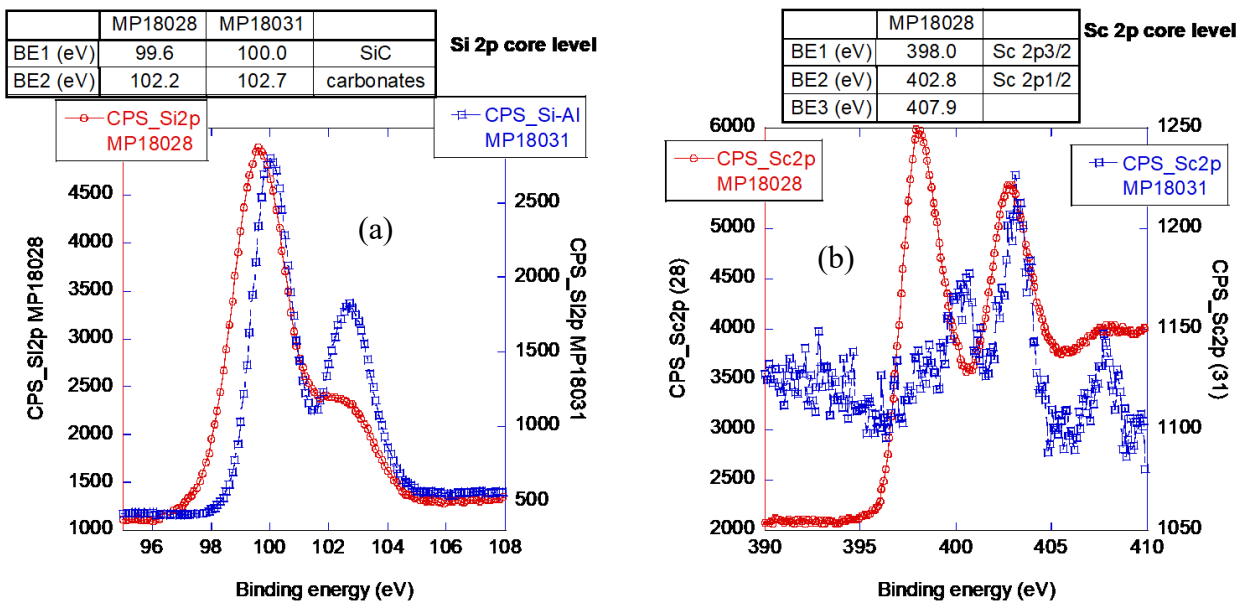


Figure 109. Données XPS des photoélectrons émis par les niveaux du silicium Si 2p (a) et du scandium Sc 2p (b) en fonction de leurs énergies de liaison dans les échantillons 8028 Al/Sc et 8031 Sc/Al non-décapés

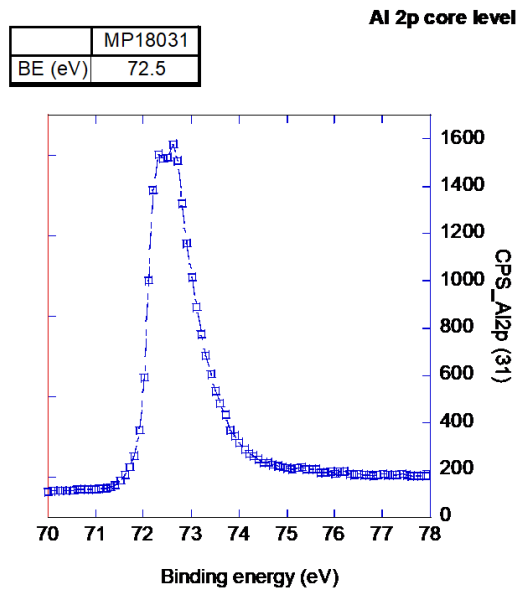


Figure 110. Données XPS des photoélectrons émis par le niveau d'aluminium Al 2p en fonction de leurs énergies de liaison dans l'échantillon 8031 Sc/Al non-décapé

Les mesures XPS sur les échantillons 8028 et 8031 non-décapés indiquent que la contamination de surface des deux échantillons semble assez similaire d'après les pics C 1s et O 1s relevés (Figure 108 (a) et (b)). Le double pic du silicium plus marqué sur 8031 que sur 8028 peut indiquer un effet d'environnement chimique lié à la dernière couche déposée avant la couche de protection SiC (Figure 109 (a)). Sur la Figure 109 (b), les pics d'intensité liés aux photoélectrons Sc 2p $\frac{1}{2}$ et $\frac{3}{2}$ relevés pour chaque échantillon sont très différents. La mesure de 8028 révèle nettement le couple Sc 2p $\frac{1}{2}$ et $\frac{3}{2}$, tandis que le signal mesuré pour 8031 sort difficilement du bruit, du fait de la plus grande profondeur à laquelle se trouve le Sc dans cet échantillon. Néanmoins, on peut estimer que cette mesure révèle une structure plus complexe associée à un environnement chimique bien différent de l'échantillon 8028. Enfin, le pic d'aluminium Al2p n'a pu être détecté que sur l'échantillon 8031 dont la structure se termine par une couche d'aluminium sous la couche de protection SiC (Figure 110). La large traîne de 2-3 eV qui s'étend du côté des grandes énergies de photon pourrait suggérer la présence de carbure, de carbonates et d'oxydes.

En conclusion, les données XPS obtenues pour les échantillons 8028 et 8031 n'indiquent pas d'oxydation ou de contamination anormale des surfaces de nos échantillons ce qui semble en accord avec les analyses précédemment exposées. Les effets de charges et les pannes techniques ne nous ont malheureusement pas permis de tirer plus de conclusions sur la composition des interfaces des échantillons étudiés.

2.3. Réflectivité des systèmes multicouches Al/Sc et AlMg/Sc dans l'EUV

2.3.1. Performances des multicouches Al/Sc dans l'EUV

Dans cette section, nous présentons les performances des échantillons multicouches Al/Sc mesurés au synchrotron ALS sur une large gamme de longueurs d'onde dans l'EUV, ainsi que les modèles que nous avons développés d'après les informations structurales déduites des analyses par TEM, par diffraction électronique et par diffraction X aux grands angles. A ce stade de l'étude, on rappelle que les échantillons Al/Sc analysés n'ont pas été optimisés en épaisseur pour atteindre des réflectivités optimales, et chacun d'eux a été recouvert d'une couche de protection en SiC de 3 nm d'épaisseur. Les résultats expérimentaux sont résumés dans le Tableau 30 pour les multicouches Al/Sc périodiques 8026, 8028, 8030, 8031 et 8033, et les données mesurées avec les modélisations associées sont illustrées alternativement en échelle linéaire et logarithmique (Figure 111 et Figure 112).

Tableau 30. Valeurs expérimentales mesurées à ALS dans l'EUV pour les échantillons Al/Sc

#	ML	R_{exp} (%)	λ_{exp} (nm)	BW_{exp} (nm)
8026	[Al/Sc] ₄₀ / SiC	34.1	19.1	0.65
8028	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	28.4	39.3	5.9
8030	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	27.2	60.6	5.2
8031	[Sc/Al] ₁₀ / SiC	17.6	42.1	7.65
8033	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	36.9	44.3	2.95

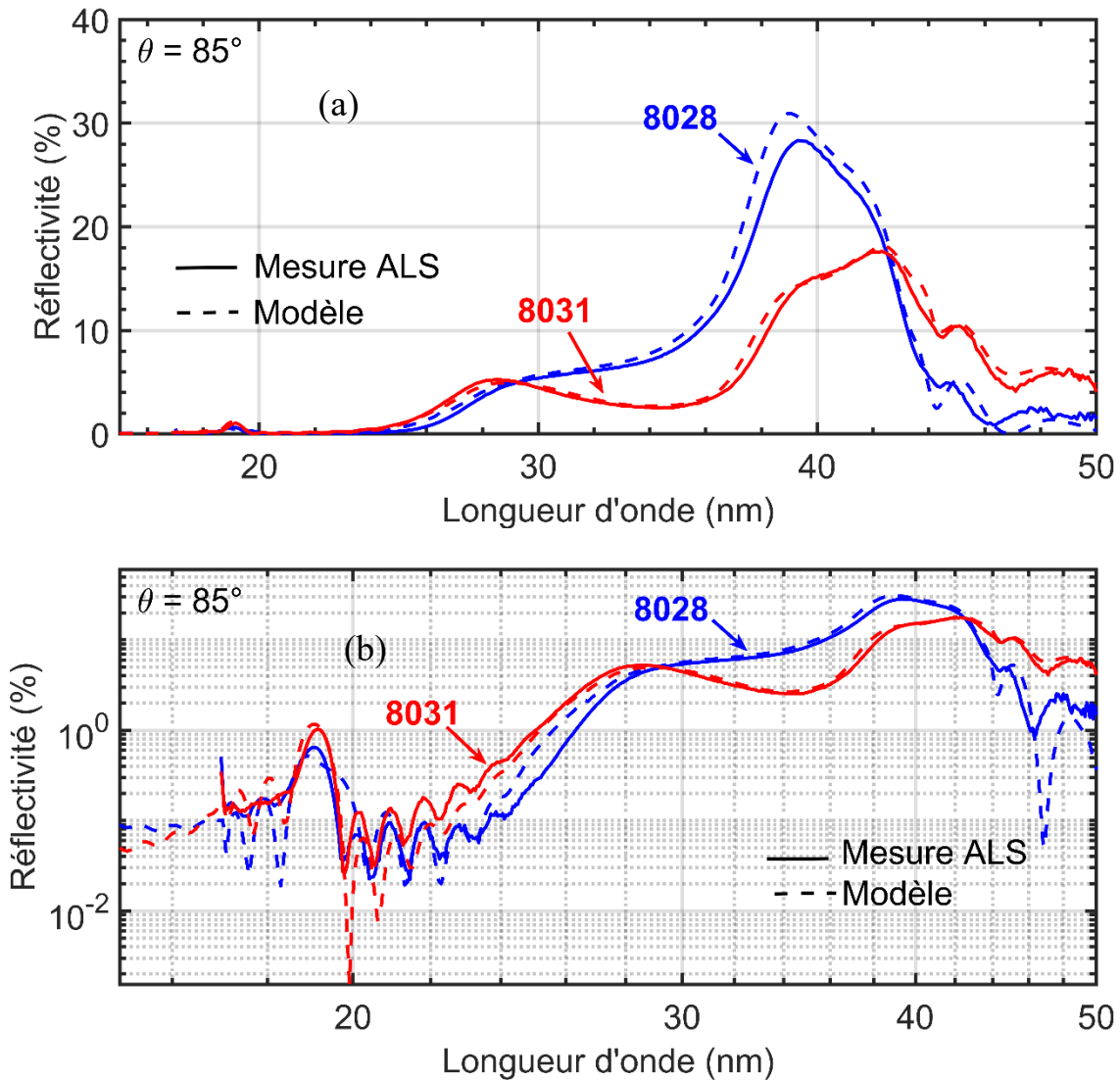


Figure 111. Mesures ALS et modélisations pour les échantillons Al/Sc 8028 et 8031 en incidence quasi-normale ($\theta = 85^\circ$) en échelle linéaire (a) et logarithmique (b) pour indiquer tous les détails mesurés entre 12 nm et 50 nm de longueur d'onde

La comparaison entre les données de réflectivité mesurées dans l'EUV à ALS pour les échantillons 8028 et 8031 est intéressante car ces deux échantillons ont des épaisseurs de couches et une périodicité ($N=10$) identiques. Seul l'ordre de dépôt des couches Al et Sc est inversé. On constate que l'échantillon 8031 [Sc/Al]₁₀ atteint un pic de réflectivité de 17,6% à 42,1 nm, tandis que le 8028 [Al/Sc]₁₀ atteint 28,4% à 39,3 nm. Leurs bandes passantes valent 5,9 nm et 7,65 nm pour 8028 et 8031, respectivement.

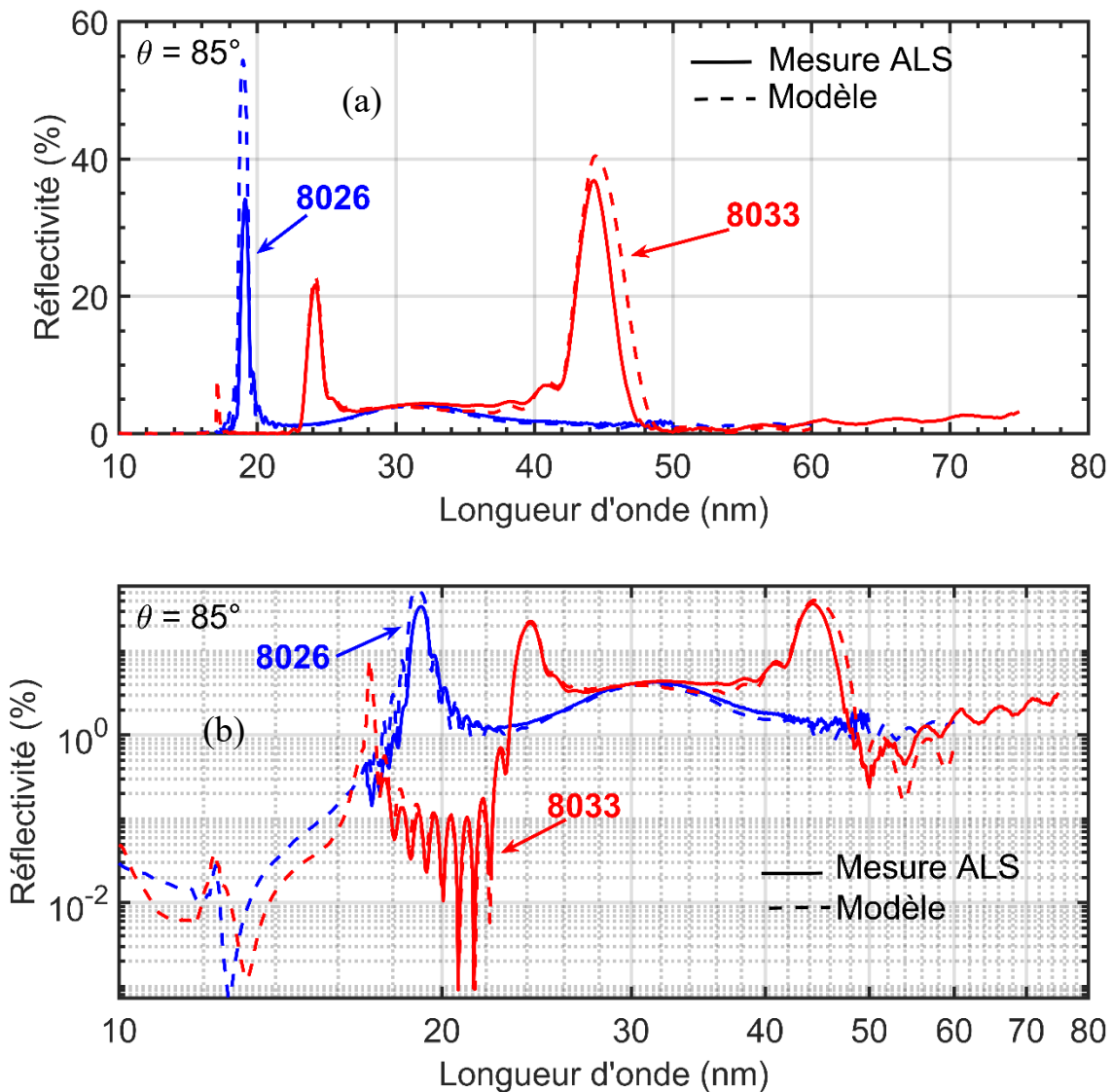


Figure 112. Mesures ALS et modélisations pour les échantillons Al/Sc 8026 et 8033 en incidence quasi-normale ($\theta = 85^\circ$) en échelle linéaire (a) et logarithmique (b) pour indiquer tous les détails mesurés entre 12 nm et 80 nm de longueur d'onde

La mesure de l'échantillon périodique à 40 périodes 8026 indique une réflectivité de 34,1% à 19,1 nm avec une bande passante de 0,65 nm, tandis que l'échantillon asymétrique 8033 présente un pic de réflectivité de 36,9% à 44,3 nm avec un pic secondaire à 22% à 25 nm. Ces deux pics associés au 8033 sont assez sélectifs, et cette configuration pourrait présenter un intérêt pour le développement de miroirs bi-bandes tels que celui développé pour le Full Sun Imager de Solar Orbiter.

En accord avec les données présentées sur la structure des échantillons Al/Sc, nous avons développé des modèles pour chaque échantillon en utilisant la fonction « graded interface » du logiciel IMD (cf. Chapitre 2 – 1.3. Modélisation et optimisation des structures multicouches avec IMD). La variété des données mesurées dans cette étude nous a permis de tester la robustesse de nos modèles dans l'ensemble de la gamme de longueurs d'onde EUV en conservant les valeurs déduites initialement par réflectométrie X à 8 keV.

Les modèles construits pour 8026, 8028 et 8031 sont basés sur les valeurs d'épaisseur et de rugosité déterminées par réflectométrie X en incidence rasante qui restent inchangées pour les modèles EUV (Tableau 27). La première chose qui a dû être ajoutée pour affiner ces modèles est une couche d'oxyde SiO₂ d'environ 1-1,5 nm en surface de la couche protectrice de SiC. Ensuite, comme les observations TEM indiquent l'existence de couches d'interface entre les couches d'aluminium et de scandium, nous avons ajusté nos modèles en ne faisant varier que les paramètres liés à ce nouvel élément, c'est-à-dire la largeur de la couche d'interface implémentée (w_g) et sa distribution dans les couches adjacentes ($0 < X_g < 1$).

Ce procédé a été assez complexe à réaliser étant données les incertitudes persistantes dans les tables d'indices empêchant d'obtenir des simulations précises autour des seuils d'absorption et au-delà de 40 nm de longueur d'onde. Cependant, pour minimiser ces effets, nous avons choisi de nous appuyer principalement sur les zones spectrales les plus fiables loin des seuils d'absorption, et grâce aux structures présentes sur ces mesures étendues nous sommes parvenus à réaliser des simulations très proches des valeurs mesurées. Les valeurs de largeur et de distribution des interfaces Al-sur-Sc et Sc-sur-Al pour les échantillons 8026, 8028, 8031 et 8033 sont indiquées dans les tableaux 31, 32 et 33. Pour les échantillons 8028 et 8031, nous avons trouvé des valeurs compatibles avec les observations réalisées au microscope électronique car les largeurs d'interface de nos modèles sont comprises entre 1,0 et 3,0 nm. Pour les échantillons 8026 et 8033, nous avons pu obtenir un accord simulation-mesure satisfaisant en ajoutant uniquement une couche à l'interface Sc-sur-Al. Notons que ces deux échantillons contiennent des couches plus fines que celles des échantillons mesurés en microscopie électronique : 5 nm pour Al et Sc pour le 8026, et 5 nm de Sc pour le 8033.

D'après les explications données dans le chapitre 2, on peut illustrer ici plus précisément ce qu'implique l'implémentation d'une couche intermédiaire en gradient ($N_g = 1$) à l'interface Sc-sur-Al de 3 nm de largeur (w_g) et à 33% (X_g) incluse dans la couche d'aluminium (ce qui équivaut à 67% dans la couche de scandium), et d'une autre couche intermédiaire à l'interface Al-sur-Sc aussi de 3 nm de largeur et distribuée à 67% dans la couche de scandium (équivalent à 33% dans l'aluminium) pour l'échantillon [Al/Sc]₁₀ 8028 (Figure 113), dont les calculs sont explicités ci-dessous :

Pour l'interface Sc-sur-Al :

$$d'(Al) = d(Al) - w_g \times X_g = 9,94 - 3 \times 0,33 = 8,95 \text{ nm}$$

$$d'(Sc) = d(Sc) - w_g \times (1 - X_g) = 10 - 3 \times (1 - 0,33) = 7,99 \text{ nm}$$

Pour l'interface Al-sur-Sc :

$$d''(Sc) = d'(Sc) - w_g \times X_g = 7,99 - 3 \times 0,67 = 5,98 \text{ nm}$$

$$d''(Al) = d'(Al) - w_g \times (1 - X_g) = 8,95 - 3 \times (1 - 0,67) = 7,96 \text{ nm}$$

On vérifiera toujours que la période (D) de la multicouche reste inchangée en faisant la somme des nouvelles épaisseurs calculées pour les couches d'aluminium et de scandium en prenant en considération l'épaisseur de la (ou les) couche(s) d'interface :

$$D = d(Al) + d(Sc) = d''(Al) + d''(Sc) + 2w_g = d'(Al) + d'(Sc) + w_g$$

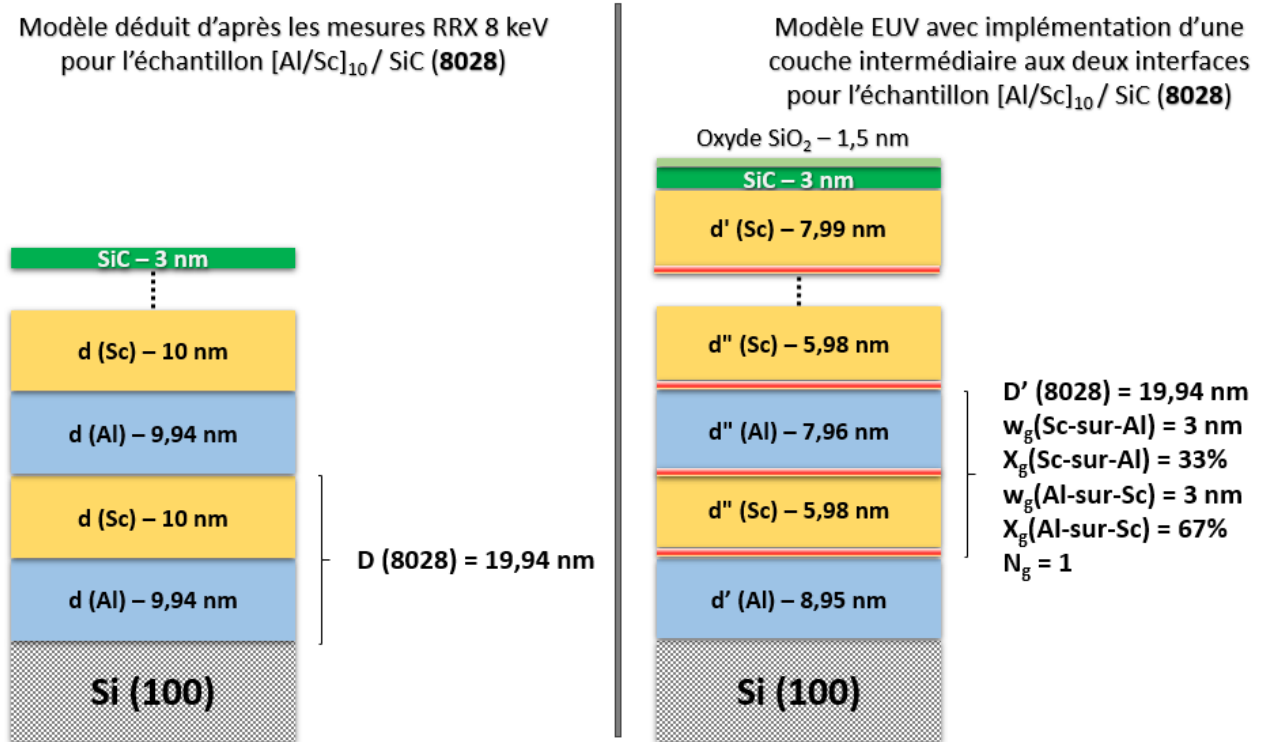


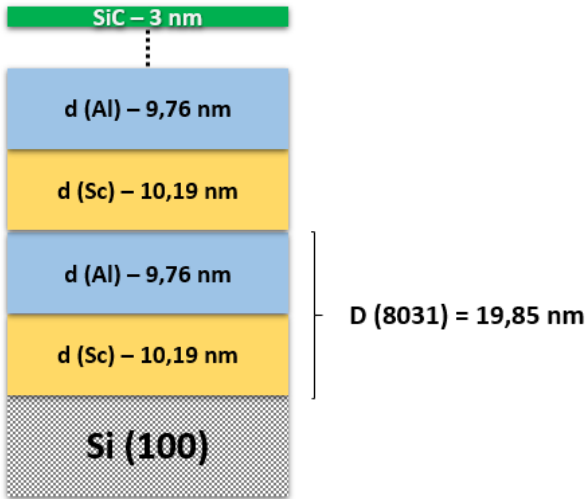
Figure 113. Schémas de la multicouche $[Al/Sc]_{10}$ 8028 : on compare le modèle déduit des mesures RRX 8 keV au modèle EUV développé avec une couche intermédiaire de 3 nm d'épaisseur implémentée aux interfaces Sc-sur-Al et Al-sur-Sc

Tableau 31. Paramètres de largeur et de position des couches intermédiaires implémentées aux interfaces Sc-sur-Al et Al-sur-Sc dans l'échantillon multicouche $[Al/Sc]_{10}$ 8028. On indique également les valeurs calculées des nouvelles épaisseurs des couches Al et Sc induites par ce paramètre supplémentaire.

Interface Sc-sur-Al						
#	Largeur (nm)	Position (%)	d (Al) RRX (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d'(Al) (1ère couche)	d'(Sc) (dernière couche)
8028	3,0 nm	33%	9,94	10	8,95	7,99
Interface Al-sur-Sc						
#	Largeur (nm)	Position (%)	d'(Al) (nm)	d'(Sc) (nm)	d''(Al) (nm)	d''(Sc) (nm)
8028	3,0 nm	67%	8,95	7,99	7,96	5,98

Les échantillons $[Al/Sc]_{10}$ 8028 et $[Sc/Al]_{10}$ 8031 étant nos deux échantillons les plus analysés dans cette première partie de l'étude, nous exposons le détail des résultats et les schémas associés à leurs modèles EUV.

Modèle déduit d'après les mesures RRX 8 keV pour l'échantillon [Sc/Al]₁₀/ SiC (8031)



Modèle EUV avec implémentation d'une couche intermédiaire aux deux interfaces pour l'échantillon [Sc/Al]₁₀/ SiC (8031)

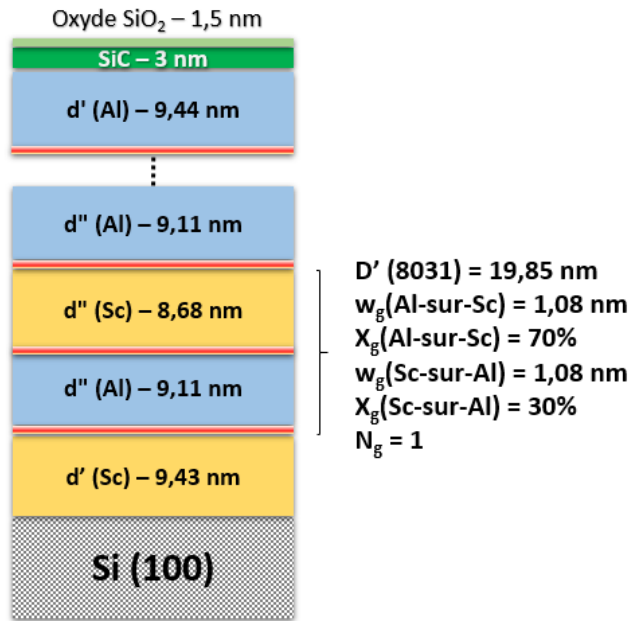


Figure 114. Schémas de la multicouche [Sc/Al]₁₀ 8031 : on compare le modèle déduit des mesures RRX 8 keV au modèle EUV développé avec une couche intermédiaire de 1,08 nm d'épaisseur implémentée aux interfaces Al-sur-Sc et Sc-sur-Al

Tableau 32. Paramètres de largeur et de position des couches intermédiaires implémentées aux interfaces Al-sur-Sc et Sc-sur-Al dans l'échantillon multicouche [Sc/Al]₁₀ 8031. On indique également les valeurs calculées des nouvelles épaisseurs des couches Al et Sc induites par ce paramètre supplémentaire.

Interface Al-sur-Sc						
#	Largeur (nm)	Position (%)	d (Al) RRX (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d'(Al) (nm) (dernière couche)	d'(Sc) (nm) (1ère couche)
8031	1,08 nm	70%	9,76	10,19	9,44	9,43
Interface Sc-sur-Al						
#	Largeur (nm)	Position (%)	d'(Al) (nm) (dernière couche)	d'(Sc) (nm) (1ère couche)	d''(Al) (nm)	d''(Sc) (nm)
8031	1,08 nm	30%	9,44	9,43	9,11	8,68

Tableau 33. Paramètres de largeur et de position des couches intermédiaires implémentées aux interfaces Sc-sur-Al dans les échantillons multicouches Al/Sc 8026 et 8033. On indique également les valeurs calculées des nouvelles épaisseurs des couches Al et Sc induites par ce paramètre supplémentaire.

Interface Sc-sur-Al						
#	Largeur (nm)	Position (%)	d (Al) RRX (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d'(Al) (nm)	d'(Sc) (nm)
8026	0,7 nm	35%	4,92	4,95	4,675	4,495
8033	2,5 nm	75%	20,87	4,21	18,995	3,585

Nous supposons que l'état de l'interface Sc-sur-Al a un impact plus important sur la réflectivité des échantillons multicouches Al/Sc du fait que le champ électrique à cette interface soit plus intense qu'à l'interface opposée (voir explications de la partie 2.3.4., Figure 122). Ainsi, l'implémentation d'une couche intermédiaire à l'interface Sc-sur-Al est suffisant pour nos modèles EUV dans la plupart des

cas, couplée à l'ajustement du paramètre de rugosité/interdiffusion d'IMD de l'interface opposée. On rappelle ici que nous avons gardé les valeurs de rugosités déterminées par RRX et cet ajustement s'ajoute à ces premières données. On remarque également que la largeur de la couche d'interface semble aussi dépendre de l'épaisseur de la couche déposée, et donc de la cristallisation des couches d'après les données DRX, ce qui explique pourquoi l'interface Sc-sur-Al du 8026 (dont les couches ne dépassent pas 5 nm d'épaisseur) ne mesure que 0,7 nm de large.

Cette méthode a donné de très bons résultats pour modéliser les réflectivités des échantillons multicouches Al/Sc dans toute la gamme EUV malgré les difficultés liées aux indices optiques. Les divergences entre données mesurées et valeurs calculées au-delà de 40 nm sur la Figure 111 et la Figure 112 sont représentatives des incertitudes persistantes dans les tables d'indices.

2.3.2. Performances des multicouches AlMg/Sc dans l'EUV

Les mesures de réflectométrie dans l'EUV sur synchrotron pour les échantillons multicouches AlMg/Sc sont tracées et comparées aux spectres théoriques sur la Figure 115 et les principaux paramètres sont donnés dans le Tableau 34. De manière générale, les valeurs de réflectivité mesurées sont bien plus faibles que les valeurs prévues par les simulations sur toute la gamme de longueurs d'onde. Pour les longueurs d'onde supérieures à 45 nm (échantillons 9012 et 9015), on remarque également un désaccord sur la forme et la position des pics de Bragg.

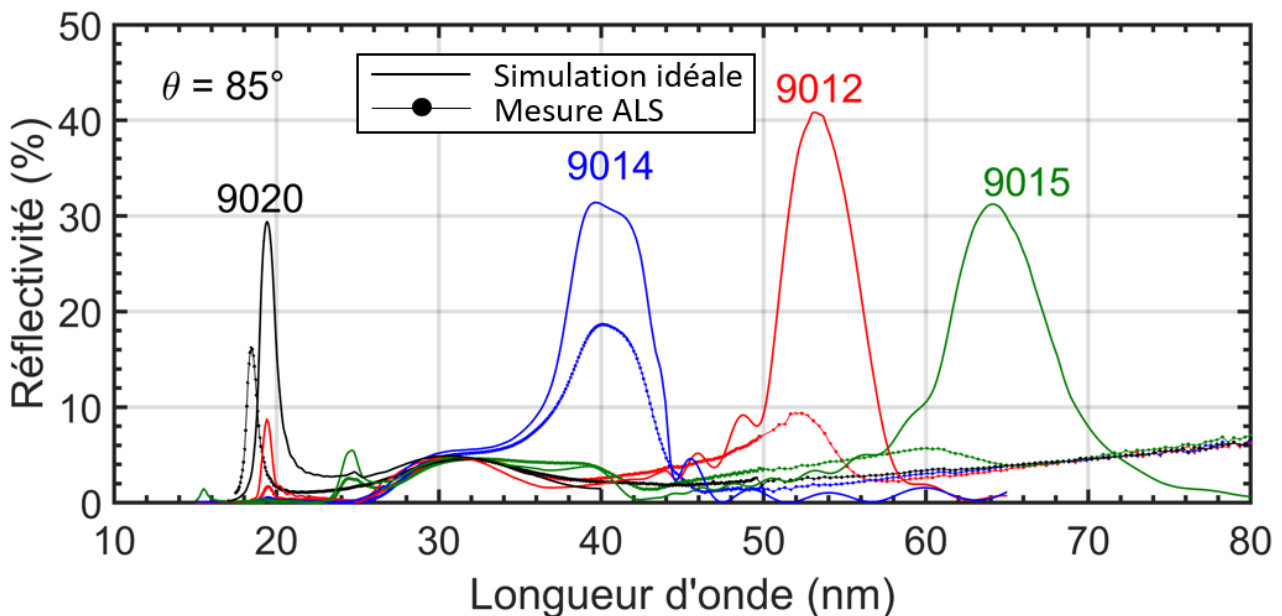


Figure 115. Mesures ALS des échantillons multicouches AlMg/Sc 9012,9014,9015 et 9020 avec comparaisons aux simulations idéales

Tableau 34. Valeurs de réflectivités pics théoriques et expérimentales mesurées à ALS pour les multicouches AlMg/Sc

#	Structure	R théorique (%)	λ théorique (nm)	R _{exp} (%)	λ exp (nm)	R _{mes} /R _{théorique}
9020	[AlMg/Sc] ₄₀ / SiC	29,38	19,42	16,18	18,44	0,55
9014	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	31,41	39,65	18,66	40,1	0,59
9012	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	40,82	53,08	9,36	52,01	0,23
9015	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	31,23	64,11	5,63	60,76	0,18
9016	[Sc/AlMg] ₁₀ / SiC	26,46	42,37	11,59	42,6	0,44
9019	[AlMg/Sc] ₁₀ / SiC	38,8	44,4	11,11	43,3	0,29

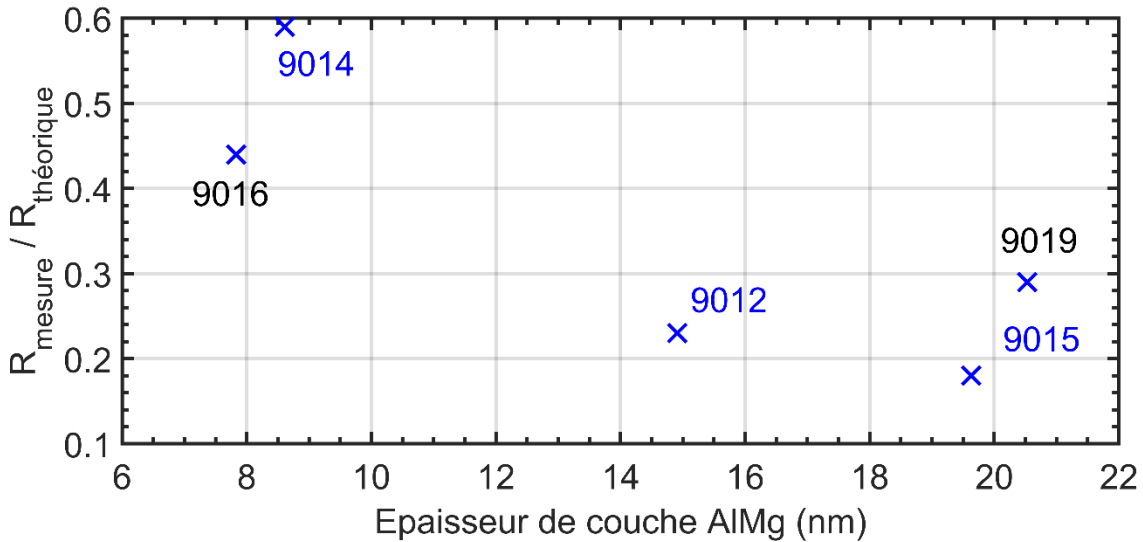


Figure 116. Evolution du rapport des réflectivités mesurées et théoriques pour cinq échantillons multicouches AlMg/Sc à 10 périodes et dont la structure multicouche comporte autant de AlMg que de Sc. L'échantillon 9016 ne suit pas la tendance des échantillons 9014, 9012 et 9015 car il s'agit de la structure dont l'ordre de dépôt est inversé. Le 9019 ne suit pas la tendance également car sa période comporte plus d'AlMg que de Sc, contrairement aux autres dont les épaisseurs de couches sont équivalentes.

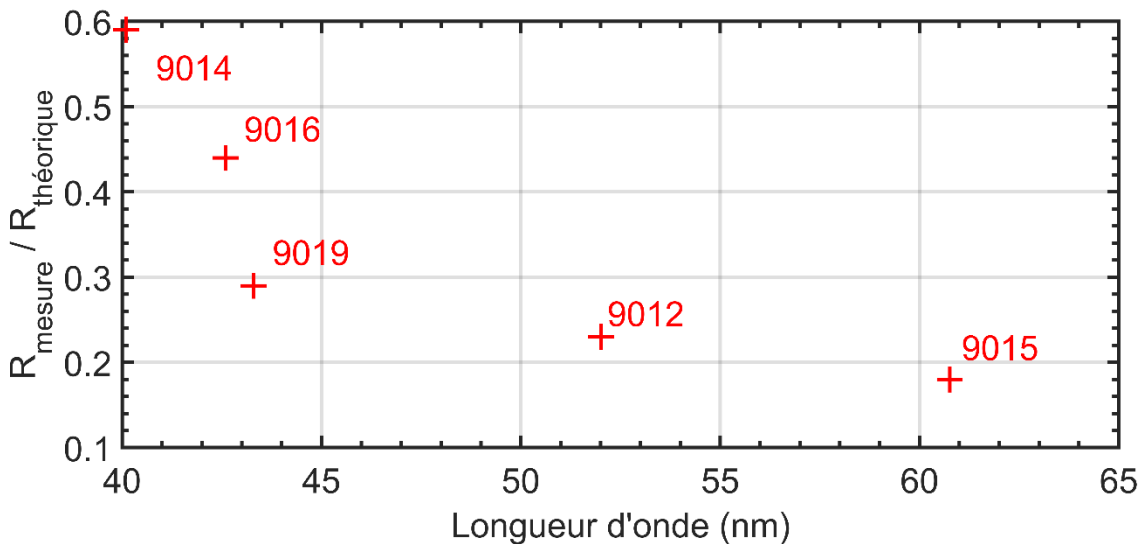


Figure 117. Evolution du rapport des réflectivités mesurées et théoriques pour cinq échantillons multicouches AlMg/Sc à 10 périodes en fonction de la longueur d'onde. L'échantillon 9019 présente un rapport inférieur à la tendance globale des autres échantillons. Cela est certainement lié à sa période composée d'épaisseurs de couches AlMg et Sc différentes.

On peut remarquer que le rapport ($R_{\text{mesuré}} / R_{\text{théorique}}$) diminue lorsque l'épaisseur de AlMg augmente et également lorsque la longueur d'onde augmente. Cela pourrait s'expliquer par la présence d'oxygène dans les couches d'AlMg (l'absorption de l'oxygène augmente avec la longueur d'onde).

Lorsque nous avons retiré la cible AlMg de la machine après la série de dépôts, nous avons constaté une altération de la cible : l'apparition de grains blancs à la surface (Figure 118) ressemblent à des grains de MgO. Il semblerait donc que de l'oxygène soit incorporé dans les couches d'AlMg lors du dépôt par pulvérisation cathodique et qu'il soit, au moins en partie, responsable des valeurs de réflectivité aussi dégradées par rapport aux valeurs théoriques. Des analyses plus poussées de ces résultats et de l'état des cibles permettraient de tirer des conclusions plus précises. Cependant, compte tenu du temps imparti et des résultats prometteurs obtenus avec les multicouches Al/Sc, nous avons choisi de focaliser nos recherches sur le développement des structures à base d'Al et Sc.

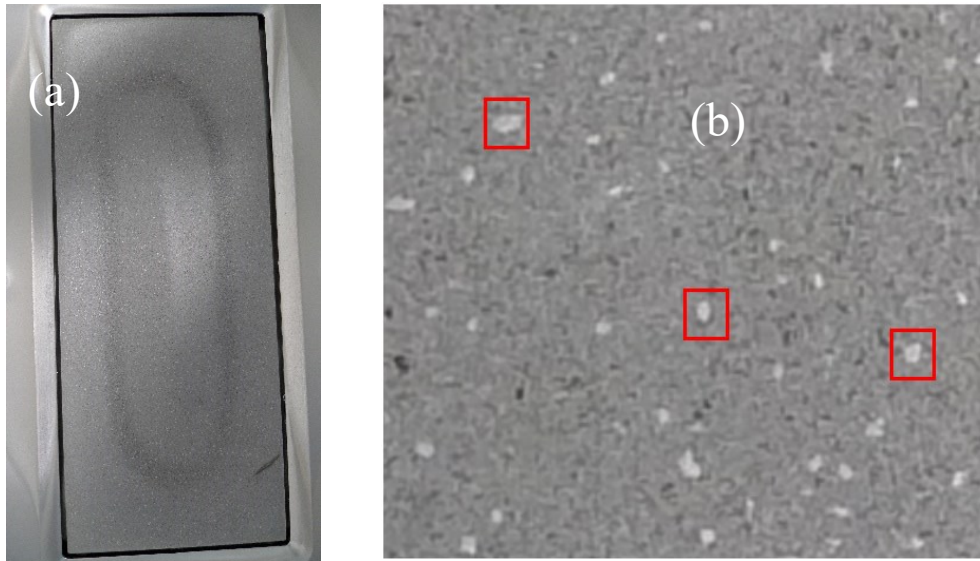


Figure 118. Photo de la cible AlMg utilisée pour le dépôt par pulvérisation cathodique (a) et zoom sur les grains blancs observés répartis de façon homogène sur toute la surface de la cible (b)

2.3.3. Evolution des performances avec le temps des systèmes Al/Sc

Dans un second temps, nous avons de nouveau mesuré les échantillons multicouches Al/Sc 8026, 8028 et 8031 environ 9 mois plus tard pour déterminer la stabilité temporelle de leurs performances optiques dans l'EUV (Figure 119). Les échantillons avaient été conservés dans des conditions de température et d'humidité ambiantes au laboratoire. On a relevé une réflectivité de 31,9% à 19,1 nm (-2,2%) pour l'échantillon 8026, 27,6% à 39,7 nm (-0,8%) pour 8028 et l'échantillon 8031 a indiqué une réflectivité de 16,6% à 42,4 nm (-1,0%), toujours en incidence proche de la normale et sur la même ligne 6.3.2 à ALS. Ces résultats indiquent une stabilité satisfaisante des performances dans le temps pour les échantillons multicouches Al/Sc protégés par une couche de 3 nm de SiC.

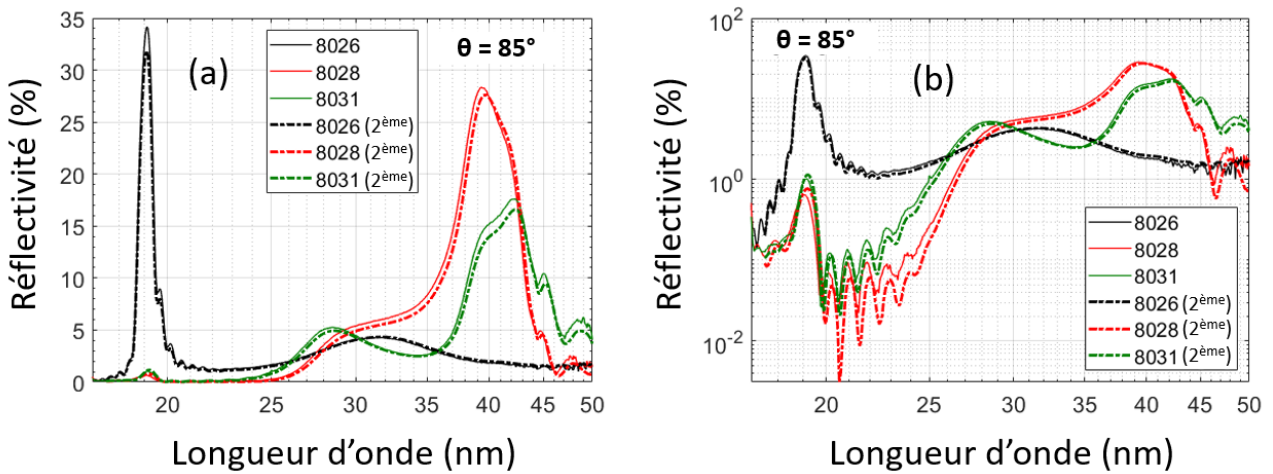


Figure 119. Mesures ALS de réflectivité dans l'EUV des échantillons multicouches Al/Sc 8026, 8028 et 8031 en Novembre 2018 et en Août 2019 en échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

2.3.4. Effet de barrière SiC dans les systèmes Al/Sc

Nous avons également mené une étude sur l'effet de l'ajout d'une barrière de SiC de 0,3 nm d'épaisseur dans la structure Al/Sc. Quatre nouveaux échantillons ont été conçus : un premier sans barrière SiC (9044), un second avec une barrière à l'interface Sc-sur-Al (9045), un troisième avec une barrière à l'interface Al sur Sc (9046), et un dernier avec une barrière SiC à chaque interface (9047). Nous avons systématiquement analysé ces échantillons par RRX à 8 keV (Figure 120) pour déterminer leurs périodes et épaisseurs expérimentales, puis par réflectométrie EUV sur synchrotron (Figure 121) pour observer l'effet des barrières SiC aux interfaces sur les performances optiques. Les valeurs théoriques et expérimentales de leur structure et des réponses spectrales en réflectivité dans l'EUV sont indiquées dans le Tableau 35.

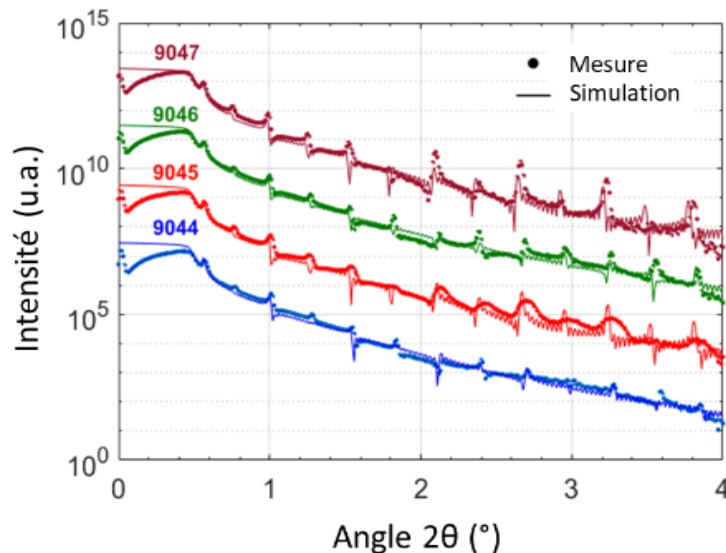


Figure 120. Mesures et modélisations des échantillons Al/Sc 9044, Al/Sc/SiC 9045, Al/SiC/Sc 9046 et Al/SiC/Sc/SiC 9047 obtenus par réflectométrie X à 8 keV en incidence rasante

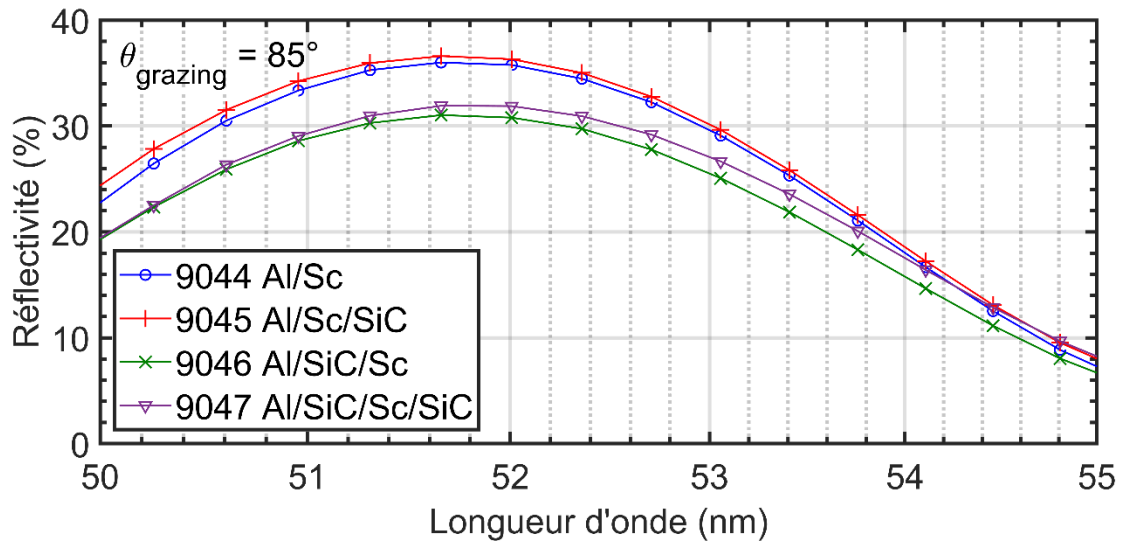


Figure 121. Mesures ALS des échantillons Al/Sc 9044, 9045, 9046 et 9047 dans l'EUV

Tableau 35. Valeurs théoriques et expérimentales de structure, de réflectivité et de longueur d'onde pour les échantillons Al/Sc avec et sans barrière de 0,3 nm SiC mesurés sur synchrotron. Chaque échantillon est recouvert d'une couche de protection de 3 nm de SiC.

#	Structure	d_{cible} (nm)	$d_{estimée}$ (nm)	Ep. Al (nm)	Ep. Sc (nm)	Ep. SiC (nm)	$R_{théo.}$ (%)	$\lambda_{théo.}$ (nm)	$R_{mes.}$ (nm)	$\lambda_{mes.}$ (nm)	$R_{mes.}/R_{théo.}$
9044	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	30	29,97	14,97	15		47,28	52,1	36,01	51,66	0,76
9045	[Al/Sc/SiC] ₁₀ / SiC	30,3	30,3	15	15	0,3	47,84	52,24	36,61	51,66	0,77
9046	[Al/SiC/Sc] ₁₀ / SiC	30,3	30,27	14,5	15,4	0,3	44,25	52,46	31,04	51,66	0,70
9047	[Al/SiC/Sc/SiC] ₁₀ / SiC	30,6	30,39	14,94	14,9	0,3	45,98	52,24	31,92	51,66	0,69

Les résultats en termes d'évolution de la réflectivité en présence de couche(s) barrière(s) SiC sont en accord avec les simulations. D'après la modélisation de l'évolution du champ électrique dans la structure multicouche [Al/Sc]₁₀ 9044 (Figure 122), on constate que le champ électrique est maximal à l'interface Sc-sur-Al, et qu'il est minimal à l'interface Al-sur-Sc. Par conséquent, lorsqu'on ajoute une couche de SiC à l'interface Sc-sur-Al, on ne peut que diminuer l'intensité du champ électrique, alors que si on la place à l'interface Al-sur-Sc, l'intensité du champ électrique peut augmenter avec la réflectivité du revêtement. C'est aussi ce phénomène qui explique que l'ajout d'une interface en gradient à l'interface Sc-sur-Al dans nos modèles EUV pour les échantillons 8026, 8028, 8031 et 8033, a un effet plus important sur la réflectivité de nos revêtements multicouches, et qu'un simple ajustement complémentaire du paramètre rugosité/interdiffusion suffit à l'interface Al-sur-Sc dans la majorité des cas. Ce phénomène a déjà été observé dans d'autres systèmes [114], et justifie l'intérêt des revêtements multicouches périodiques à plus de deux matériaux différents.

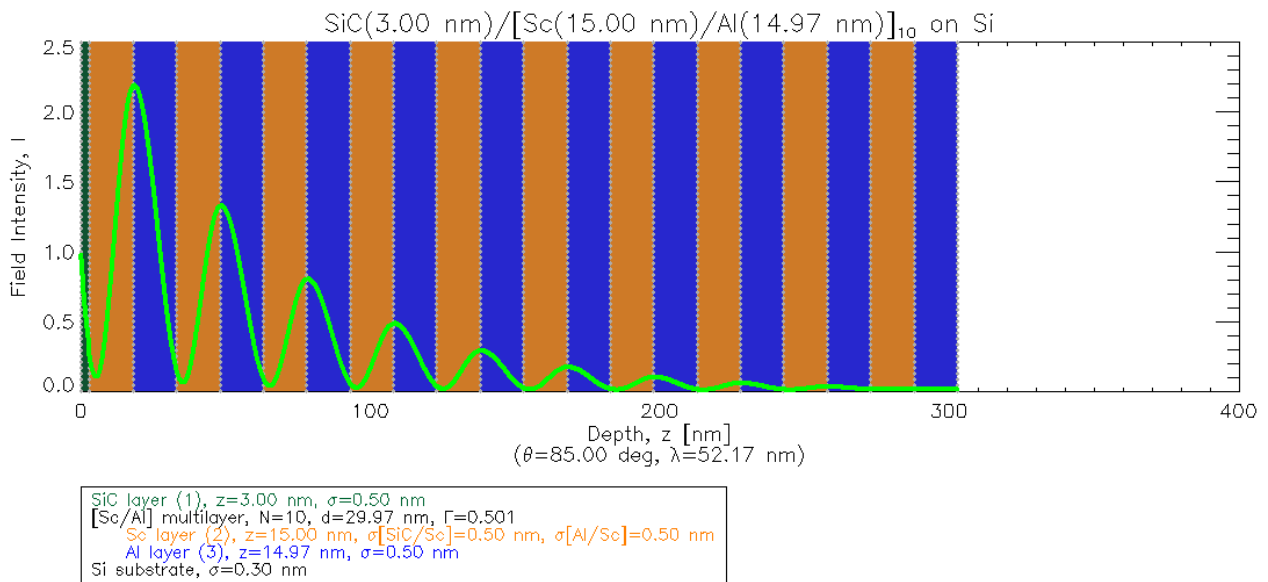


Figure 122. Evolution du champ électrique (I) dans la structure multicouche [Al/Sc]₁₀/SiC 9044 à 52,17 nm de longueur d'onde.

2.4. Conclusions de l'étude sur les échantillons multicouches Al/Sc et AlMg/Sc

En résumé, nous avons procédé au développement expérimental de multicouches périodiques Al/Sc et AlMg/Sc aux structures équivalentes pour étudier leurs propriétés structurales et leurs performances optiques dans l'EUV. Nous les avons analysés par réflectométrie X à 8 keV en incidence rasante, par diffraction X, par microscopie électronique en transmission, par diffraction électronique, par spectroscopie de photoélectrons X, et par réflectométrie EUV sur synchrotron. Les résultats semblent confirmer nos hypothèses concernant les performances prometteuses des multicouches périodiques Al/Sc dans l'EUV au-delà de 40 nm, et indiquent qu'il s'agit d'un revêtement à la structure et aux performances robustes au vieillissement. Nous avons aussi constaté la cristallisation partielle des couches d'aluminium selon l'orientation préférentielle (111) pour des épaisseurs supérieures à 5 nm, et celle du scandium pour des épaisseurs supérieures à 10 nm, ainsi que l'existence de couches intermédiaires aux interfaces probablement composées d'alliages AlSc et Al₃Sc pouvant mesurer jusqu'à 3 nm d'épaisseur. La prise en compte de l'existence d'une telle interface dans nos modèles, couplée à une juste sélection des tables d'indices optiques, nous a permis d'obtenir des accords plus précis entre simulations et mesures expérimentales. Les multicouches périodiques AlMg/Sc en revanche n'ont pas atteint les performances attendues probablement à cause d'une oxydation de la cible de pulvérisation. L'étude de ce revêtement n'a donc pas été aussi approfondie que celle de Al/Sc. Enfin, l'effet de l'insertion d'une couche barrière SiC a également été étudié, et les résultats indiquent qu'une couche de SiC à l'interface Al-sur-Sc est favorable à l'augmentation des performances en réflectivité de la structure multicouche au-delà de 40 nm, en accord avec nos premières simulations de revêtements Al/Sc/SiC. Par conséquent, dans la suite de ce chapitre, nous développons des structures multicouches périodiques Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc optimisées pour atteindre de hautes réflectivités entre 40 nm et 65 nm de longueur d'onde.

3. OPTIMISATION DE STRUCTURES PERIODIQUES EFFICACES AU-DELA DE 40 NM DE LONGUEUR D'ONDE

3.1. Plan d'expérience

Nous avons choisi d'optimiser de nouveaux échantillons à deux matériaux Al/Sc et à trois matériaux Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc d'après leurs performances théoriques prometteuses représentées en début de chapitre (Figure 91 & Figure 92), motivés par les performances optiques des échantillons tests Al/Sc au-delà de 40 nm de longueur d'onde et par les données récoltées aux travers des différentes analyses structurales. Pour chaque échantillon, les épaisseurs des différents matériaux ont été optimisées afin de maximiser la réflectivité à la longueur d'onde cible (λ_{\max}) à l'aide du code Matlab présenté au chapitre 2. On présente dans le Tableau 36 les valeurs d'épaisseurs et de période théoriques visées pour chaque nouvel échantillon à fabriquer. Nous avons choisi de développer des revêtements optimisés aux longueurs d'onde 44,7 nm, 51 nm et 60,6 nm dans un premier temps avec ces trois différentes combinaisons afin de pouvoir comparer leurs performances. Ces longueurs d'onde sont à la fois potentiellement intéressantes pour détecter des raies spectrales de la couronne solaire comme S XIV à 44,7 nm, Ne VII à 46,5 nm, Si XII à 52,1 nm, Mg X à 60,98 nm, ou O V à 63 nm ([24] et Figure 123), ou bien encore pour les applications en physique attoseconde. Par opposition aux échantillons précédents, l'épaisseur de la couche de protection SiC a aussi été optimisée en accord avec la structure multicouche pour en maximiser la réflectivité. On discute à nouveau de l'échantillon 8030 développé dans la première partie de l'étude car ses performances sont tout à fait intéressantes à comparer aux nouveaux échantillons optimisés de cette section.

Tableau 36. Structure et épaisseurs visées des multicouches périodiques [Al/Sc], [Al/Sc/SiC] et [Mo/Al/Sc] optimisés au-delà de 40 nm de longueur d'onde

#	ML	$d_{Al\text{ cible}}$ (nm)	$d_{Sc\text{ cible}}$ (nm)	$d_{SiC(Mo)\text{ cible}}$ (nm)	d_{Top} (nm)	$D_{ML\text{ cible}}$ (nm)	λ_{\max} (nm)
8030*	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	20	20	--	3	40	60,6
9054	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	13,97	9,5	--	5	23,47	45,4
9055	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	13,97	9,5	--	5	23,47	44,7
9056	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	16,45	12,47	--	5	28,92	51
9049	[Al/Sc/SiC] ₂₀	10,18	9,71	4,17	4,56	24,13	44,7
9060	[Al/Sc/SiC] ₂₀	11,97	12,11	5,68	--	29,76	51
9051	[Mo/Al/Sc] ₂₀ / SiC	8,04	11,60	4,47	5	24,11	45,2
9052	[Mo/Al/Sc] ₇ / SiC	11,1	16,89	8,16	10	36,15	57,3

*Echantillon de l'étude précédente

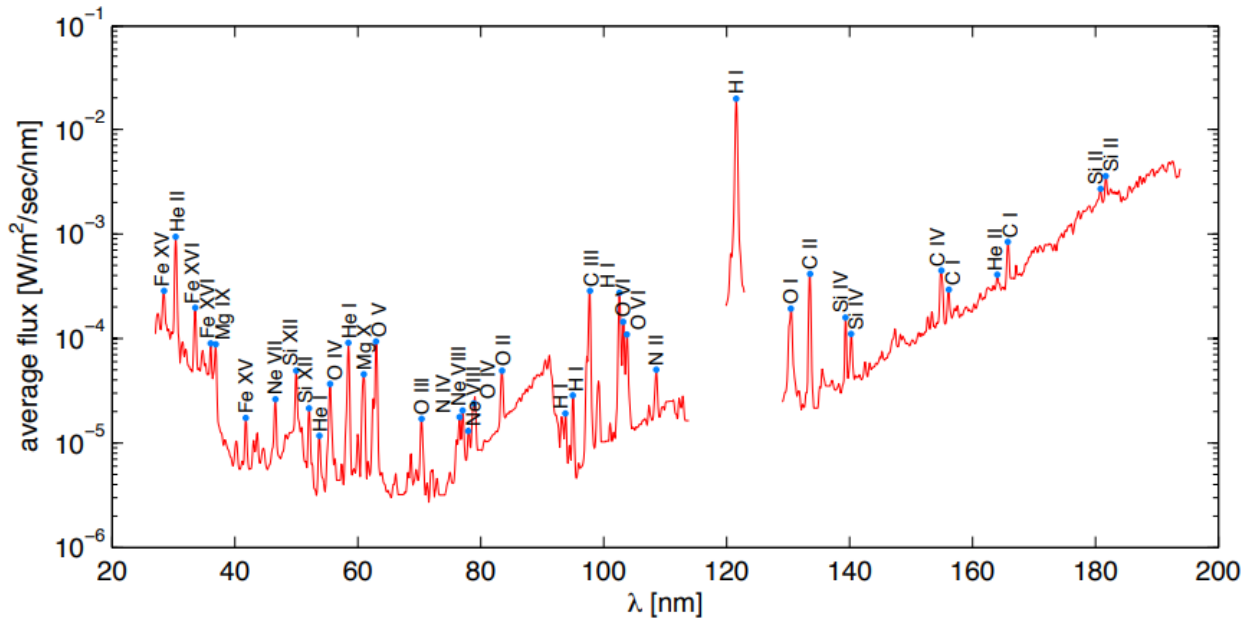


Figure 123. Sélection de 38 raies spectrales dans l'EUV et l'UV lointain d'après [115].

3.2. Caractérisation des systèmes multicouches optimisés

3.2.1. Réflectométrie X pour trois systèmes multicouches Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc

En suivant la même méthodologie que précédemment, les échantillons ont été mesurés par réflectométrie X en incidence rasante à 8 keV. Les valeurs expérimentales déduites des données modélisées sont exposées dans Tableau 37, et la comparaison des modèles aux mesures est illustrée sur la Figure 124 pour trois échantillons.

Tableau 37. Paramètres déduits des mesures de réflectométrie X en incidence rasante à 8 keV pour les échantillons multicouches à base d'Al/Sc optimisés dans l'EUV

#	ML	$d_{Al\ XRR}$ (nm)	σ	$d_{Sc\ XRR}$ (nm)	σ	$d_{SiC(Mo)\ XRR}$ (nm)	σ	$d_{Top\ XRR}$ (nm)	σ	$D_{ML\ XRR}$ (nm)
8030*	[Al/Sc] ₁₀ / SiC	20,04	$\sigma = 0,5$	19,88	$\sigma = 0,5$	--	--	3,02	$\sigma = 0,5$	39,92
9054	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	14,86	$\sigma = 0,7$	10,05	$\sigma = 0,8$	--	--	5,47	$\sigma = 0,5$	24,91
9055	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	14,30	$\sigma = 0,5$	9,70	$\sigma = 0,5$	--	--	5,23	$\sigma = 0,5$	23,90
9056	[Al/Sc] ₂₅ / SiC	16,00	$\sigma = 0,5$	13,50	$\sigma = 0,5$	--	--	5,00	$\sigma = 0,5$	29,51
9049	[Al/Sc/SiC] ₂₀	10,18	$\sigma = 0,5$	9,71	$\sigma = 0,5$	4,17	$\sigma = 0,5$	--	$\sigma = 0,5$	24,06
9060	[Al/Sc/SiC] ₂₀	11,97	$\sigma = 0,5$	12,11	$\sigma = 0,5$	5,68	$\sigma = 0,5$	--	$\sigma = 0,5$	30,02
9051	[Mo/Al/Sc] ₂₀ / SiC	7,92	$\sigma = 0,56$	11,40	$\sigma = 0,57$	4,56	$\sigma = 0,63$	5,05	$\sigma = 0,5$	23,87
9052	[Mo/Al/Sc] ₇ / SiC	11,32	$\sigma = 0,87$	16,72	$\sigma = 0,45$	8,13	$\sigma = 0,44$	9,73	$\sigma = 0,5$	36,17

Comme indiqué sur la Figure 124, le bon accord entre les intensités théoriques et expérimentales des pics de Bragg successifs indiquent une bonne qualité des couches et de leur périodicité pour tous les échantillons analysés. Les valeurs de rugosité/diffusion déduites des modèles sont comprises entre 0,5 et 0,7 nm rms. De plus, on peut noter que l'ajout d'un troisième matériau (Mo ou SiC) dans les structures Al/Sc permet d'augmenter sensiblement le contraste optique à 8 keV, d'où les pics de Bragg mieux définis.

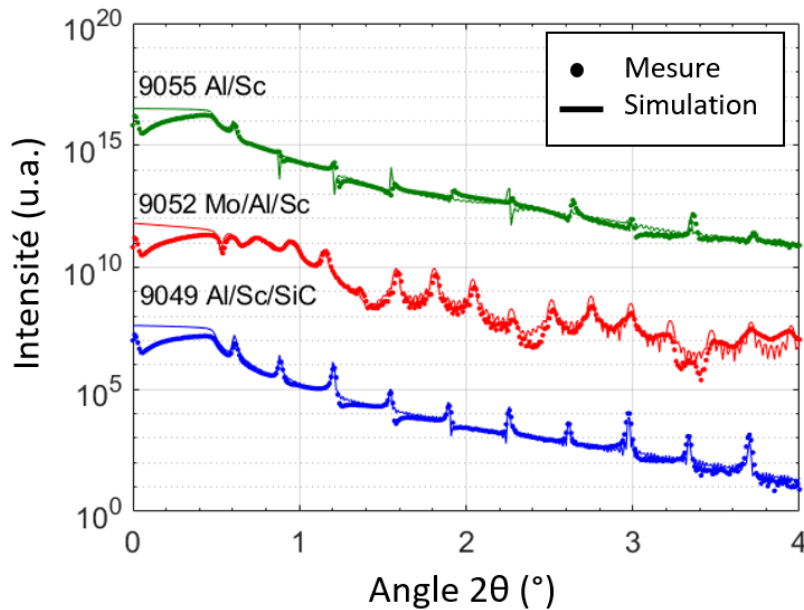


Figure 124. Valeurs expérimentales et théoriques de réflectométrie X en incidence rasante pour les multicouches 9049, 9052 et 9055

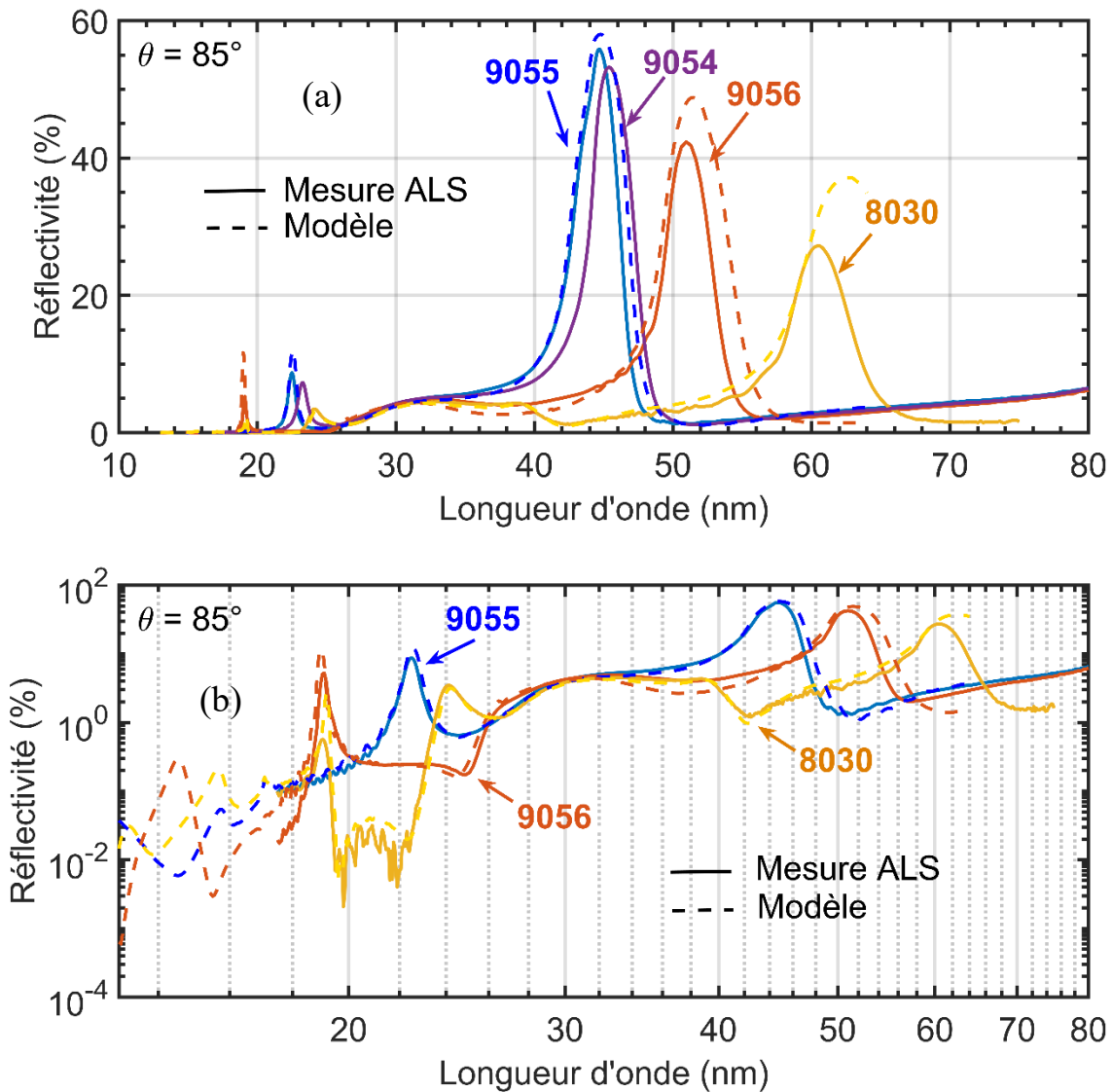
3.2.2. Performances en réflectivité dans l'EUV

Tous les échantillons listés dans le Tableau 37 ont ensuite été mesurés sur la ligne 6.3.2. du synchrotron ALS une à deux semaines après leur fabrication.

- **Performances des multicouches périodiques optimisées Al/Sc**

Sur la Figure 125 (a), les miroirs multicouches Al/Sc périodiques atteignent une réflectivité maximale de 55,9% et de 53,2% près du seuil d'absorption $M_{2,3}$ du Sc, puis leur performance diminue avec les grandes longueurs d'onde à cause de l'absorption de l'aluminium et du scandium qui augmente avec la longueur d'onde. Par ailleurs, leur sélectivité reste correcte sur toute cette région spectrale : elle est comprise entre 3,5 nm et 4,1 nm, soit une bande passante relative (BW/λ) de l'ordre de 0,08. Par comparaison avec les premiers échantillons Al/Sc de la première partie de l'étude, la réflectivité de ces nouveaux échantillons est donc bien supérieure maintenant que les épaisseurs des couches de toute la structure, couche de protection SiC comprise, ont été optimisées. De plus, sur la Figure 125 (b), on peut observer des structures complexes associées aux ordres supérieurs pour chaque échantillon. Ces éléments se situent dans des régions spectrales où les indices optiques sont plus fiables (voir Chapitre 3) et nous ont servi pour la procédure d'ajustement des modèles comme nous l'avons expliqué plus tôt pour les échantillons précédents. Les valeurs d'épaisseurs et de rugosités déterminées par réflectométrie X n'ont pas été modifiées pour le modèle EUV, seule une couche de 1-1,5 nm d'épaisseur d'oxyde SiO_2 a été ajoutée en surface. Les modèles EUV ont été ajustés en faisant varier les paramètres de largeur et de distribution des couches intermédiaires en gradient implémentées uniquement aux interfaces Sc-sur-Al (Tableau 38). L'effet de l'implémentation d'une telle couche aux interfaces opposées Al-sur-Sc est négligeable dans ces modèles, c'est pourquoi seul le paramètre de rugosité/interdiffusion à cette interface suffit. Enfin, on constate que l'accord entre

modèle et simulation se détériore vers les grandes longueurs d'onde à cause des incertitudes liées aux indices optiques, mais cet accord étant tout à fait satisfaisant sur l'ensemble du spectre, cela atteste de la pertinence de notre modèle.



D'après les explications données dans le chapitre 2, on peut illustrer ici ce qu'implique l'implémentation d'une couche intermédiaire en gradient ($N_g = 1$) à l'interface Sc-sur-Al de 2 nm de largeur (w_g) et à 20% (X_g) incluse dans la couche d'aluminium (ce qui équivaut à 80% dans la couche de scandium) pour l'échantillon $[Al/Sc]_{10}$ 8030 sur les schémas de la Figure 126 dont les calculs sont explicités ci-dessous. On rappelle que les notations $d(Al)$ et $d(Sc)$ correspondent aux épaisseurs de matériaux « purs » déduits initialement des mesures de réflectométrie X, et on cherche à connaître les valeurs $d'(Al)$ et $d'(Sc)$ qui correspondent aux « nouvelles épaisseurs » de matériaux « purs » après l'implémentation d'une couche d'interface :

$$d'(Al) = d(Al) - w_g \times X_g = 20,04 - 2 \times 0,2 = 19,64 \text{ nm}$$

$$d'(Sc) = d(Sc) - w_g \times (1 - X_g) = 19,88 - 2 \times (1 - 0,2) = 18,28 \text{ nm}$$

On vérifiera toujours que la période (D) de la multicouche reste inchangée en faisant la somme des nouvelles épaisseurs calculées pour les couches d'aluminium et de scandium avec l'épaisseur de la couche d'interface :

$$d(Al) + d(Sc) = d'(Al) + d'(Sc) + w_g$$

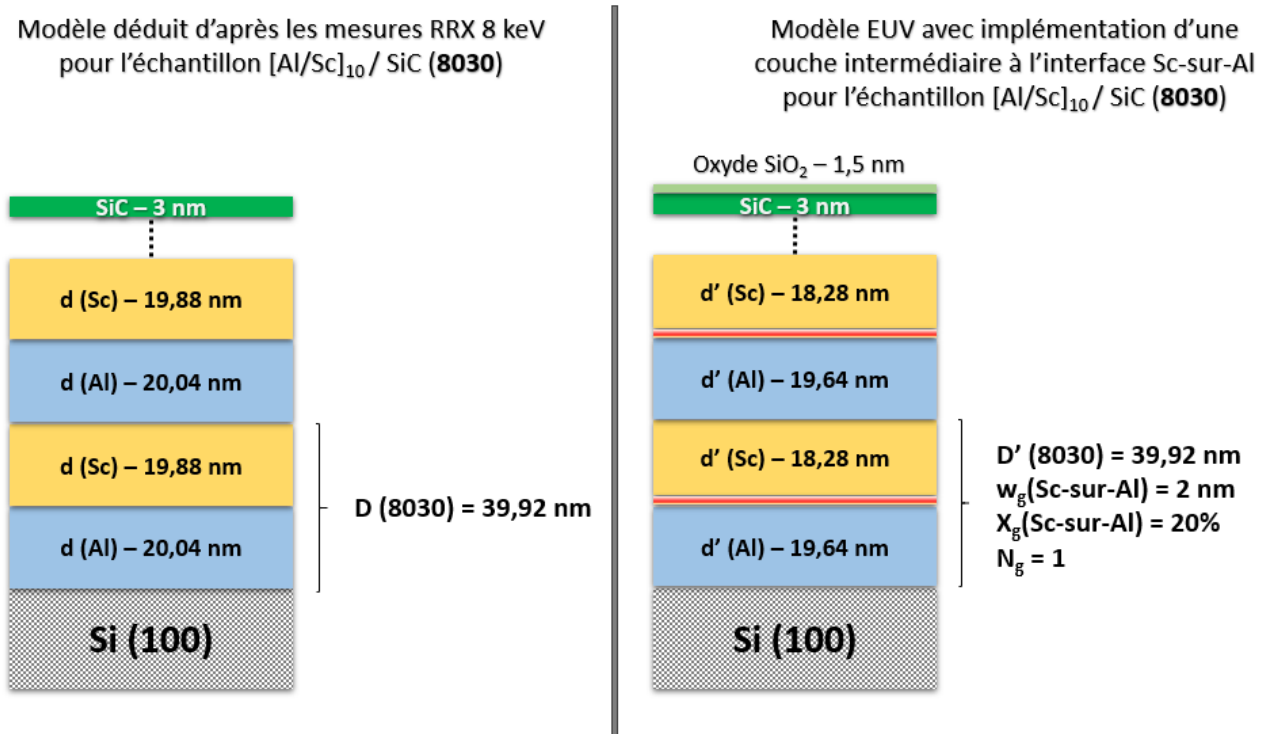


Figure 126. Schémas de la multicouche $[Al/Sc]_{10}$ 8030 : on compare le modèle déduit des mesures RRX 8 keV au modèle EUV développé avec une couche intermédiaire de 2 nm d'épaisseur implémentée aux interfaces Sc-sur-Al

La même démarche a été suivie pour les échantillons multicouches $[Al/Sc]$ 9055 et 9056, et les résultats sont tous indiqués dans le Tableau 38.

Tableau 38. Paramètres d'interface, épaisseurs initiales (d) et nouvelles épaisseurs calculées (d') pour les échantillons Al/Sc 8030, 9055 et 9056 après implémentation d'une couche intermédiaire à l'interface Sc-sur-Al

Al/Sc #	Interface Sc-sur-Al					
	Largeur (nm)	Position (%)	d (Al) RRX (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d' (Al) (nm)	d' (Sc) (nm)
8030	2.0 nm	20%	20,04	19,88	19,64	18,28
9055	2.0 nm	20%	14,30	9,70	13,90	8,10
9056	2.0 nm	20%	16,00	13,50	15,60	11,90

• Performances des multicouches périodiques optimisées Al/Sc/SiC

Les miroirs multicouches périodiques optimisés Al/Sc/SiC atteignent 56,5% à proximité du seuil d'absorption de Sc pour un angle de rasance de 85° (Figure 127). A 44,7 nm, l'échantillon 9049 Al/Sc/SiC atteint une meilleure réflectivité (+0,6%) que l'échantillon Al/Sc 9055, ainsi qu'une valeur de bande passante légèrement plus large (+0,6 nm). Plus loin du seuil d'absorption de Sc,

l'amélioration des valeurs de réflectivité de Al/Sc/SiC comparativement aux échantillons Al/Sc est amplifiée comme on peut le constater avec l'échantillon Al/Sc/SiC 9060 qui atteint 46,5% à 51 nm contre une valeur de 42,4% pour l'Al/Sc 9056 (Figure 129 (b)). L'effet d'amélioration de la réflectivité par un système tri-matériaux est plus significatif hors des zones à proximité des seuils d'absorption. Ce phénomène a déjà été observé précédemment, en simulation et expérimentalement, avec le système B₄C/Mo/Si en s'éloignant du seuil L de Si [45], et avec les systèmes Al/Mo/SiC et Al/Mo/B₄C en s'éloignant du seuil de l'aluminium [91].

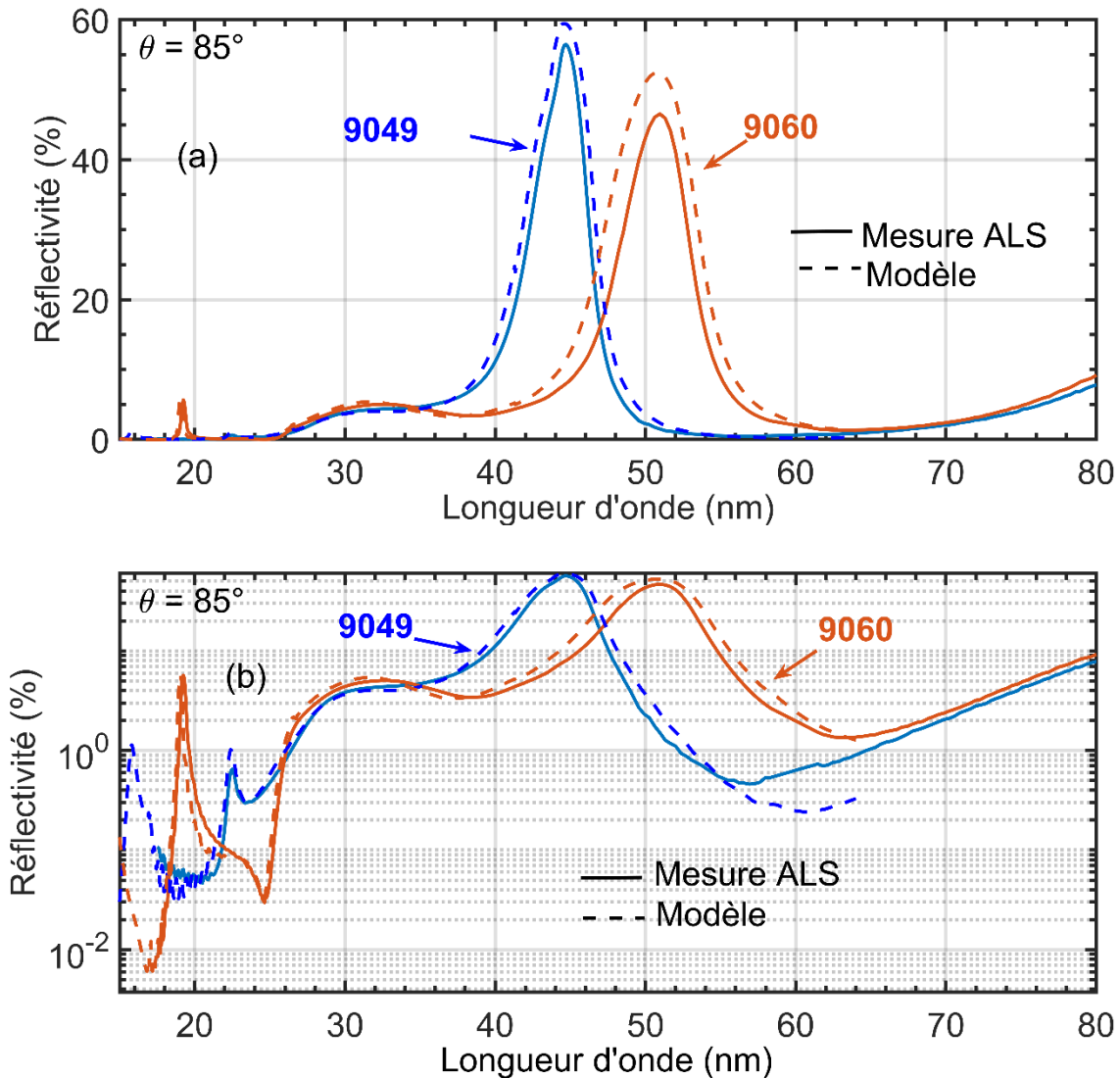


Figure 127. Valeurs expérimentales mesurées à ALS et modèles théoriques pour les multicouches Al/Sc/SiC optimisées dans l'EUV en échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Sur la Figure 127, on observe des structures liées aux ordres supérieurs entre 10 nm et 30 nm de longueur d'onde. Une fois encore, ces éléments de mesure ont été utilisés comme points de repères pour affiner la procédure de modélisation. Après avoir ajouté une couche d'oxyde nous avons ajusté les paramètres de la couche intermédiaire implémentée à l'interface Sc-sur-Al (Tableau 39) pour obtenir le modèle de la Figure 127. Nous avons considéré ici que les défauts aux interfaces SiC-sur-Sc et Al-sur-SiC pouvaient être modélisés simplement par le paramètre rugosité/diffusion d'IMD sans

ajout d'une couche supplémentaire. Le relativement bon accord obtenu entre le modèle et les mesures sur les deux échantillons semblent confirmer cette hypothèse. De plus, des résultats antérieurs sur les empilements Al/Mo/SiC n'ont pas mis en évidence de couche d'interface à l'interface Al-sur-SiC (voir Figure 105). Des études plus poussées de l'interface SiC-sur-Sc seraient utiles pour confirmer ou éventuellement affiner notre modèle. On illustre ces nouveaux paramètres comparés au modèle précédent pour l'échantillon multicouche [Al/Sc/SiC]₂₀/SiC 9049 sur le schéma de la Figure 128, et les calculs des nouvelles épaisseurs induites par la couche intermédiaire à l'interface Sc-sur-Al sont indiquées pour les deux échantillons - 9049 et 9060 - dans le Tableau 39.

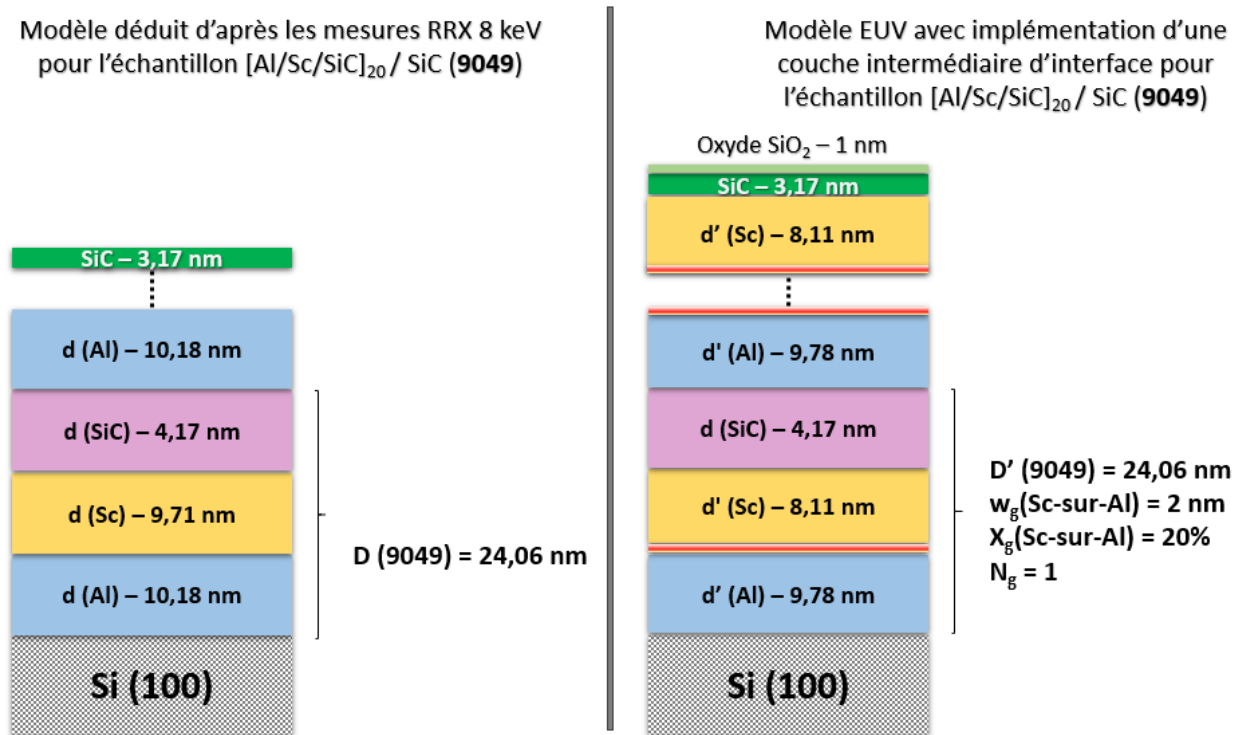


Figure 128. Schémas de la multicouche [Al/Sc/SiC]₂₀ 9049 : on compare le modèle déduit des mesures RRX 8 keV au modèle EUV développé avec une couche intermédiaire de 2 nm d'épaisseur implémentée aux interfaces Sc-sur-Al

Tableau 39. Paramètres d'interfaces en gradient appliqués aux modèles des échantillons Al/Sc/SiC 9049 et 9060

Al/Sc/SiC	Interface Sc-sur-Al						
	#	Largeur (nm)	Position (%)	d (Al) RRX (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d' (Al) (nm)	d' (Sc) (nm)
9049		2.0 nm	20%	10,18	9,71	9,78	8,11
9060		2.0 nm	20%	11,97	12,11	11,57	10,51

- **Comparaison des performances Al/Sc et Al/Sc/SiC**

Pour aller plus loin dans notre analyse, nous avons mesuré les performances des échantillons 9049 Al/Sc/SiC et 9055 Al/Sc pour un angle plus proche de l'incidence normale ($\theta = 87,5^\circ$). Ces deux structures atteignent un pic de réflectivité à 44,7 nm de longueur d'onde et nous avons enregistré un record de réflectivité à 57,5% pour le revêtement multicouche Al/Sc/SiC 9049 (Figure 129 (a)). Sur la Figure 129 (b), on compare les deux échantillons multicouches Al/Sc 9056 et Al/Sc/SiC 9060 optimisés à la même longueur d'onde de 51,5 nm et mesurés à 85° . On constate qu'en s'éloignant du seuil du scandium, la structure périodique à trois matériaux 9060 permet d'augmenter les performances en réflectivité par rapport à la multicouche à deux matériaux de façon plus significative en atteignant 46,5% contre 42,4% pour Al/Sc 9056. La bande passante de l'échantillon Al/Sc 9056 est également plus étroite que son équivalent à trois matériaux Al/Sc/SiC 9060. On observe également que dans les deux cas, le modèle présente une bande passante plus large que les mesures.

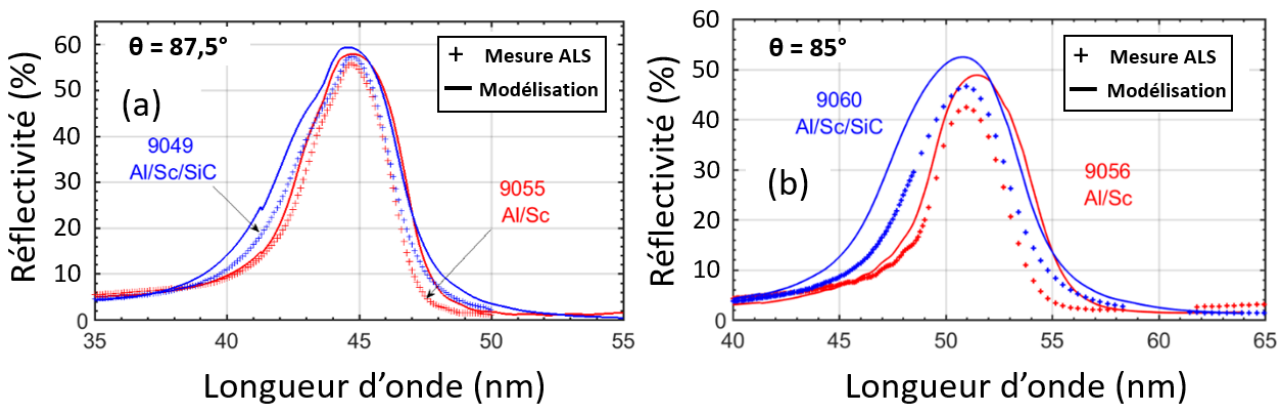


Figure 129. Performances en réflectivité des échantillons Al/Sc (9055 et 9056) et Al/Sc/SiC (9049 et 9060) optimisés aux longueurs d'ondes 44,7 nm (a) et 51,5 nm (b).

- **Performances des multicouches périodiques optimisées Mo/Al/Sc**

Les multicouches Mo/Al/Sc présentent d'intéressantes valeurs de réflectivité et de bande passante au-delà de 40 nm de longueur d'onde, et plus spécifiquement autour de 60 nm où l'échantillon 9052 atteint 37,4% à 57,3 nm avec une large bande passante de 11,2 nm (Figure 130 (a) & (b)). En comparaison, les échantillons Al/Sc atteignent des valeurs pics de réflectivité plus faibles dans cette région spectrale. On soulignera que les tables d'indices optiques du Mo sont peu fiables au-delà de 40 nm, comme nous l'avons indiqué dans le chapitre 3, et ne permettent pas d'obtenir de modèle parfaitement en accord à la mesure dans cette zone. Nous avons commencé par établir un modèle avec une seule couche intermédiaire implémentée à l'interface Sc-sur-Al comme pour les échantillons Al/Sc/SiC précédents, cependant l'accord n'était pas satisfaisant. Alors nous avons entrepris d'ajouter une seconde couche intermédiaire à l'interface Al-sur-Mo. Ces ajustements tels que décrits dans le Tableau 40 et illustrés sur la Figure 131, ont permis d'obtenir un bon accord entre modèle et mesure.

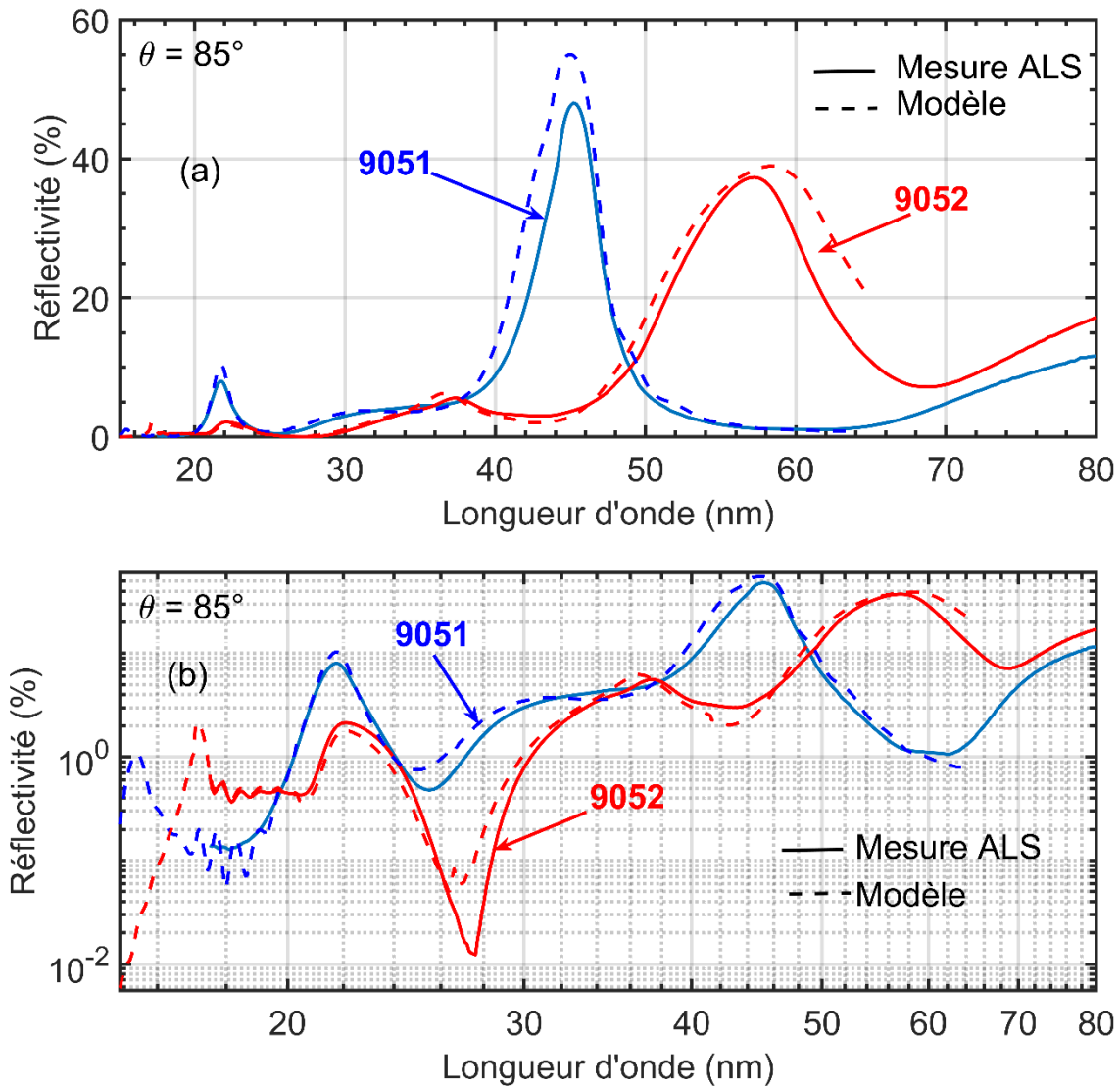


Figure 130. Valeurs expérimentales mesurées à ALS et modèles théoriques pour les multicouches Mo/Al/Sc optimisées dans l'EUV en échelle linéaire (a) et logarithmique (b)

Tableau 40. Paramètres d'interfaces en gradient implémentées aux interfaces Al-sur-Mo et Sc-sur-Al appliqués aux modèles des échantillons Mo/Al/Sc 9051 et 9052

Mo/Al/Sc	Interface Al-sur-Mo					
#	Largeur (nm)	Position (%)	d (Mo) RRX (nm)	d (Al) RRX (nm)	d' (Mo) (nm)	d' (Al) (nm)
9051	3.3 nm	70%	4,56	7,92	2,25	6,93
9052	3.4 nm	34%	8,13	11,32	6,97	9,08
Mo/Al/Sc	Interface Sc-sur-Al					
#	Largeur (nm)	Position (%)	d' (Al) (nm)	d (Sc) RRX (nm)	d'' (Al) (nm)	d' (Sc) (nm)
9051	2.0 nm	10%	6,93	11,4	6,73	9,6
9052	2.0 nm	10%	9,08	16,72	8,88	14,92

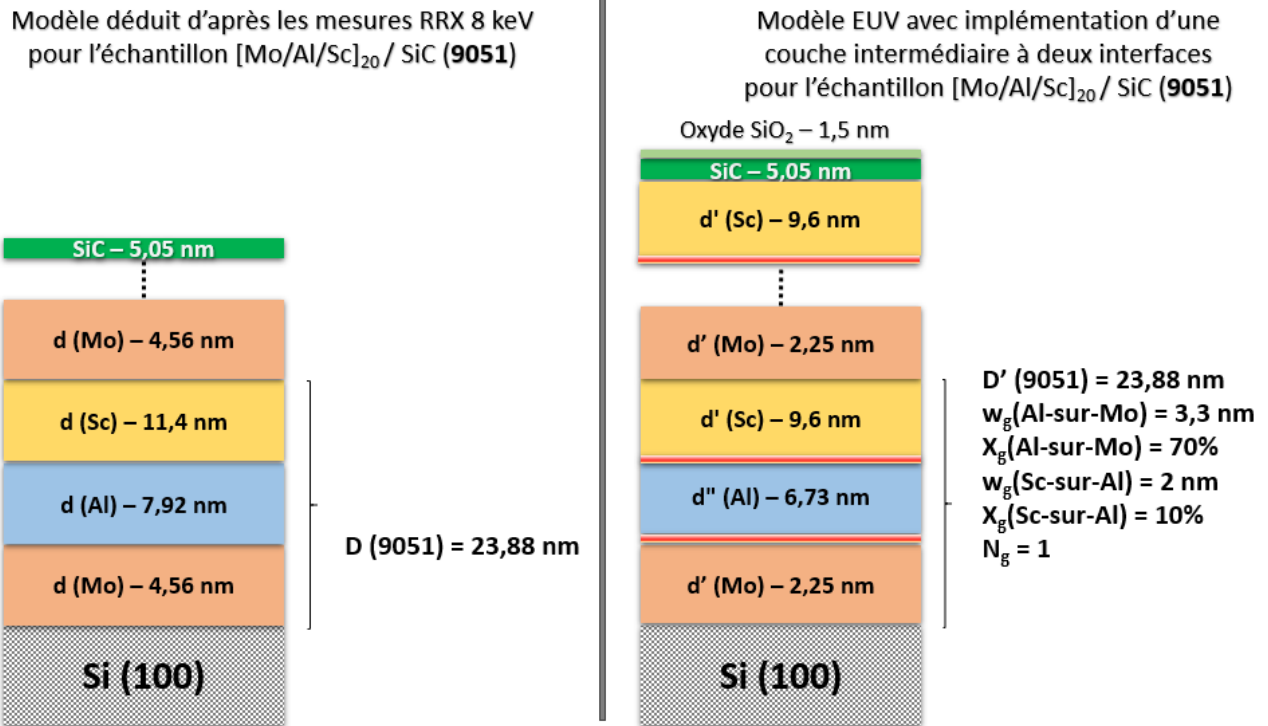


Figure 131. Schémas de la multicouche [Mo/Al/Sc]₂₀ 9051 : on compare le modèle déduit des mesures RRX 8 keV au modèle EUV développé avec une couche intermédiaire de 2 nm d'épaisseur implémentée aux interfaces Sc-sur-Al, et une autre de 3,3 nm à l'interface Al-sur-Mo

Pour finir, on peut constater qu'en ayant ajusté un seul ou deux paramètres d'interface supplémentaire dans nos modèles par rapport aux ajustements effectués en réflectométrie X rasante à 8 keV, nous avons su modéliser précisément les mesures de réflectivité dans l'EUV obtenues non seulement pour les multicouches Al/Sc mais aussi pour les revêtements périodiques plus complexes à trois matériaux avec Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc. L'effet des incertitudes des constantes optiques se fait toujours ressentir près des seuils et entre 40 nm et 80 nm, mais dans l'ensemble, les analyses préalables de ces travaux de thèse nous ont amené à développer des modélisations suffisamment précises qui retranscrivent aussi les structures d'ordres supérieurs des mesures effectuées sur une large gamme de longueurs d'onde.

3.2.3. Discussion des résultats

On répertorie les résultats de réflectivité et de bande-passante des revêtements multicouches Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc dans le Tableau 41. On constate qu'à la longueur d'onde 44,7 nm, le revêtement [Al/Sc] est très intéressant en termes de réflectivité car il atteint des valeurs très proches des structures périodiques [Al/Sc/SiC] et supérieures aux réflectivités de [Mo/Al/Sc]. De plus, sa bande passante est également la plus sélective avec 3,6 nm contre 4,2 nm et 4,6 nm pour Al/Sc/SiC 9049 et Mo/Al/Sc 9051, respectivement. L'intérêt des revêtements à trois matériaux augmente lorsqu'on s'éloigne du seuil du scandium comme on peut le constater à 51 nm de longueur d'onde avec les performances de Al/Sc 9056 et Al/Sc/SiC 9060. Au-delà de 50 nm de longueur d'onde, nous

avons vu que les modèles s'éloignaient des mesures de façon plus significative à cause des indices optiques de l'aluminium, du scandium et du molybdène qui comportent de plus en plus d'incertitudes dans cette région spectrale EUV. Malgré cela, nous avons obtenu des réflectivités significatives à 57,3 nm avec Mo/Al/Sc atteignant 37,4%, et à 60,6 nm avec Al/Sc atteignant 27,2%.

Tableau 41. Valeurs expérimentales de réflectivité pic (R_{exp}), longueur d'onde pic (λ_{exp}), et bande passante (BW_{exp}) pour des revêtements multicouches optimisés avec Al/Sc. L'angle d'incidence est de 85° pour toutes les mesures.

#	ML	R_{exp} (%)	λ_{exp} (nm)	BW_{exp} (nm)
8030*	[Al/Sc] ₁₀ /SiC	27,2	60,6	5,2
9054	[Al/Sc] ₂₅ /SiC	53,2	45,4	3,55
9055	[Al/Sc] ₂₅ /SiC	55,9	44,7	3,6
9056	[Al/Sc] ₂₅ /SiC	42,4	51	4,1
9049	[Al/Sc/SiC] ₂₀	56,5	44,7	4,2
9060	[Al/Sc/SiC] ₂₀	46,5	51	5,6
9051	[Mo/Al/Sc] ₂₀ /SiC	48,1	45,2	4,6
9052	[Mo/Al/Sc] ₇ /SiC	37,4	57,3	11,2

Si l'on se réfère aux valeurs les plus proches de nos résultats dans la littérature, nous avons atteint des valeurs de réflectivité pics records en incidence quasi-normale: 57,5% à 44,7 nm pour un angle de rasance de $87,5^\circ$ et 46,5% à 51 nm pour 85° avec Al/Sc/SiC. Nous avons aussi obtenu la plus large valeur reportée de bande passante à 57 nm avec Mo/Al/Sc et également la plus fine avec Al/Sc à 60 nm de longueur d'onde (Tableau 42). Globalement, les performances atteintes en réflectivité de nos revêtements à base d'Al/Sc sont tout à fait comparables aux réflectivités répertoriées dans la littérature des meilleures combinaisons multicouches à ce jour.

Tableau 42. Comparatif des meilleures valeurs de réflectivité et de sélectivité obtenues avec les valeurs de la littérature

Valeurs de réflectivité des multicouches à base d'Al/Sc				
R_{exp}	57.5%	46.5%	37.4%	27.2%
λ_{exp}	44.7 nm	51 nm	57.3 nm	60.6 nm
BW_{exp}	4.1 nm	5.6 nm	11.2 nm	5.2 nm
Structure	Al/Sc/SiC	Al/Sc/SiC	Mo/Al/Sc	Al/Sc
Valeurs de réflectivité dans la littérature				
R_{exp}	56.6%	46.7%	38.8%	23%
λ_{exp}	44.7 nm	49 nm	55.7 nm	60 nm
BW_{exp}	4.8 nm	4.9 nm	5.6 nm	6.5 nm
Structure	Sc/Cr/Si	Sc/Cr/Si	AlMg/SiC	Si/Tb
Ref	[106]	[106]	[107]	[110]

Ces performances ont été rendues possibles grâce aux techniques de fabrication et de caractérisation du laboratoire et au travers de collaborations nationales et internationales qui nous ont permis de développer les structures multicouches visées, et d'en déterminer les principales propriétés physiques et optiques. Les résultats sur les multicouches Al/Sc et AlMg/Sc nous ont amené à développer des modèles incluant des paramètres d'interfaces plus précis, permettant de simuler les performances

optiques en réflectivité des revêtements optimisés à base d'Al/Sc avec plus de précision sur une gamme spectrale allant de 15 nm à 65 nm. Ces nouveaux résultats sont très prometteurs et démontrent que les revêtements à base d'Al/Sc sont d'excellents candidats pour de futures générations d'instruments EUV pour la physique solaire, mais aussi pour les lasers EUV et la science attoseconde, dans une région spectrale au-delà de 40 nm qui n'a pas encore été totalement explorée.

4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Pour résumer, ce chapitre est scindé en deux grandes sections : la première partie est dédiée à l'étude préliminaire de revêtements périodiques Al/Sc et AlMg/Sc avec de nombreuses analyses optiques et structurales, et la seconde partie consiste à présenter les performances de revêtements multicouches Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc optimisés en réflectivité au-delà de 40 nm de longueur d'onde et à leur appliquer un modèle de simulation basé sur les résultats de la première partie. Les résultats obtenus ont été rendus possibles grâce à l'analyse préalable des indices optiques des matériaux exposée dans le chapitre 3, et aux nombreuses simulations effectuées pour tester différentes combinaisons inédites de matériaux afin de sélectionner les plus prometteuses pour répondre à un besoin d'optiques performantes dans une région du spectre EUV encore peu explorée.

Les principaux résultats de l'étude préliminaire sont les suivants :

- Les multicouches périodiques Al/Sc présentent des performances prometteuses en réflectivité dans l'EUV au-delà de 40 nm en accord avec les simulations théoriques initiales,
- Les multicouches périodiques AlMg/Sc sont aussi prometteuses mais les résultats obtenus n'ont pas été satisfaisants à cause d'une oxydation supposée de la cible utilisée
- Les différentes techniques d'analyse structurales des échantillons Al/Sc ont montré que l'aluminium tend à cristalliser selon l'orientation préférentielle (111) à partir de 5 nm d'épaisseur de couche, et le scandium tend aussi à cristalliser selon cette même orientation à partir de 10 nm d'épaisseur,
- Une couche intermédiaire aux interfaces Al-sur-Sc et Sc-sur-Al pouvant mesurer jusqu'à 3 nm d'épaisseur a été identifiée sur les images de microscopie électronique en transmission, et elle est constituée d'un alliage AlSc et Al₃Sc au moins partiellement cristallisé d'après la diffraction électronique et la diffraction X aux grands angles,
- Cette couche intermédiaire prise en compte dans les modèles EUV permet d'ajuster l'accord simulation/mesure plus précisément pour ces premiers échantillons
- Les performances en réflectivité et la structure des échantillons Al/Sc semblent robustes au vieillissement selon les mesures sur synchrotron et l'imagerie TEM

- L'ajout d'une couche barrière SiC favorise la réflectivité des structures périodiques Al/Sc lorsque cette dernière est placée à l'interface Al-sur-Sc, ce qui est corrélé à un minimum d'intensité du champ électrique

Dans la seconde partie de l'étude, nous avons utilisé ces résultats pour développer des échantillons multicouches optimisés à deux et trois matériaux Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc, pour atteindre des réflectivités élevées entre 40 nm et 65 nm. Nous avons pu vérifier que l'effet d'un troisième matériau ajouté à l'interface Al-sur-Sc amplifiait la réflectivité des structures multicouches pour des longueurs d'onde comprises entre 40 nm et 65 nm, et que cet effet était d'autant plus marqué à mesure que l'on s'éloignait du seuil du scandium à 43,8 nm. Nous avons même enregistré un record de réflectivité de 57,5% à 44,7 nm pour une multicouche Al/Sc/SiC. De plus, nous avons pu constater que l'inclusion d'une couche intermédiaire à l'interface Sc-sur-Al de 2 nm d'épaisseur dans nos modèles EUV en accord avec les observations TEM de la première partie, et en utilisant les indices optiques les plus fiables définis par le travail effectué au chapitre 3, nous a permis d'obtenir de très bons accords simulation/mesure sur l'ensemble de la gamme spectrale couverte par les mesures sur synchrotron ALS allant de 15 à 80 nm de longueur d'onde. Enfin, les bandes passantes mesurées de ces nouveaux revêtements multicouches sont intéressantes puisqu'on a obtenu :

- une sélectivité très fine de 5,2 nm à 60,6 nm de longueur d'onde avec [Al/Sc] pour une réflectivité de 27,2% contre une bande passante de 6,5 nm pour 23% de réflectivité à 60 nm enregistrée dans la littérature avec un revêtement [Si/Tb],
- une bande passante très large de 11,2 nm à 57,3 nm de longueur d'onde avec [Mo/Al/Sc] pour une réflectivité de 37,4% contre une bande passante de 5,6 nm à 55,7 nm de longueur d'onde pour une réflectivité de 38,8% enregistrée dans la littérature avec un revêtement [AlMg/SiC].

Les perspectives de l'ensemble de cette étude sont nombreuses car des développements sont à poursuivre avec les échantillons à base d'AlMg par exemple, et des analyses complémentaires sur la structure et les propriétés optiques des revêtements seraient intéressantes à poursuivre pour continuer le développement de multicouches à plus de deux matériaux efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde, à large ou à étroite sélectivité. Enfin, ces travaux ont montré une fois de plus la nécessité de mener de nouvelles campagnes de mesures d'indices optiques dans l'EUV pour affiner les modélisations et faciliter le choix des matériaux pour développer des optiques performantes utiles à de multiples communautés scientifiques.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DES TRAVAUX DE THESE

Ces travaux de thèse se sont répartis en trois axes autour du développement de miroirs interférentiels EUV pour la physique solaire. Les particularités du développement de miroirs multicouches efficaces dans cette gamme spectrale imposent une maîtrise et une connaissance précise des propriétés optiques des matériaux, et notamment de leurs indices optiques car il s'agit du paramètre le plus important lorsqu'il s'agit de concevoir des revêtements à haute réflectivité. Or, nous avons vu qu'à cause de l'absorption importante des matériaux et des fluctuations liées aux seuils des matériaux dans cette région spectrale, les indices optiques présentés dans la littérature sont souvent incomplets ou peu fiables, ce qui peut fortement nuire au développement de nouveaux revêtements et à l'étalonnage d'instruments optiques dans l'EUV. On rappelle alors les trois problématiques formulées préalablement en introduction auxquelles nous avons répondu au travers des différents axes présentés dans ces travaux :

- Comment vérifier et choisir les meilleures valeurs d'indices optiques des matériaux utilisés dans la conception des miroirs interférentiels EUV ?
- Comment procéder à l'étalonnage du télescope EUV plein champ de Solar Orbiter malgré les lacunes d'indices optiques relevées ?
- Quelles sont les différentes étapes pour développer des miroirs interférentiels efficaces au-delà de 40 nm de longueur d'onde ?

Afin d'apporter des réponses précises à ces trois problématiques, nous avons structuré ce manuscrit en cinq chapitres distincts. Le premier chapitre était d'abord consacré au contexte scientifique et historique des travaux réalisés, et le second chapitre à la description des méthodes et techniques expérimentales employées. Les trois autres chapitres contiennent les résultats expérimentaux et les interprétations répondant respectivement à chaque problématique posée.

Plus précisément, nous avons décrit la physique des interactions entre le rayonnement X/EUV et la matière dans le **premier chapitre** pour mieux comprendre les particularités et les difficultés liées au développement d'instruments optiques efficaces dans ce domaine. Nous avons aussi présenté l'intérêt et les enjeux scientifiques et sociétaux de l'exploration de la gamme spectrale EUV en astrophysique, et plus particulièrement pour l'étude de l'atmosphère du Soleil, qui motivent ces travaux. On a également montré comment fonctionnent les revêtements interférentiels multicouches, ainsi qu'un état de l'art les associant aux missions d'observation solaire, puisque ce sont ces structures qui permettent actuellement d'obtenir les meilleures performances en incidence normale pour les télescopes imageurs et spectromètres EUV à bord de satellites.

Les moyens expérimentaux et les méthodologies mis en place ont été décrits **dans le deuxième chapitre**. On y a d'abord présenté les méthodes numériques de modélisation et d'optimisation des revêtements interférentiels multicouches dans l'EUV, puis la technique de dépôt de couches minces par pulvérisation cathodique utilisée pour fabriquer les revêtements évoqués dans ce manuscrit. Viennent ensuite les techniques de caractérisation optique et structurale dont les résultats ont été exposés et analysés dans les chapitres expérimentaux : il s'agissait notamment de réflectométrie X en laboratoire et EUV sur synchrotron, de microscopie électronique en transmission avec les techniques de préparation d'échantillons adaptées, de diffraction X et électronique, et enfin de spectroscopie de photoélectrons X.

Dans le troisième chapitre, nous avons traité la première problématique des travaux de thèse sur la détermination des indices optiques des matériaux dans l'EUV les plus adaptés pour fournir des modélisations et des optimisations de revêtements optiques précises. La première étape de ce travail comprenait un état de l'art des tables d'indices optiques des matériaux utilisés - Al, Al₂O₃, Mg, Zr, Sc, SiC, B₄C, Mo, et une comparaison des valeurs tabulées dans la littérature. Ces comparaisons nous ont permis de mettre en évidence les valeurs d'indices plus incertaines près des seuils d'absorption et au-delà de 40 nm de longueur d'onde. A titre d'exemple, parmi les matériaux étudiés, nous avons constaté que l'aluminium montre systématiquement des incertitudes persistantes quelles que soient les tables d'indices utilisées près du seuil d'absorption L_{2,3} à 17 nm et au-delà de 40 nm de longueur d'onde, ce qui a rendu plus complexes toutes les modélisations des filtres et miroirs traités dans les chapitres 4 et 5. Nous avons aussi vu que le molybdène et le zirconium, malgré leur utilisation fréquente dans les structures multicouches et les filtres pour des applications spatiales dans l'EUV, présentent aussi de grandes divergences dans leurs tables d'indices au-delà de 30 nm de longueur d'onde. Par ailleurs, le magnésium dont les constantes optiques dans l'EUV ont été remesurées récemment est l'un des matériaux les moins problématiques avec le carbure de silicium (SiC) et le carbure de bore (B₄C). Une fois ces zones identifiées, nous avons testé différents jeux d'indices optiques en simulant des réponses spectrales en réflectivité ou en transmission d'échantillons mesurés dont la structure est bien connue. La plupart de ces échantillons étaient des filtres ou miroirs de référence pour le télescope EUV plein champ Full Sun Imager de Solar Orbiter. Cette méthodologie nous a permis d'identifier les indices optiques les plus fiables à utiliser en fonction de la région spectrale, et a également mis en lumière la nécessité de mener de nouvelles campagnes de mesures d'indices optiques pour combler les lacunes persistantes des données actuelles.

Dans le quatrième chapitre, nous avons fourni une modélisation complète de la réponse spectrale du télescope EUV plein champ Full Sun Imager de Solar Orbiter dans le cadre de son étalonnage radiométrique. Après avoir décrit la mission et les objectifs de la sonde Solar Orbiter lancée depuis Cape Canaveral en février 2020, on a proposé une méthodologie qui consiste

d'abord à modéliser la réponse spectrale de 1 nm à 100 nm de chaque sous-système optique du Full Sun Imager, c'est-à-dire du filtre d'entrée en aluminium, du miroir interférentiel Al/Mo/SiC bi-bande, et des quatre filtres sélectifs (deux filtres Al/Zr/Al pour sélectionner la raie spectrale à 17,4 nm, et deux filtres Al/Mg/Al pour sélectionner la raie spectrale à 30,4 nm). Pour cela, nous avons recueilli et compilé les données mesurées sur synchrotron pour chaque élément sur des plages spectrales limitées, et nous avons complété ces données par des modélisations à l'aide du travail préalable sur les indices optiques. Nos modélisations sont basées sur des données complémentaires mesurées sur des échantillons témoins ainsi que sur des facteurs correctifs liés aux incertitudes de certaines valeurs d'indices optiques. Ensuite, nous avons fait le produit des réponses spectrales de chaque sous-système optique en incluant la transmission des grilles sur lesquelles les filtres sont montés, pour obtenir la réponse spectrale de l'instrument complet – son efficacité - sur l'ensemble de la gamme EUV. Enfin, nous avons comparé ces modélisations aux mesures d'efficacité de l'instrument complet réalisées sur des régions spectrales restreintes autour des longueurs d'onde d'intérêt principales à 17,4 nm et à 30,4 nm. Le très bon accord constaté entre nos modèles et les mesures valide la démarche d'étalonnage radiométrique présentée ici, aux incertitudes d'indices optiques près. La réponse spectrale modélisée hors-bandes permettra une interprétation plus précise des images prises par le Full Sun Imager. De plus, nous avons aussi pris en considération l'uniformité de la réponse spectrale influencée par de légers écarts d'épaisseurs dans la structure multicouche du miroir bi-bande en son centre et sur ses bords, ce qui induit un décalage sensible du pic de réflectivité à 17,4 nm vers les courtes longueurs d'onde. Les fichiers associés à ce travail d'étalonnage radiométrique seront prochainement mis en ligne pour permettre une analyse et une interprétation plus poussée des données récoltées par le Full Sun Imager.

Après avoir fait la lumière sur les indices optiques des matériaux dans l'EUV et avoir fourni une réponse spectrale globale du télescope Full Sun Imager pour son étalonnage radiométrique, nous avons proposé de nouveaux revêtements multicouches à haute réflectivité entre 40 nm et 65 nm de longueur d'onde en associant l'aluminium et le scandium dans **le cinquième chapitre**. Pour cela, nous avons commencé par mettre en évidence les réflectivités les plus hautes atteintes expérimentalement dans la littérature actuelle, tout en rappelant que peu d'instruments d'observation solaire aux performances optimisées au-delà de 40 nm existent à cause des lacunes dans les indices optiques, et de l'absorption de la plupart des matériaux dans cette région spectrale. Ensuite, nous avons exposé la méthodologie mise en place pour sélectionner les matériaux les plus pertinents à associer dans ce domaine avec de premières optimisations théoriques. Dès lors, on a développé et analysé plusieurs échantillons multicouches périodiques Al/Sc et AlMg/Sc d'épaisseurs différentes pour en caractériser les propriétés optiques par réflectométrie X et EUV sur synchrotron, puis leurs propriétés structurales par diffraction X et électronique, par microscopie électronique en transmission

et par spectroscopie de photoélectrons X. Une seconde série de mesures de réflectivité sur synchrotron plusieurs mois après la fabrication des échantillons Al/Sc et l'imagerie par microscopie électronique près d'un an et demi plus tard nous permet d'établir que les performances et la structure de ces empilements résistent au temps de façon satisfaisante. L'ensemble des résultats d'analyse nous a permis d'établir l'existence d'une couche d'interface pouvant mesurer jusqu'à 3 nm d'épaisseur au sein de la structure Al/Sc composée d'un alliage partiellement cristallisé AlSc et Al₃Sc.

Ainsi nous avons pu établir un modèle plus complexe de la structure grâce à l'implémentation d'une couche d'interface, et l'ajustement de ce paramètre nous permet d'obtenir des accords simulations-mesures de réflectivités très précises à l'aide des données expérimentales mesurées de 15 nm à 80 nm de longueur d'onde sur la ligne 6.3.2. du synchrotron *Advanced Light Source* de Berkeley. A cela s'ajoute l'étude de l'effet d'une couche barrière en SiC qui semble augmenter sensiblement la réflectivité du revêtement périodique Al/Sc lorsque cette couche barrière est localisée à l'interface Al-sur-Sc. Dans un second temps, des revêtements interférentiels Al/Sc, Al/Sc/SiC et Mo/Al/Sc sont développés et optimisés pour atteindre de hautes réflectivités entre 40 nm et 65 nm car il s'agit d'une région encore peu explorée qui couvre des raies spectrales de l'atmosphère solaire telles que Ne VII à 46,7 nm, He I à 58,4 nm et O V à 63 nm. On atteint alors des valeurs de réflectivités supérieures à 50% au-delà de 40 nm pour Al/Sc et Al/Sc/SiC, avec notamment un record enregistré pour Al/Sc/SiC avec 57,5% de réflectivité à 44,7 nm de longueur d'onde, et une réflectivité de 46,5% à 51 nm. De plus, on reporte la valeur de bande passante la plus large enregistrée à 57,3 nm pour Mo/Al/Sc avec une valeur de 11,2 nm, et la plus étroite pour Al/Sc à 60,6 nm avec 5,2 nm. Des valeurs de réflectivité très intéressantes sont aussi atteintes pour Al/Sc avec 27,2% de réflectivité à 60,6 nm de longueur d'onde, ou encore 37,4% pour Mo/Al/Sc à 57,3 nm de longueur d'onde. Par ailleurs, une fois de plus, les informations structurales obtenues dans la première partie de l'étude couplées au travail préalable sur les indices optiques permettent de développer des modèles comprenant des couches d'interface intermédiaires, qui s'accordent de façon très satisfaisante avec les mesures de réflectivité relevées sur l'ensemble de la gamme spectrale entre 15 nm et 80 nm de longueur d'onde. En conclusion, ces résultats prometteurs placent les revêtements multicouches à base d'Al/Sc en excellents candidats pour le développement d'une future génération d'instruments d'observation solaire dans l'EUV.

Comme nous l'avons expliqué au préalable, les recherches menées dans le cadre de ces travaux de thèse sont essentiellement motivées par les applications en physique solaire. L'étalonnage du télescope EUV Full Sun Imager et le développement de nouveaux miroirs Al/Sc efficaces entre 40 nm et 65 nm répondent explicitement aux besoins dans ce domaine. Néanmoins, les travaux effectués sur les indices optiques des matériaux et le développement de miroirs interférentiels à base d'Al/Sc, qui comprend de nombreux résultats de techniques d'analyses variées, ont aussi pour but d'apporter

de nouvelles contributions pour des communautés scientifiques diverses en instrumentation optique XUV, mais aussi en science des matériaux. On peut considérer également un fort impact potentiel de ces travaux pour des applications concrètes en physique attoseconde, pour les diagnostics X, les optiques pour synchrotrons ou encore la microscopie X.

Les principaux axes de recherche présentés dans ce manuscrit ont permis de répondre aux problématiques initiales et les principaux objectifs visés ont été atteints. Cependant, nous devons aussi revenir sur les limites de nos travaux qui ouvriront des perspectives de recherche futures. On peut principalement évoquer la méthodologie de sélection des indices optiques qui s'est avérée essentielle pour la réussite des deux autres axes de recherche bien qu'elle ne soit pas infaillible. Elle a révélé la nécessité de mettre en œuvre de nouvelles campagnes de mesures d'indices optiques dans l'EUV pour les matériaux présentant des incertitudes ou des lacunes majeures. L'étalonnage radiométrique du télescope Full Sun Imager et le développement des nouveaux revêtements interférentiels Al/Sc sont impactés par ces incertitudes d'indices ; les modélisations proposées dans ces travaux pourront toujours être revues et améliorées dès lors que de nouvelles constantes optiques seront disponibles pour les matériaux concernés. Par ailleurs, au-delà des constantes optiques, l'étalonnage de FSI étant le résultat d'une combinaison de mesures et de modélisations, si l'analyse des futures images révèle des défauts d'étalonnage, alors il sera possible de reprendre les données mises à disposition pour apporter les corrections nécessaires. Le principal avantage de ces travaux est que la réponse optique de chaque composant de l'instrument est connue, et que les zones d'incertitudes sont clairement identifiables. Par conséquent, l'étalonnage pourra être corrigé et perfectionné si nécessaire. De plus, cette même démarche pourra aussi être appliquée à l'étalonnage du second télescope imageur EUV à haute résolution de Solar Orbiter, HRI_{EUV}.

Enfin, pour les nouveaux miroirs interférentiels optimisés au-delà de 40 nm de longueur d'onde, nous n'avons exploré qu'une fraction des possibilités en choisissant l'aluminium et le scandium comme matériaux à la base des nouvelles structures proposées. Encore une fois, les modélisations sont limitées par les indices optiques dans cette région spectrale, et c'est pourquoi l'état de l'art couplé aux essais expérimentaux étaient totalement indispensables au succès de ce projet. Nous avons également présenté des résultats partiels peu concluants sur l'alliage AlMg couplé au scandium, néanmoins de précédents travaux indiquent qu'il s'agit d'un alliage à fort potentiel dans cette région du spectre et nous en restons persuadés. Le manque de temps et le problème rencontré avec la cible nous ont amenés à recentrer nos recherches autour du couple Al/Sc et des combinaisons optimisées à trois matériaux. Il serait néanmoins intéressant de poursuivre l'étude des structures multicouches à base d'AlMg pour cette gamme spectrale.

Au cours de cette thèse, nous avons été impliqué dans le lancement d'un nouveau projet de développement de miroir à large bande passante de 17,1 nm à 21,5 nm de longueur d'onde pour le prochain spectromètre spatial Solar-C de l'Agence Spatiale Japonaise dédié à l'étude de la couronne solaire. La particularité du spectromètre par rapport aux télescopes évoqués dans ces travaux de thèse est que son fonctionnement repose sur le développement d'un revêtement réfléchissant sur une large bande passante dans l'EUV déposé sur un réseau de diffraction en réflexion. Nous avons été sollicités pour l'étude de faisabilité de ce projet, et nous avons modélisé un revêtement multicouche apériodique (c'est-à-dire constitué de couches minces de matériaux dont les épaisseurs sont ajustées individuellement) qui correspond au cahier des charges imposant une réflectivité significative entre 17,1 nm et 21,5 nm, avec un profil suffisamment plat entre ces valeurs, et une extinction franche en dehors de cette bande passante (Figure 132). Pour la sélection des matériaux, nous avons choisi la même combinaison Al/Mo/SiC utilisée pour le Full Sun Imager et le High Resolution Imager EUV de Solar Orbiter étant donné que ces matériaux ont prouvé leur efficacité et leur robustesse en conditions extrêmes. La méthodologie mise en place pour obtenir un tel revêtement apériodique est exposée en annexe (voir TFCalc). Pour prendre en considération des facteurs expérimentaux tels que la rugosité ou l'oxydation de surface, nous avons utilisé IMD comme pour les autres revêtements du manuscrit. Les résultats issus de ces modélisations ont permis au groupe Optique XUV d'être sélectionné par la JAXA pour poursuivre le développement du projet Solar-C, en collaboration avec l'IAS.

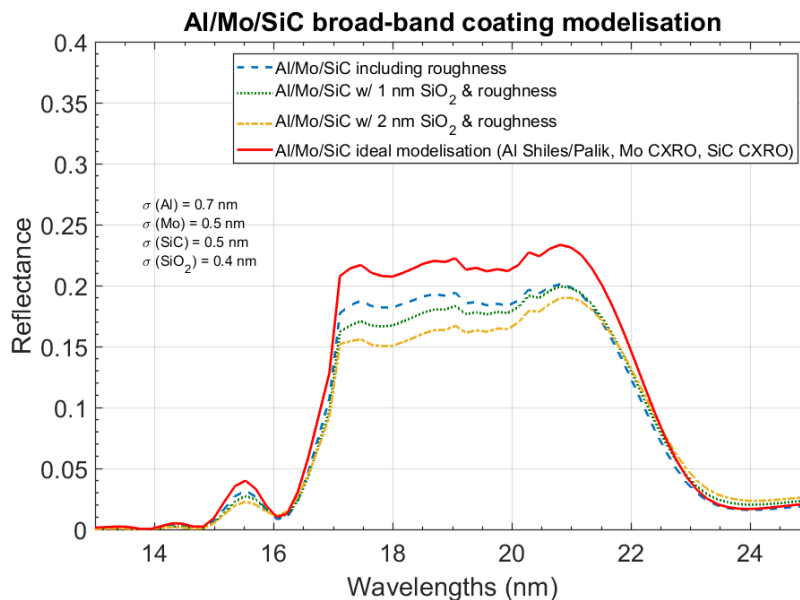


Figure 132. Modélisation d'un revêtement apériodique Al/Mo/SiC à large bande passante retenue pour le projet de développement du spectromètre EUV de Solar-C

ANNEXE

1. TFCALC

Autre programme de modélisation, *TFCalc* est un logiciel commercial de conception de revêtement interférentiel. Conçu pour le domaine spectral UV, visible et infrarouge, il est aussi possible d'y implémenter les bases de données d'indices optiques X/EUV. Il dispose d'algorithmes d'optimisation (Simplex, Gradient, Variable metrics) utiles pour développer des fonctions complexes à base de revêtements interférentiels aperiodiques, comme celui présenté pour le spectromètre de Solar-C.

Si l'on souhaite développer un filtre optique constitué d'un revêtement interférentiel multicouche particulier, on doit d'abord définir un **gabarit** spectral idéal représentatif de notre objectif. Pour cela, on indique des valeurs de réflectivité visées – cibles - pour des longueurs d'onde, angle et matériaux désirés. En partant d'un modèle multicouche simple avec ces paramètres initiaux et un nombre de couches fixé, on peut ensuite utiliser l'algorithme d'optimisation qui cherchera à minimiser une fonction d'erreur appelée « fonction de mérite » (F). Le principe est de réduire au maximum l'écart entre la réflectivité calculée (R) du revêtement et la réflectivité visée (R^0 valeur cible) pour m cibles :

$$F = \left(\frac{1}{m} \sum_{j=1}^m \left| \frac{R_j^0 - R_j}{Tol_j} \right|^k \right)^{1/k} \quad (43)$$

où :

- m est le nombre de cibles à optimiser ;
- Tol le facteur de poids pour chaque cible, la tolérance ;
- k est un entier défini au départ qui, plus il est élevé, plus il contraint la méthode à égaliser les déviations des différentes cibles. Il peut prendre les valeurs 1, 2, 4, 8, 16 ou alors Max. Pour $k = Max$, la fonction de mérite est définie comme le maximum des écarts, et comme cette fonction n'est pas continue, seule la méthode Simplex fonctionne.

A noter que pour des valeurs cibles continues, la somme discrète de la fonction de mérite prend la forme d'une intégrale.

Plus concrètement, on peut illustrer le principe de TFCalc pour développer un revêtement aperiodique efficace dans l'EUV avec les figures et les tableaux suivants (Figure 133 & Figure 134). Le but est d'obtenir un miroir interférentiel à large bande passante avec le profil le plus plat possible, et une réflectivité significative de 17 nm à environ 21,5 nm en longueur d'onde.

En premier lieu, on choisit de procéder avec 3 matériaux Al, Mo et SiC que l'on sélectionne dans cet ordre sur un substrat en silicium classique. On indique aussi que l'on souhaite un revêtement de 9 couches seulement pour commencer, puis on implémente des cibles continues correspondant à l'objectif visé. Dans le premier cas, on fixe une réflectivité visée supérieure à 20% entre 17 et 21,5 nm, avec une valeur de tolérance de 0,5 (la valeur doit être comprise entre 0 et 1, une valeur faible de tolérance met plus de poids sur la cible sélectionnée) et une valeur de k fixée à 4 (Figure 133).

Tableau (a)	Cible continue #1
Longueur d'onde (début)	17,0
Longueur d'onde (fin)	21,5
Angle à la normale (°)	5,0
Cible (début)	> 20 %
Cible (fin)	> 20 %
Tolérance	0,5

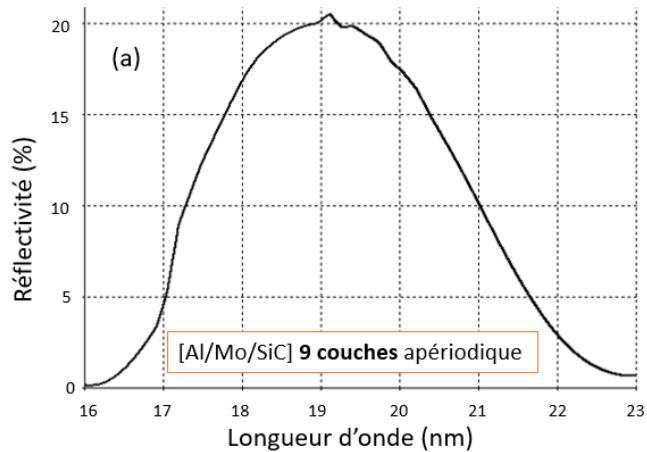


Figure 133. Premières valeurs cibles et résultat associé pour un revêtement [Al/Mo/SiC] apériodique à 9 couches par TFCalc

Ensuite, on affine le processus en créant plusieurs cibles pour différentes régions en longueur d'onde. On peut ainsi choisir des valeurs cibles plus élevées, ajouter un contraste de tolérance pour compenser les zones les plus difficiles à modéliser en réflectivité, et bien sûr augmenter la valeur de k progressivement à 8, 16 ou encore Max, ce qui va allonger le temps de calcul. On peut également implémenter des valeurs cibles ponctuelles pour des longueurs d'ondes particulières couplées aux cibles continues initiales. Si cela ne suffit toujours pas, on peut faire appel à la procédure « Needle » (la méthode de « l'aiguille ») de TFCalc [116]. Par cette méthode, le logiciel va optimiser le design par une procédure locale (« Variable Metrics » ou « Gradient » - il ne faudra donc pas que la valeur de k soit « Max » dans ce cas) puis déterminer la position optimale dans l'empilement pour insérer une couche fine de matériau supplémentaire. Il va ajuster l'épaisseur de chaque couche puis réitérer l'opération jusqu'à obtenir un résultat satisfaisant nos objectifs (Figure 134) déterminé soit par un nombre d'itérations défini initialement, soit par validation d'un critère de convergence.

Tableau (b)	Cible continue #1	Cible continue #2
Longueur d'onde (début)	16,8	18,1
Longueur d'onde (fin)	18,0	21,5
Angle à la normale (°)	5,0	5,0
Cible (début)	> 25 %	> 30%
Cible (fin)	> 35 %	> 30%
Tolérance	0,2	0,1

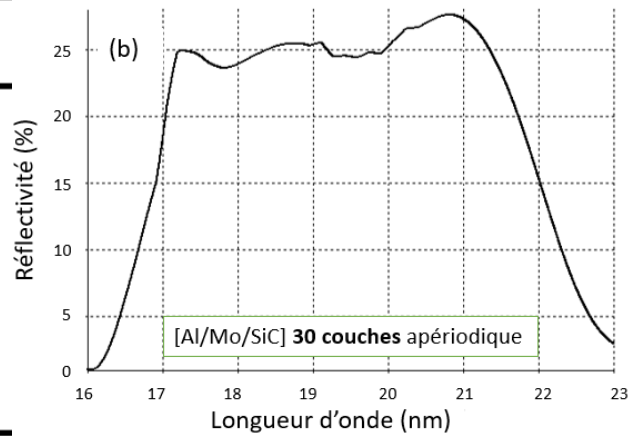


Figure 134. Valeurs cibles affinées et résultat associé pour un revêtement [Al/Mo/SiC] apériodique à 30 couches par TFCalc

En suivant ces étapes, on obtient finalement un modèle de revêtement apériodique de 30 couches présentant un profil en réflectivité théorique moyen de 25% entre 17 nm et 21,5 nm en longueur d'onde. Pour aller plus loin, on retournera sur IMD pour simuler des effets de rugosité, d'oxydation et tout autre paramètre nous permettant d'anticiper et de nous rapprocher des résultats expérimentaux.

2. MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE

La microscopie à force atomique (AFM pour Atomic Force Microscopy) permet de caractériser la topographie et la rugosité de la surface d'un échantillon. Le principe est d'utiliser une pointe mécanique en silicium dopé ou en nitrure de silicium de quelques microns pour balayer la surface à analyser. La pointe fixée au bout d'un micro-levier interagit avec les atomes de la surface selon les forces de Van der Waals. Une boucle rétroactive d'asservissement de position de la pointe se fait au moyen d'une diode laser visant le micro-levier. Le faisceau laser est réfléchi sur des photodiodes préalablement calibrées et la variation de luminosité liée au déplacement de la pointe est traduite en signal électrique pour corriger la position.

Nous avons eu recours à cette technique disponible au laboratoire de métrologie optique du synchrotron SOLEIL pour caractériser le profil des réseaux de diffraction tests utilisés pour le développement du spectromètre EUV de Solar-C. Le système AFM utilisé (NX 20 Park) est caractérisé par un bruit de mesure de 30 pm rms, un champ observable est de 90 x 90 µm ce qui correspond à un balayage possible de 1204 lignes sur 500 nm avec une incertitude absolue de 3 nm sur la hauteur z. La résolution latérale est limitée par la taille de la pointe de quelques nanomètres. Une telle sensibilité nécessite l'isolation thermique et phonique de l'ensemble afin de ne pas créer d'artefacts lors de la mesure.

REFERENCES

1. J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, J. Brunaud, A. H. Gabriel, J. F. Hochedez, F. Millier, X. Y. Song, B. Au, K. P. Dere, and R. A. Howard, *Solar Physics* **162**, 291 (1995).
2. J.-P. Wuelser, J. R. Lemen, T. D. Tarbell, C. J. Wolfson, J. C. Cannon, B. A. Carpenter, D. W. Duncan, G. S. Gradwohl, S. B. Meyer, A. S. Moore, R. L. Navarro, J. D. Pearson, G. R. Rossi, L. A. Springer, R. A. Howard, J. D. Moses, J. S. Newmark, J.-P. Delaboudiniere, G. E. Artzner, F. Auchere, M. Bougnet, P. Bouyries, F. Bridou, J.-Y. Clotaire, G. Colas, F. Delmotte, A. Jerome, M. Lamare, R. Mercier, M. Mullet, M.-F. Ravet, X. Song, V. Bothmer, and W. Deutsch, in S. Fineschi and M. A. Gummin, eds. (2004), p. 111.
3. J. R. Lemen, A. M. Title, D. J. Akin, P. F. Boerner, C. Chou, J. F. Drake, D. W. Duncan, C. G. Edwards, F. M. Friedlaender, G. F. Heyman, N. E. Hurlburt, N. L. Katz, G. D. Kushner, M. Levay, R. W. Lindgren, D. P. Mathur, E. L. McFeaters, S. Mitchell, R. A. Rehse, C. J. Schrijver, L. A. Springer, R. A. Stern, T. D. Tarbell, J.-P. Wuelser, C. J. Wolfson, C. Yanari, J. A. Bookbinder, P. N. Cheimets, D. Caldwell, E. E. Deluca, R. Gates, L. Golub, S. Park, W. A. Podgorski, R. I. Bush, P. H. Scherrer, M. A. Gummin, P. Smith, G. Aufer, P. Jerram, P. Pool, R. Soufli, D. L. Windt, S. Beardsley, M. Clapp, J. Lang, and N. Waltham, *Solar Physics* **275**, 17 (2012).
4. P. Rochus, F. Auchere, D. Berghmans, and E. Al, *A&A* (2020).
5. W. C. Röntgen, *Sitzungsberichte Med. Phys. Gesellschaft Würzburg* 137 (1895).
6. E. Spiller, (SPIE Press, 1994).
7. H. A. MacLeod, (CRC Press, 2001).
8. D. Attwood and A. Sakdinawat, (Cambridge University Press, 2017).
9. L. G. Parratt, *Phys. Rev.* **95**, 359 (1954).
10. M. Barstow, A. and J. Holberg, B., Cambridge University Press (2003).
11. R. Cruddace, F. Paresce, S. Bowyer, and M. Lampton, *The Astrophysical Journal* **187**, 497 (1974).
12. R. Giacconi, G. Branduardi, U. Briel, A. Epstein, D. Fabricant, E. Feigelson, W. Forman, P. Gorenstein, J. Grindlay, H. Gursky, F. R. Harnden, J. P. Henry, C. Jones, E. Kellogg, D. Koch, S. Murray, E. Schreier, F. Seward, H. Tananbaum, K. Topka, L. Van Speybroeck, S. S. Holt, R. H. Becker, E. A. Boldt, P. J. Serlemitsos, G. Clark, C. Canizares, T. Markert, Novick. R., D. Helfand, and K. Long, *ApJ* **230**, 540 (1979).
13. B. G. Taylor, R. D. Andresen, A. Peacock, and R. Zobl, in *X-Ray Astronomy*, R. D. Andresen, ed. (Springer Netherlands, 1981), pp. 479–494.
14. J. Trümper, *Advances in Space Research* **2**, 241 (1982).
15. K. A. Pounds and et al., *VizieR Online Data Catalog* **726**, (1993).
16. J. P. Pye, P. A. McGale, D. J. Allan, C. R. Barber, D. Bertram, M. Denby, C. G. Page, M. J. Ricketts, B. C. Stewart, and R. G. West, *Monthly Notes Royal Astronomical Society* (1995).
17. M. M. Sirk, J. V. Vallerga, D. S. Finley, P. Jelinsky, and R. F. Malina, *The Astrophysical Journal Supplement Series* **110**, 347 (1997).
18. J. J. Bloch, F. P. Ameduri, W. C. Priedhorsky, D. C. Roussel-Dupre, B. W. Smith, O. H. W. Siegmund, S. L. Cully, J. K. Warren, and G. A. Gaines, in *EUV, X-Ray, and Gamma-Ray Instrumentation for Astronomy* (International Society for Optics and Photonics, 1990), **1344**, pp. 154–164.
19. M. P. Kowalski, F. B. Berendse, T. W. B. Jr, W. R. Hunter, K. F. Heidemann, R. Lenke, A. Seifert, and R. G. Cruddace, in *Space Telescopes and Instrumentation II: Ultraviolet to Gamma Ray* (International Society for Optics and Photonics, 2006), **6266**, p. 62660W.
20. F. K. Baganoff, Y. Maeda, M. Morris, M. W. Bautz, W. N. Brandt, W. Cui, J. P. Doty, E. D. Feigelson, G. P. Garmire, S. H. Pravdo, G. R. Ricker, and L. K. Townsley, *ApJ* **591**, 891 (2003).
21. P. Predehl, H. Böhringer, H. Brunner, M. Brusa, V. Burwitz, N. Cappelluti, E. Churazov, K. Dennerl, M. Freyberg, P. Friedrich, G. Hasinger, E. Kendziorra, I. Kreykenbohm, C. Schmid, J. Wilms, G. Lamer, N. Meidinger, M. Mühlegger, M. Pavlinsky, J. Robrade, A. Santangelo, J. Schmitt, A. Schwobe, M. Steinmetz, L. Strüder, R. Sunyaev, and C. Tenzer, *AIP Conference Proceedings* **1248**, 543 (2010).
22. D. F. Elmore, T. Rimmele, R. Casini, S. Hegwer, J. Kuhn, H. Lin, J. P. McMullin, K. Reardon, W. Schmidt, A. Tritschler, and F. Wöger, in *Ground-Based and Airborne Instrumentation for Astronomy V* (International Society for Optics and Photonics, 2014), **9147**, p. 914707.

23. M. J. Aschwanden, *Pour la Science* (2005).
24. K. P. Dere, G. Del Zanna, P. R. Young, E. Landi, and R. S. Sutherland, *The Astrophysical Journal Supplement Series* **241**, 22 (2019).
25. M.-F. Ravet, F. Bridou, X. Zhang-Song, A. Jerome, F. Delmotte, R. Mercier, M. Bougnet, P. Bouyries, and J.-P. Delaboudiniere, in *Advances in Optical Thin Films* (International Society for Optics and Photonics, 2004), **5250**, pp. 99–108.
26. L. Nevot, B. Pardo, and J. Corno, *Rev. Phys. Appl. (Paris)* **23**, 1675 (1988).
27. L. Nevot and P. Croce, *Revue de Physique appliquée* **15**, 761 (1980).
28. J. DuMond and J. P. Youtz, *Journal of Applied Physics* **11**, 357 (1940).
29. E. Spiller, *Appl. Phys. Lett.* **20**, 365 (1972).
30. E. Spiller, *Applied Optics* **15**, 2333 (1976).
31. L. Golub, G. Nystrom, E. Spiller, and J. Wilczynski, in *Applications of Thin Film Multilayered Structures to Figured X-Ray Optics* (International Society for Optics and Photonics, 1985), **0563**, pp. 266–274.
32. R. A. M. Keski-Kuha, R. J. Thomas, G. L. Epstein, and J. F. Osantowski, in *Applications of Thin Film Multilayered Structures to Figured X-Ray Optics* (International Society for Optics and Photonics, 1985), **0563**, pp. 299–305.
33. J. H. Underwood, M. E. Bruner, B. M. Haisch, W. A. Brown, and L. W. Acton, *Science* **238**, 61 (1987).
34. S. Lowenthal, in *X-Rays from Laser Plasmas* (International Society for Optics and Photonics, 1988), **0831**, pp. 102–112.
35. J. F. Seely, C. M. Brown, G. E. Holland, R. W. Lee, J. C. Moreno, B. J. MacGowan, C. A. Back, L. B. Da Silva, and A. S. Wan, *Physics of Plasmas* **1**, 1997 (1994).
36. F. Bridou, R. Mercier, A. Raynal, J. Y. Clotaire, C. Colas, P. Fournet, M. Idir, G. Soullié, C. Remond, and P. Troussel, *Review of Scientific Instruments* **73**, 3789 (2002).
37. N. M. Ceglie, D. G. Stearns, and A. M. Hawryluk, in *Applications of Thin Film Multilayered Structures to Figured X-Ray Optics* (International Society for Optics and Photonics, 1985), **0563**, pp. 360–366.
38. J. Kirz and H. Rarback, *Review of Scientific Instruments* **56**, 1 (1985).
39. J. H. Underwood, T. W. Barbee, and C. Frieber, *Appl. Opt., AO* **25**, 1730 (1986).
40. T. W. Barbee, S. Mrowka, and M. C. Hettrick, *Applied Optics* **24**, 883 (1985).
41. G. Boella, R. C. Butler, G. C. Perola, L. Piro, L. Scarsi, and J. a. M. Bleeker, *Astron. Astrophys. Suppl. Ser.* **122**, 299 (1997).
42. M. C. Weisskopf, H. D. Tananbaum, L. P. V. Speybroeck, and S. L. O’Dell, in *X-Ray Optics, Instruments, and Missions III* (International Society for Optics and Photonics, 2000), **4012**, pp. 2–16.
43. F. E. Christensen, A. C. Jakobsen, N. F. Brejnholt, K. K. Madsen, A. Hornstrup, N. J. Westergaard, J. Momberg, J. Koglin, A. M. Fabricant, M. Stern, W. W. Craig, M. J. Pivovarov, and D. Windt, in S. L. O’Dell and G. Pareschi, eds. (2011), p. 81470U.
44. M. Yamamoto and T. Namioka, *Appl. Opt., AO* **31**, 1622 (1992).
45. J. Gautier, F. Delmotte, M. Roulliay, F. Bridou, M.-F. Ravet, and A. Jérôme, *Applied optics* **44**, 384 (2005).
46. B. N. Handy, L. W. Acton, C. C. Kankelborg, C. J. Wolfson, D. J. Akin, M. E. Bruner, R. Carvalho, R. C. Catura, R. Chevalier, and D. W. Duncan, *Solar Physics* **187**, 229 (1999).
47. S. N. Kuznetsov, K. Kudela, S. P. Ryumin, and Y. V. Gotselyuk, *Advances in Space Research* **30**, 1857 (2002).
48. J. L. Culhane, L. K. Harra, A. M. James, K. Al-Janabi, L. J. Bradley, R. A. Chaudry, K. Rees, J. A. Tandy, P. Thomas, M. C. R. Whillock, B. Winter, G. A. Doschek, C. M. Korendyke, C. M. Brown, S. Myers, J. Mariska, J. Seely, J. Lang, B. J. Kent, B. M. Shaughnessy, P. R. Young, G. M. Simnett, C. M. Castelli, S. Mahmoud, H. Mapson-Menard, B. J. Probyn, R. J. Thomas, J. Davila, K. Dere, D. Windt, J. Shea, R. Hagood, R. Moye, H. Hara, T. Watanabe, K. Matsuzaki, T. Kosugi, V. Hansteen, and Ø. Wikstol, *Solar Physics* **243**, 19 (2007).
49. F. Auchère, M.-F. Ravet-Krill, J. D. Moses, F. Rouesnel, J.-P. Moalic, D. Barbet, C. Hecquet, A. Jérôme, R. Mercier, and J.-C. Leclec’h, in *Solar Physics and Space Weather Instrumentation II* (International Society for Optics and Photonics, 2007), **6689**, p. 66890A.
50. A. BenMoussa, I. E. Dammasch, J.-F. Hochedez, U. Schühle, S. Koller, Y. Stockman, F. Scholze, M. Richter, U. Kroth, C. Laubis, M. Dominique, M. Kretzschmar, S. Mekaoui, S. Gissot, A. Theissen, B.

- Giordanengo, D. Bolsee, C. Hermans, D. Gillotay, J.-M. Defise, and W. Schmutz, *Astronomy & Astrophysics* **508**, 1085 (2009).
51. K. Kobayashi, J. Cirtain, A. R. Winebarger, K. Korreck, L. Golub, R. W. Walsh, B. De Pontieu, C. DeForest, A. Title, S. Kuzin, S. Savage, D. Beabout, B. Beabout, W. Podgorski, D. Caldwell, K. McCracken, M. Ordway, H. Bergner, R. Gates, S. McKillop, P. Cheimets, S. Platt, N. Mitchell, and D. Windt, *Sol Phys* **289**, 4393 (2014).
 52. D. Jankovicová, Z. Vörös, and J. Simkanin, *Nonlinear Processes in Geophysics* **15**, 53 (2008).
 53. D. J. Knipp, B. J. Fraser, M. A. Shea, and D. F. Smart, *Space Weather* **16**, 1635 (2018).
 54. D. L. Windt, *Computers in Physics* **12**, 360 (1998).
 55. D. G. Stearns, *Journal of Applied Physics* **65**, 491 (1989).
 56. J. Gautier, Thèse de l'Université Paris-Sud effectuée au Laboratoire Charles Fabry de l'Institut d'Optique (2005).
 57. P. French, G. Krijnen, and F. Roozeboom, *Microsystems & Nanoengineering* **2**, 1 (2016).
 58. J. H. Underwood and E. M. Gullikson, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* **92**, 265 (1998).
 59. E. M. Gullikson, S. Mrowka, and B. B. Kaufmann, in *Emerging Lithographic Technologies V* (International Society for Optics and Photonics, 2001), **4343**, pp. 363–373.
 60. J. P. Benedict, R. Anderson, S. J. Klepeis, and M. Chaker, *MRS Online Proceedings Library Archive* **199**, (1990).
 61. L. R. Marcos, J. I. Larruquert, M. Vidal-Dasilva, J. A. Aznárez, S. García-Cortés, J. A. Méndez, L. Poletto, F. Frassetto, A. Marco Malvezzi, D. Bajoni, A. Giglia, N. Mahne, and S. Nannarone, *Appl. Opt.* **54**, 1910 (2015).
 62. R. Soufli, F. Delmotte, J. Meyer-Ilse, F. Salmassi, N. Brejnholt, S. Massahi, D. Girou, F. Christensen, and E. M. Gullikson, *Journal of Applied Physics* **125**, 085106 (2019).
 63. D. Joyeux, F. Polack, and D. Phalippou, *Review of Scientific Instruments* **70**, 2921 (1999).
 64. G. S. M. Jansen, X. Liu, K. S. E. Eikema, and S. Witte, *Opt. Lett.* **44**, 3625 (2019).
 65. C. M. Herzinger, B. Johs, W. A. McGahan, J. A. Woollam, and W. Paulson, *Journal of Applied Physics* **83**, 3323 (1998).
 66. R. H. French, H. Müllejans, and D. J. Jones, *Journal of the American Ceramic Society* **81**, 2549 (1998).
 67. H. -G. Birken, C. Blessing, C. Kunz, and R. Wolf, *Review of Scientific Instruments* **60**, 2223 (1989).
 68. B. L. Henke, E. M. Gullikson, and J. C. Davis, in *Atomic Data and Nuclear Data Tables* (1993), **54**, pp. 181–342.
 69. E. M. Gullikson, P. Denham, S. Mrowka, and J. H. Underwood, *Phys. Rev., B Condens. Matter* **49**, 16283 (1994).
 70. E. D. Palik, ed., 6. Nachdr. (Acad. Press, 1985).
 71. J. H. Weaver, C. Krafka, D. W. Lynch, and E. E. Koch, (1981), **Vol. 18-1, Vol. 18-2**.
 72. E. D. Palik, Academic Press (1991).
 73. G. M. Blumenstock, R. A. M. Keski-Kuha, and M. L. Ginter, in *X-Ray and Extreme Ultraviolet Optics* (International Society for Optics and Photonics, 1995), **2515**, pp. 558–565.
 74. R. Soufli, A. L. Aquila, F. Salmassi, M. Fernández-Perea, and E. M. Gullikson, *Applied optics* **47**, 4633 (2008).
 75. C. Tarrío, R. N. Watts, T. B. Lucatorto, J. M. Slaughter, and C. M. Falco, *Applied optics* **37**, 4100 (1998).
 76. M. Vidal-Dasilva, A. L. Aquila, E. M. Gullikson, F. Salmassi, and J. I. Larruquert, *Journal of Applied Physics* **108**, 063517 (2010).
 77. A. Daudé, A. Savary, G. Jezequel, and M. S. Robin, *Optics Communications* **1**, 237 (1969).
 78. H.-J. Hagemann, W. Gudat, and C. Kunz, *JOSA* **65**, 742 (1975).
 79. R. Soufli and E. M. Gullikson, *Applied Optics* **37**, 1713 (1998).
 80. A. L. Aquila, F. Salmassi, E. M. Gullikson, F. Eriksson, and J. Birch, in R. Soufli and J. F. Seely, eds. (2004), p. 64.
 81. Y. A. Uspenskii, J. F. Seely, N. L. Popov, A. V. Vinogradov, Y. P. Pershin, and V. V. Kondratenko, *JOSA A* **21**, 298 (2004).
 82. M. Fernández-Perea, J. I. Larruquert, J. A. Aznárez, J. A. Méndez, L. Poletto, A. M. Malvezzi, A. Giglia, and S. Nannarone, *Journal of the Optical Society of America A* **23**, 2880 (2006).
 83. J. B. Kortright and D. L. Windt, *Applied optics* **27**, 2841 (1988).

84. J. I. Larruquert, A. P. Pérez-Marín, S. García-Cortés, L. R. Marcos, J. A. Aznárez, and J. A. Méndez, *J. Opt. Soc. Am. A*, JOSAA **28**, 2340 (2011).
85. D. L. Windt, W. C. Cash, M. Scott, P. Arendt, B. Newnam, R. F. Fisher, and A. B. Swartzlander, *Applied Optics* **27**, 246 (1988).
86. H. Godard and G. HP, An insight into the corrosion behavior of aluminium (1981).
87. B. I. Johnson, T. G. Avval, G. T. Hodges, V. Carver, K. Membreno, D. D. Allred, and M. R. Linford, in *Astronomical Optics: Design, Manufacture, and Test of Space and Ground Systems II* (International Society for Optics and Photonics, 2019), **11116**, p. 111160O.
88. J. van den Brand, P. C. Snijders, W. G. Sloof, H. Terryn, and J. H. W. de Wit, *J. Phys. Chem. B* **108**, 6017 (2004).
89. T. Ejima, A. Yamazaki, T. Banse, K. Saito, Y. Kondo, S. Ichimaru, and H. Takenaka, *Applied Optics* **44**, 5446 (2005).
90. R. Soufli, M. Fernández-Perea, S. L. Baker, J. C. Robinson, J. Alameda, and C. C. Walton, *Applied Physics Letters* **101**, 043111 (2012).
91. E. Meltchakov, S. De Rossi, R. Mercier, F. Varniere, A. Jérôme, F. Auchere, X. Zhang, M. Roulliay, and F. Delmotte, in *Damage to VUV, EUV, and X-Ray Optics IV; and EUV and X-Ray Optics: Synergy between Laboratory and Space III* (International Society for Optics and Photonics, 2013), **8777**, p. 87771C.
92. F. Delmotte, E. Meltchakov, S. de Rossi, F. Bridou, A. Jérôme, F. Varnière, R. Mercier, F. Auchère, X. Zhang, B. Borgo, C. Dumesnil, S. François, M. Roulliay, and U. Strauch, in *Proc. SPIE, Solar Physics and Space Weather Instrumentation V*, S. Fineschi and J. Fennelly, eds. (SPIE, 2013), **8862**, p. 88620A.
93. N. I. Chkhalo, S. A. Gusev, A. N. Nechay, D. E. Pariev, V. N. Polkovnikov, N. N. Salashchenko, F. Schäfers, M. G. Sertsu, A. Sokolov, M. V. Svechnikov, and D. A. Tatarsky, *Optics Letters* **42**, 5070 (2017).
94. S. A. Bogachev, N. I. Chkhalo, S. V. Kuzin, D. E. Pariev, V. N. Polkovnikov, N. N. Salashchenko, S. V. Shestov, and S. Y. Zuev, *Applied Optics* **55**, 2126 (2016).
95. S. V. Kuzin, I. A. Zhitnik, S. V. Shestov, S. A. Bogachev, O. I. Bugaenko, A. P. Ignat'ev, A. A. Pertsov, A. S. Ulyanov, A. A. Reva, V. A. Slemzin, N. K. Sukhodrev, Yu. S. Ivanov, L. A. Goncharov, A. V. Mitrofanov, S. G. Popov, T. A. Shergina, V. A. Solov'ev, S. N. Oparin, and A. M. Zykov, *Solar System Research* **45**, 162 (2011).
96. S. Yu. Zuev, S. V. Kuzin, V. N. Polkovnikov, and N. N. Salashchenko, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics* **74**, 50 (2010).
97. D. L. Windt, in *Solar Physics and Space Weather Instrumentation VI* (International Society for Optics and Photonics, 2015), **9604**, p. 96040P.
98. J. Rebellato, S. de Rossi, X. Zhang, F. Auchère, E. Meltchakov, F. Delmotte, and R. Soufli, in *Proc. SPIE, Advances in Optical Thin Films VI*, M. Lequime, H. A. Macleod, and D. Ristau, eds. (SPIE, 2018), **10691**, p. 106911U.
99. E. Meltchakov, C. Hecquet, M. Roulliay, S. D. Rossi, Y. Menesguen, A. Jérôme, F. Bridou, F. Varniere, M.-F. Ravet-Krill, and F. Delmotte, *Appl. Phys. A* **98**, 111 (2010).
100. K. Le Guen, M.-H. Hu, J.-M. André, P. Jonnard, S.-K. Zhou, H.-C. Li, J.-T. Zhu, Z.-S. Wang, and C. Meny, *Journal of Physical Chemistry C* **114**, 6484 (2010).
101. A. Aquila, F. Salmassi, Y. Liu, and E. M. Gullikson, *Optics Express* **17**, 22102 (2009).
102. J. Zhu, S. Zhou, H. Li, Q. Huang, Z. Wang, K. L. Guen, M.-H. Hu, J.-M. André, and P. Jonnard, *Applied Optics* **49**, 3922 (2010).
103. H. Takenaka, S. Ichimaru, T. Ohchi, and E. M. Gullikson, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* **144–147**, 1047 (2005).
104. R. Soufli, D. L. Windt, J. C. Robinson, S. L. Baker, E. Spiller, F. J. Dollar, A. L. Aquila, E. M. Gullikson, B. Kjornrattanawanich, J. F. Seely, and L. Golub, in *Solar Physics and Space Weather Instrumentation* (International Society for Optics and Photonics, 2005), **5901**, p. 59010M.
105. Yu. A. Uspenskii, V. E. Levashov, A. V. Vinogradov, A. I. Fedorenko, V. V. Kondratenko, Yu. P. Pershin, E. N. Zubarev, and V. Yu. Fedotov, *Optics Letters* **23**, 771 (1998).
106. S. A. Yulin, F. Schaefer, T. Feigl, and N. Kaiser, in *Advances in Mirror Technology for X-Ray, EUV Lithography, Laser, and Other Applications* (International Society for Optics and Photonics, 2004), **5193**, pp. 155–164.

107. M. Fernández-Perea, R. Soufli, J. C. Robinson, L. R. D. Marcos, J. A. Méndez, J. I. Larruquert, and E. M. Gullikson, *Opt. Express*, OE **20**, 24018 (2012).
108. J. I. Larruquert and R. A. M. Keski-Kuha, *Applied Optics* **41**, 5398 (2002).
109. J. I. Larruquert and R. A. M. Keski-Kuha, *Applied Optics* **38**, 1231 (1999).
110. F. Delmotte, M. Dehlinger, C. Bourassin-Bouchet, S. de Rossi, A. Jerome, E. Meltchakov, and F. Varnière, in *X-Ray Lasers and Coherent X-Ray Sources: Development and Applications XI* (International Society for Optics and Photonics, 2015), **9589**, p. 958907.
111. Z. Ahmad, *JOM* **55**, 35 (2003).
112. J. Røyset and N. Ryum, *International Materials Reviews* **50**, 19 (2005).
113. P. Zaumseil, *Journal of Applied Crystallography* **48**, 528 (2015).
114. S. Braun, H. Mai, M. Moss, R. Scholz, and A. Leson, *Japanese Journal of Applied Physics* **41**, 4074 (2002).
115. T. D. de Wit, J. Lilensten, J. Aboudarham, P.-O. Amblard, and M. Kretzschmar, *Annales Geophysicae* **23**, 3055 (2005).
116. A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, and G. W. DeBell, *Appl. Opt.*, AO **35**, 5493 (1996).

Titre : Miroirs interférentiels efficaces dans l'extrême ultraviolet pour la physique solaire

Mots clés : Multicouche, Extrême Ultraviolet, Physique Solaire, Instrumentation optique

Résumé : Par son activité intense et ses hautes températures, l'atmosphère solaire émet des rayonnements X et ultraviolets extrêmes (EUV) porteurs d'informations sur sa structure. Les télescopes spatiaux observant le Soleil dans ce domaine spectral atteignent des performances accrues grâce aux miroirs interférentiels multicouches. Cette thèse contribue à améliorer l'efficacité de ces revêtements optiques. On y évalue les constantes optiques des matériaux dans l'EUV pour les sélectionner plus précisément et affiner les simulations, ce qui nous permet d'établir des modélisations plus précises pour l'étalonnage du télescope

EUV plein champ de Solar Orbiter. On propose aussi de nouveaux revêtements à base d'aluminium et de scandium ayant atteint des réflectivités record au-delà de 40 nm de longueur d'onde. S'agissant d'une région spectrale EUV encore peu explorée, les résultats de ces travaux ouvrent la voie à une nouvelle génération d'instruments d'observation solaire. Leurs conséquences sont aussi remarquables pour une communauté scientifique plus étendue ayant besoin d'instrumentation optique adaptée dans le domaine X/EUV pour les synchrotrons, la lithographie EUV, les diagnostics X, ou encore la microscopie X.

Title: High efficiency interference mirrors in the extreme ultraviolet range for solar physics

Keywords : Multilayer, Extreme Ultraviolet, Solar Physics, Optical instrumentation

Abstract: X-rays and extreme ultraviolet (EUV) light are emitted by excited particles in the solar corona because of its intense activity and extreme temperatures. Recent solar space telescopes in this spectral region showed increased performances thanks to the interference multilayer mirrors on-board. This thesis aims at enhancing such optical coatings, starting with an evaluation of EUV optical constant values available in the literature to select materials more accurately, and to refine optical simulations. This work allows us to introduce better simulations for an accurate calibration of the EUV Full Sun Imager aboard Solar Orbiter.

Also, we show that mastering thin films deposition and optical and structural characterization techniques allowed us to develop new Al/Sc-based multilayer coatings reaching record reflectivity values above 40 nm wavelength, which is still a quite unexplored region. These thesis results pave the way for a new and highly efficient generation of solar observation instruments in the EUV, but they also have a remarkable impact in a wider scientific community in need for ever more efficient optical instrumentation in the EUV such as synchrotrons, EUV lithography, X-ray diagnostics, or even X-ray microscopy.

