

50376  
1966  
86

UNIVERSITE DE LILLE

50376  
1966  
86

-----  
Faculté des Sciences  
-----

DIPLOME D'ETUDES SUPERIEURES DE  
SCIENCES PHYSIQUES



.....  
-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

Préparation d'un évaporateur avec contrôle d'épaisseur  
de couches quart d'onde alternées par la méthode de

Giacomo

.....  
-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

Sous la direction de Monsieur le Professeur SCHILTZ

-----  
Membres du Jury : M. SCHILTZ, Président  
M. BECART  
M. BOILLET  
-----

Présenté à Lille le 30 Juin 1966

par CARPENTIER Jean-Louis

SOMMAIRE

- CH. I : Intérêt des lames à couches multidiélectriques.
- CH. II : Calcul théorique des coefficients de réflexion et de transmission d'un milieu stratifié.
- CH. III : Obtention des couches multidiélectriques  
I - description de l'évaporateur S.E.A.V.O.M. TR 7  
II - Technique de l'évaporation sous vide.
- CH. IV : Contrôle optique des épaisseurs.
- CH. V : Réalisation pratique
- CH. VI : Utilisation de l'appareil - Sensibilité - Limitations - Résultats obtenus.

Le présent travail a pour objet la construction et la mise au point d'un évaporateur pour couches diélectriques alternées, muni d'un dispositif de contrôle optique permettant la mesure permanente de la transmission en cours d'évaporation, et l'obtention d'un pouvoir réflecteur maximal.

Les dépôts, sur une lame de verre, de couches quart d'onde de diélectriques de haut et de bas indice alternées permettent en particulier l'obtention de miroirs de très faible absorption et de pouvoir réflecteur très élevé pour une longueur d'onde déterminée à l'avance.

De telles lames sont utilisées en particulier pour obtenir des interféromètres de Perot-Fabry à grande luminosité et à grand pouvoir de résolution.

## CHAPITRE I

### Intérêt des lames à couches multidiélectriques

#### A. Rappel sur le Perot-Fabry plan.

Désignons par  $I_0$  et  $I$  l'intensité lumineuse à l'entrée et à la sortie de l'interféromètre et par  $R$  et  $T$  les pouvoirs de réflexion et de transmission des lames.

Rappelons quelques résultats et quelques définitions concernant cet interféromètre.

L'intensité lumineuse à la sortie est une fonction périodique du déphasage  $\varphi$  entre deux rayons consécutifs

$$I = I_0 T^2 / (1 + R^2 - 2R \cos \varphi)$$

On en déduit l'intensité lumineuse maximale  $I_M$  :

$$I_M = I_0 T^2 / (1 - R)^2$$

et pour l'intensité lumineuse minimale  $I_m$

$$I_m = I_0 T^2 / (1 + R)^2$$

le contraste  $C$  est par définition :

$$C = I_M / I_m = \left( \frac{1 + R}{1 - R} \right)^2$$

La finesse  $F$  est définie comme le rapport de l'interfrange à la largeur à mi-hauteur de l'anneau brillant.

On trouve :

$$F = \pi \sqrt{R} / (1 - R)$$

Le pouvoir de résolution théorique  $\mathcal{R}$  s'écrit en admettant le critère de Lord Rayleigh :

$$\mathcal{R}_0 = p F = p \pi \sqrt{R} / (1 - R)$$

$p$  désignant l'ordre d'interférence au centre.

La transparence  $\mathcal{C}$  est définie comme la "transmission" correspondant aux sommets des anneaux.

soit :  $\mathcal{C} = \frac{I_M}{I_0} = T^2 / (1 - R)^2$

## B. Intérêt des couches multidiélectriques

Nous constatons que le contraste, la finesse et le pouvoir de résolution sont des fonctions croissantes de la variable  $R$  comme le montrent le tableau ci-dessous et le graphique (fig. 1) ci-contre où l'on a représenté simultanément les valeurs théoriques  $C = C(R)$  et  $F = F(R)$

R	C	F
0,50	9	4,3
0,70	32	8,7
0,90	360	29,8
0,95	1530	61,1
0,98	9800	153,4
0,99	39600	312,4
1,00	$\infty$	$\infty$

Pour une distance entre ordres donnée, la courbe de variation  $\mathcal{C} = \mathcal{C}(R)$  s'identifie à celle de  $F = F(R)$  avec une échelle convenable pour les ordonnées. On voit donc le grand intérêt à travailler avec des pouvoirs réflecteurs élevés.

Envisageons le cas d'un miroir semi-argenté, si l'on désigne par  $A$  le coefficient d'absorption, on peut écrire en vertu du principe de conservation de l'énergie :

$$T + R + A = 1$$

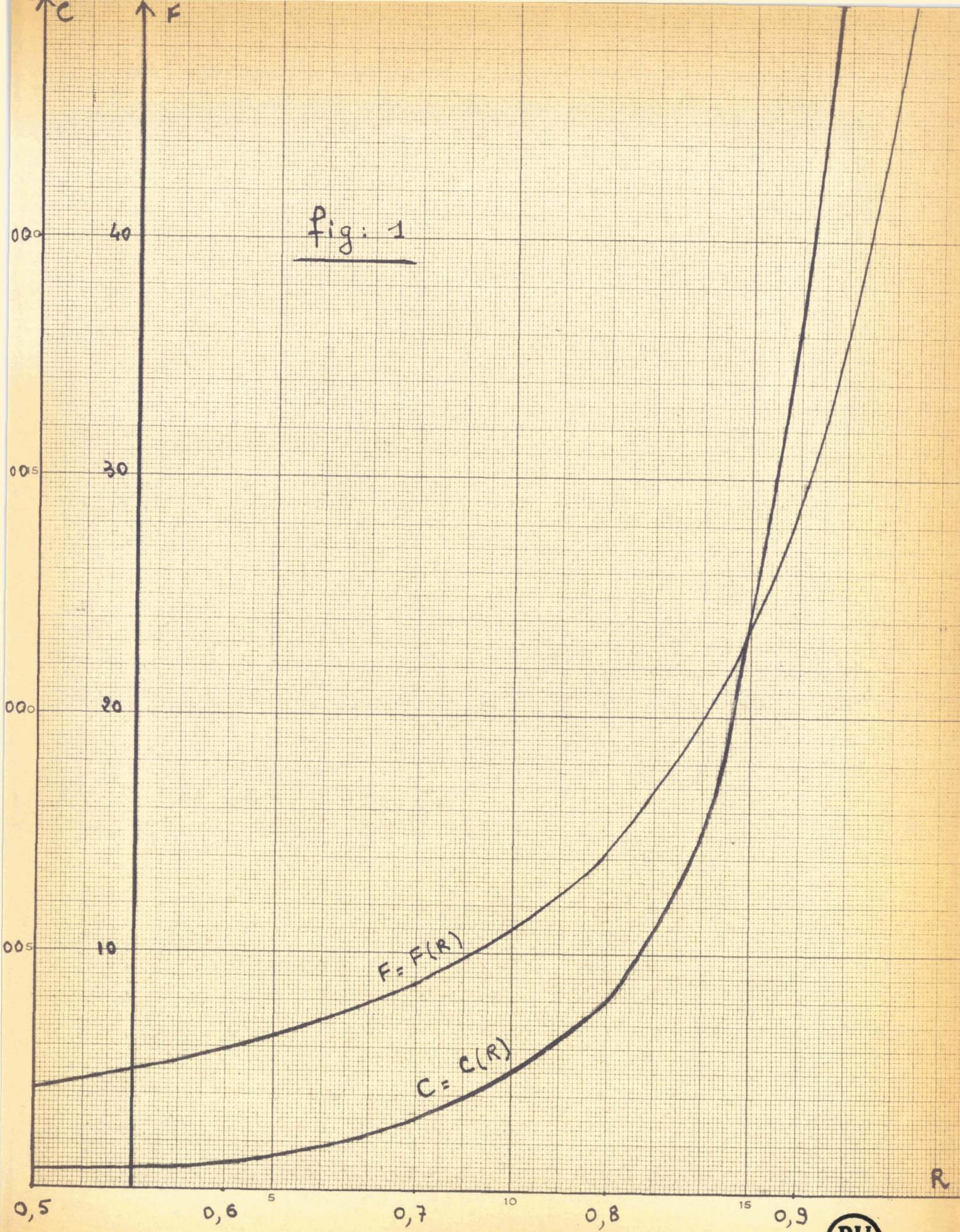
la transparence s'écrit alors :

$$\mathcal{C} = \frac{(1 - R - A)^2}{(1 - R)^2} = \left(1 - \frac{A}{1 - R}\right)^2 \quad \text{avec } A \leq 1 - R$$

Si la lame n'était pas absorbante on aurait pour un maximum  $\mathcal{C} = 1$ .

En réalité pour augmenter  $R$  on est amené à augmenter l'épaisseur de la lame semi-réfléchissante et finalement  $A$ . Pour le métal massif, l'argent par exemple, on constate que :

$$T = 0 \quad \text{pour } R = 0,95 \text{ et } A \simeq 0,05$$



L'expérience indique pour  $\mathcal{C}$  une valeur optimale  $\mathcal{C}_1$  pour

$$R = R_1$$

Pour  $R > R_1$ ,  $\mathcal{C}$  décroît très rapidement. Afin de remédier à l'impossibilité d'augmenter  $R$  sans diminuer  $\mathcal{C}$ , on envisage :

- 1) Soit l'emploi de lames semi-réfléchissantes "améliorées" par le dépôt d'une couche mince d'épaisseur convenable de diélectrique d'indice élevé.  
Ce procédé permet d'améliorer le pouvoir réflecteur, la finesse et le pouvoir de résolution sans nuire à l'éclat des anneaux. En outre, il présente l'avantage de protéger l'argenteure très fragile par un dépôt diélectrique, moins altérable que l'argent.

- 2) Soit l'emploi d'une série de couches transparentes haut et bas indices alternées de substances diélectriques qui pour un même pouvoir de transmission donc une même luminosité ont un pouvoir de réflexion plus grand du fait qu'en principe l'absorption est nulle pour les diélectriques.  
En réalité, l'absorption est très faible et la perte d'énergie provient d'une diffusion par les irrégularités superficielles des couches dont les effets s'ajoutent à chaque réflexion.  
On augmente donc par ce procédé la finesse des anneaux et le pouvoir de révolution. Ainsi pour 7 couches alternées de sulfure de zinc et de cryolithe on trouve théoriquement pour l'incidence normale :

$$R = 0,94 \qquad T = 0,05 \qquad A = 0,01$$

En raison de leur sélectivité, on peut aussi utiliser des couches alternées pour constituer des filtres interférentiels avec des bandes passantes très étroites.

## CHAPITRE II

Calcul théorique de coefficients de réflexion et de transmission d'un milieu stratifié composé de plusieurs couches homogènes et isotropes, limitées par des faces planes et parallèles

La théorie complète des couches multiples a fait l'objet de nombreux travaux récents. Nous emploierons la méthode préconisée par F. ABELES (2) en associant à chaque lame une matrice carrée à quatre éléments. Les amplitudes des ondes réfléchies et transmises s'obtiennent alors sous la forme d'un produit de matrices.

### A. Hypothèses de calcul

- Nous envisagerons le cas simple d'une onde sinusoidale plane
- Nous admettrons que les divers milieux sont homogènes, isotropes et limités par des plans parallèles infinis.
- Nous supposerons les milieux non absorbants (indice de réfraction réel) et non doués de perméabilité magnétique ( $\mu_r = 1$ )
- Nous traiterons le cas particulier d'incidence normale
- Nous utiliserons le système d'unités M.K.S.A. rationalisé

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ H/m}$$

$$\epsilon_0 = \frac{1}{\mu_0 c^2}$$

où C désigne la vitesse de la lumière dans le vide.

### B. Notations

Nous prendrons un trièdre de référence direct (ox y z) avec ox et oy dans le plan de la première surface de séparation et oz dans le sens de propagation de la lumière.

Dans chaque milieu, à l'exception du dernier, il y a deux ondes qui se propagent, l'une dans la direction des z croissants et l'autre dans la direction opposée. Dans le dernier milieu, il n'y a que l'onde transmise se propageant dans la direction des z croissants.

La figure 2 montre les notations employées où  $r_i$  et  $t_i$  désignent les coefficients de réflexion et de transmission relatifs aux amplitudes. Nous désignerons l'indice de la couche par la notation  $n_i$  et son épaisseur par  $d_i$ .

On posera par la suite :

$$C_m = \sum_{i=1}^{m-1} d_i \quad \text{et} \quad k_m = \frac{2\pi n_m}{\lambda}$$

C. Les ondes dans les divers milieux

Nous partons des équations de Maxwell et nous écrivons les équations de continuité des composantes tangentielles du champ électrique  $\vec{E}$  et magnétique  $\vec{H}$  en laissant de côté le facteur  $e^{i\omega t}$  ce qui revient à utiliser les amplitudes complexes.

En posant :

$$\gamma_0 = \sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \quad \text{et} \quad \gamma_i = \sqrt{\frac{\epsilon_i}{\mu_i}} = \gamma_0 n_i$$

$\gamma_0$  désignant l'admittance caractéristique du vide, les ondes dans les divers milieux s'écrivent

$$\begin{cases} E_{0,x} = E_0^+ e^{-ik_0 z} + E_0^- e^{i k_0 z} \\ E_{0,y} = (E_0^+ e^{-i k_0 z} - E_0^- e^{i k_0 z}) n_0 \gamma_0 \end{cases}$$

$$\begin{cases} E_{i,x} = E_i^+ e^{-i k_i z} + E_i^- e^{i k_i z} \\ H_{i,y} = (E_i^+ e^{-i k_i z} - E_i^- e^{i k_i z}) n_i \gamma_0 \end{cases}$$

$$\begin{cases} E_{p+1,x} = E_{p+1}^+ e^{-i k_{p+1} z} \\ E_{p+1,y} = E_{p+1}^+ e^{-i k_{p+1} z} n_{p+1} \gamma_0 \end{cases}$$

Dans le cas de  $p$  lames, il y aura  $p + 1$  surfaces de séparation. Pour chacune de ces surfaces on écrira deux équations.

Pour la  $(k + 1)^{me}$  par exemple on aura:

$$\begin{cases} E_{kx} = E_{k+1x} \\ H_{ky} = H_{k+1y} \end{cases}$$

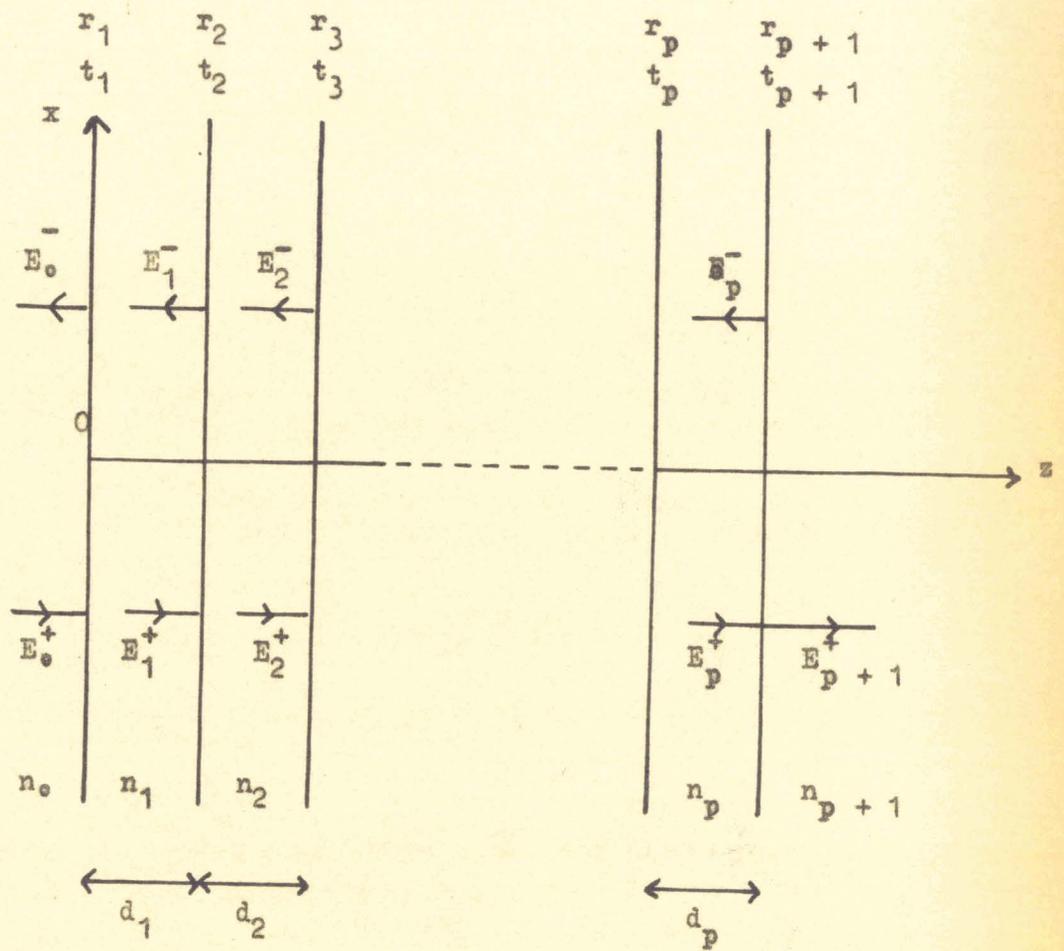


Figure 2

soit au total  $2(p + 1)$  équations pour  $2(p + 1)$  inconnues :  $E_i^+$ ,  $E_i^-$  ( $i = 1, 2, \dots, p$ )  $E_0^-$  et  $E_{p+1}$  Nous nous intéressons uniquement aux rapports :

$$r = \frac{E_0^-}{E_0^+} \quad \text{et} \quad t = \frac{E_{p+1}^+}{E_0^+}$$

dont les carrés sont respectivement R et T.

D. Les équations de passage.

Pour le  $m^{\text{ième}}$  surface on a les équations suivantes :

$$\begin{cases} E_{m-1}^+ e^{-i k_{m-1} C_m} + E_{m-1}^- e^{i k_{m-1} C_m} = E_m^+ e^{-i k_m C_m} + E_m^- e^{i k_m C_m} \\ n_{m-1} (E_{m-1}^+ e^{-i k_{m-1} C_m} - E_{m-1}^- e^{i k_{m-1} C_m}) = n_m (E_m^+ e^{-i k_m C_m} - E_m^- e^{i k_m C_m}) \end{cases}$$

On en déduit :

$$\begin{cases} E_{m-1}^+ e^{-i k_{m-1} C_m} = (E_m^+ e^{-i k_m C_m} + r_m E_m^- e^{i k_m C_m}) / t_m \\ E_{m-1}^- e^{i k_{m-1} C_m} = (r_m E_m^+ e^{-i k_m C_m} + E_m^- e^{i k_m C_m}) / t_m \end{cases}$$

En posant :

$$r_m = \frac{n_{m-1} - n_m}{n_{m-1} + n_m} \quad \text{et} \quad t_m = 1 + r_m$$

$r_m$  et  $t_m$  sont les coefficients de réflexion et de transmission (formule de Fresnel) sur le  $m^{\text{ième}}$  intersurface.

On aboutit ainsi, dans le cas de  $p$  surfaces de séparation donc  $p - 1$  lames au système d'équations (I) suivant où l'on a posé :

$$\beta_m = \frac{2\pi n_m d_m}{\lambda} = k_m d_m$$

$$\begin{cases}
 E_0^+ = \frac{1}{t_1} E_1^+ + \frac{r_1}{t_1} E_1^- \\
 E_0^- = \frac{r_1}{t_1} E_1^+ + \frac{1}{t_1} E_1^- \\
 E_{m-1}^+ e^{-ik_{m-1}C_{m-1}} = \frac{e^{i\beta_{m-1}}}{t_m} E_m^+ e^{-ik_m C_m} + \frac{r_m}{t_m} e^{i\beta_{m-1}} E_m^- e^{ik_m C_m} \\
 E_{m-1}^- e^{ik_{m-1}C_{m-1}} = \frac{r_m}{t_m} e^{-i\beta_{m-1}} E_m^+ e^{-ik_m C_m} + \frac{e^{-i\beta_{m-1}}}{t_m} E_m^- e^{ik_m C_m} \\
 E_{p-1}^+ e^{-ik_{p-1}C_{p-1}} = \frac{e^{i\beta_{p-1}}}{t_p} E_p^+ e^{-ik_p C_p} \\
 E_{p-1}^- e^{ik_{p-1}C_{p-1}} = \frac{r_p}{t_p} e^{-i\beta_{p-1}} E_p^- e^{-ik_p C_p}
 \end{cases}$$

On peut simplifier les formules (I) et supprimer partout les facteurs  $e^{\pm ik_m C_m}$ . Ceci revient à prendre pour les vecteurs  $E_m$  l'origine dans le plan  $z = C_m$ .

### E. Formules de récurrence

On voit sur les équations (I) que si l'on associe  $E_m^+$  et  $E_m^-$  dans une matrice à 2 lignes et une colonne on a la relation :

$$\begin{pmatrix} E_m^+ \\ E_m^- \end{pmatrix} = \frac{1}{t_{m+1}} (C_{m+1}) \begin{pmatrix} E_{m+1}^+ \\ E_{m+1}^- \end{pmatrix}$$

avec

$$(1) \quad (C_{m+1}) = \begin{pmatrix} e^{i\beta_m} & r_{m+1} e^{i\beta_m} \\ r_{m+1} e^{-i\beta_m} & e^{-i\beta_m} \end{pmatrix}$$

ce qui montre que :

$$(2) \quad \begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = (C_1) (C_2) \dots (C_{p-1}) \begin{pmatrix} e^{i\beta_{p-1}} \\ r_p e^{-i\beta_{p-1}} \end{pmatrix} \frac{E_p}{t_1 t_2 \dots t_p}$$

d'où en posant :

$$(3) \quad (C_1) (C_2) \dots (C_{p-1}) = \begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix}$$

l'on déduit que :

$$(4) \begin{cases} E_o^+ = (a e^{i\beta_{p-1}} + b r_p e^{-i\beta_{p-1}}) E_p / t_1 t_2 \dots t_p \\ E_o^- = (c e^{i\beta_{p-1}} + d r_p e^{-i\beta_{p-1}}) E_p / t_1 t_2 \dots t_p \end{cases}$$

Désignons par  $(r)_k$  et  $(t)_k$  les coefficients globaux de réflexion et de transmission dus à l'empilement de  $k$  lames.

Des relations (4) il s'ensuit que :

$$(5) \quad (r)_{p-1} = \frac{E_o^-}{E_o^+} = \frac{c e^{i\beta_{p-1}} + d e^{-i\beta_{p-1}} r_p}{a e^{i\beta_{p-1}} + b e^{-i\beta_{p-1}} r_p}$$

et

$$(6) \quad (t)_{p-1} = \frac{E_p}{E_o^+} = \frac{t_1 t_2 \dots t_p}{a e^{i\beta_{p-1}} + b e^{-i\beta_{p-1}} r_p}$$

F. Addition d'une couche supplémentaire

Si on ajoute une surface, il faudra remplacer la dernière matrice de droite de

$$(2) \begin{pmatrix} e^{i\beta_{p-1}} & \\ & e^{-i\beta_{p-1}} \end{pmatrix} E_p \quad \text{par :}$$

$$\frac{1}{t_{p+1}} (c_p) \begin{pmatrix} e^{i\beta_p} & \\ & e^{-i\beta_p} \end{pmatrix} E_{p+1}$$

On trouve alors que :

$$(7) \quad \begin{cases} (r)_p = \frac{c e^{i\beta_{p-1}} + d e^{-i\beta_{p-1}}}{a e^{i\beta_{p-1}} + b e^{-i\beta_{p-1}}} \times \frac{r_p e^{i\beta_p} + r_{p+1} e^{-i\beta_p}}{e^{i\beta_p} + r_p r_{p+1} e^{-i\beta_p}} \\ (t)_p = \frac{t_1 t_2 \dots t_p}{a e^{i\beta_{p-1}} + b e^{-i\beta_{p-1}}} \times \frac{t_p t_{p+1}}{e^{i\beta_p} + r_p r_{p+1} e^{-i\beta_p}} \end{cases}$$

Calculons le coefficient de réflexion  $(r)_p^1$  pour la lame p seule

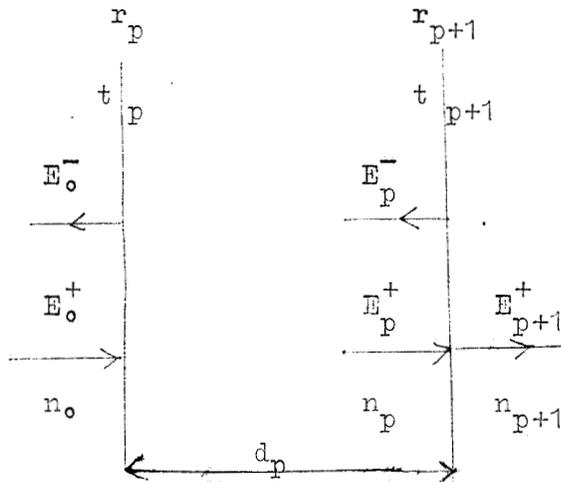


Fig. 3

AVEC les notations de la Fig. 3 et d'après (2) on peut écrire :

$$\begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = (C_p) \begin{pmatrix} e^{i\beta_p} \\ r_p e^{-i\beta_p} \end{pmatrix} \frac{E_{p+1}}{t_p t_{p+1}}$$

d'après (1) et (3) on a :

$$(C_p) = \begin{pmatrix} e^{i\beta_0} & r_p e^{i\beta_0} \\ r_p e^{-i\beta_0} & e^{-i\beta_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix}$$

Mais ici  $\beta_0 = \frac{2\pi n_0 d_0}{\lambda} = 0$

D'où  $(C_p) = \begin{pmatrix} 1 & r_p \\ r_p & 1 \end{pmatrix}$

On en déduit le coefficient de réflexion de la lame p seule :

$$(r)_p^1 = \frac{r_p e^{i\beta_p} + r_{p+1} e^{-i\beta_p}}{e^{i\beta_p} + r_p r_{p+1} e^{-i\beta_p}} \quad (8)$$

et

$$(t)_p^1 = \frac{t_p t_{p+1}}{e^{i\beta_p} + r_p r_{p+1} e^{-i\beta_p}}$$

Ce résultat nous permet d'énoncer la règle qui permet de passer de  $(r)_{p-1}$  et  $(t)_{p-1}$  à  $(r)_p$  et  $(t)_p$ .

Lorsqu'on ajoute une lame, il faut remplacer dans les expressions  $(r)_{p-1}$  et  $(t)_{p-1}$  de (5)  $r_p$  et  $t_p$  par  $(r)_p^1$  et  $(t)_p^1$ .

En d'autres termes, il faut remplacer les coefficients de réflexion et de transmission de la  $p^{ième}$  et dernière intersurface par ceux de la  $p^{ième}$  lame ( $p^{ième}$  et  $(p+1)^{ième}$  intersurface) prise comme un tout.

G. Applications

a) 1ère application

Calculons le pouvoir réflecteur à l'incidence normale d'une couche mince de sulfure de zinc déposée sur une lame de verre.

La figure (4) indique les notations employées.

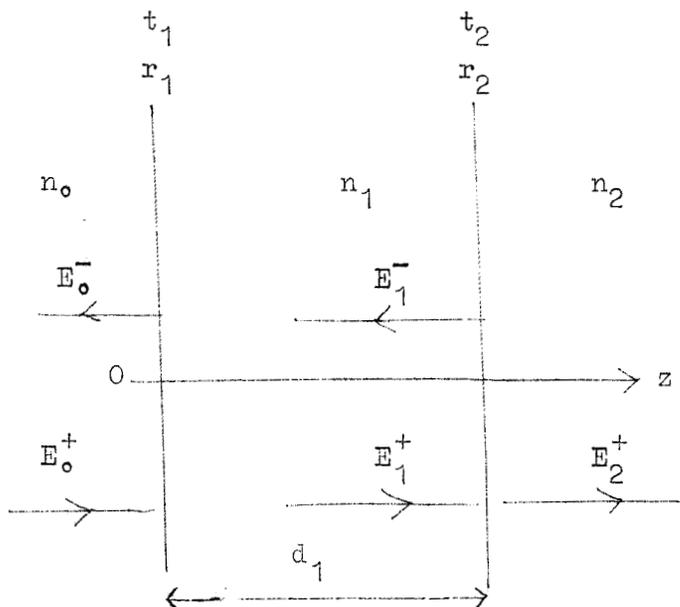


Fig. 4

D'après les formules (8) on peut écrire :

$$(r)_1 = (r)_1^1 = \frac{r_1 e^{i\beta_1} + r_2 e^{-i\beta_1}}{e^{i\beta_1} + r_1 r_2 e^{-i\beta_1}} = \frac{r_1 + r_2 e^{-2i\beta_1}}{1 + r_1 r_2 e^{-2i\beta_1}}$$

$$\text{avec } \beta_1 = \frac{2\pi n_1 d_1}{\lambda}$$

Le facteur de réflexion ou pouvoir réflecteur R est donc :

$$R = |(r)_1|^2 = \frac{r_1^2 + r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos 2\beta_1}{1 + r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos 2\beta_1}$$

et le facteur de transmission ou pouvoir de transmission T est

$$T = 1 - R = \frac{(1 - r_1)^2 (1 - r_2)^2}{1 + r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos 2\beta_1}$$

Les valeurs numériques des indices sont :

$$n_0 = 1 \quad n_1 = 2,3 \quad n_2 = 1,5$$

$$\text{D'où : } r_1 = \frac{1 - 2,3}{3,3} = -0,395 \quad r_2 = \frac{2,3 - 1,5}{3,8} = 0,210$$

$$r_1 r_2 = -0,083$$

T est donc minimal et R maximal lorsque  $\cos 2\beta_1 = -1$

c'est à dire  $2\beta_1 = (2k+1)\pi$

$$\text{soit } \beta_1 = \frac{2\pi n_1 d_1}{\lambda} = (2k+1)\frac{\pi}{2}$$

c'est à dire pour une épaisseur optique  $e_1$  de sulfure :  $e_1 = n_1 d_1 = (2k+1)\frac{\lambda}{4}$

On aura donc :

$$R_{\max} = \frac{(r_1 - r_2)^2}{(1 - r_1 r_2)^2} = \left( \frac{(n_0 n_2 - n_1^2)^2}{(n_0 n_2 + n_1^2)^2} \right) = \left[ \frac{1,5 - (2,3)^2}{1,5 + (2,3)^2} \right]^2$$

$$\text{soit } R_{\max} = 0,31$$

Avec une couche quart d'onde de sulfure de zinc d'indice 2,3 déposée sur du verre d'indice 1,5 on peut obtenir théoriquement sous incidence normale un pouvoir réflecteur  $R = 0,31$ .

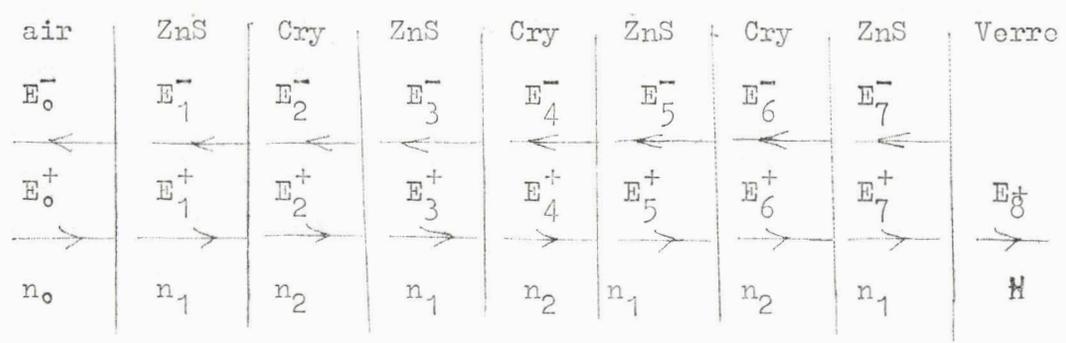
### b) 2ème application

Couches multiples quart d'onde.

On peut réaliser des pouvoirs réflecteurs plus élevés par empilement de couches diélectriques d'épaisseur convenable de façon que les ondes réfléchies sur chacune des interfaces soient en phase.

Nous devons donc réaliser des couches alternées d'épaisseur  $\frac{\lambda}{4n}$  de matériaux successivement de haut et de bas indice.

Exemple : 7 couches quart d'onde alternées sulfure de zinc et cryolithe. (cf fig. 5 ci-dessous)



On a  $p = 8$  surfaces de séparations.

D'après (2) on peut écrire :

$$\begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = (C_1) (C_2) (C_3) \dots (C_7) \begin{pmatrix} e^{i\beta_7} \\ r_8 e^{-i\beta_7} \end{pmatrix} \frac{E_8}{t_1 t_2 \dots t_8}$$

D'après (5) on peut écrire

$$r_7 = \frac{E_0^+}{E_0^-} = \frac{c e^{i\beta_7} + d e^{-i\beta_7} r_8}{a e^{i\beta_7} + b e^{-i\beta_7} r_8}$$

En outre :

$$(C_1) = \begin{pmatrix} e^{i\beta_0} r_1 & e^{i\beta_0} \\ r_1 e^{i\beta_0} & e^{-i\beta_0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & r_1 \\ r_1 & 1 \end{pmatrix}$$

$$(C_2) = (C_4) = (C_6) = \begin{pmatrix} e^{i\beta_1} & r_2 e^{i\beta_1} \\ r_2 e^{-i\beta_1} & e^{-i\beta_1} \end{pmatrix} = i \begin{pmatrix} 1 & r_2 \\ -r_2 & -1 \end{pmatrix}$$

Les couches étant quart d'onde on a :  $d_m = \frac{\lambda}{4n_m}$

$$\text{soit : } \beta_m = \frac{2\pi n_m d_m}{\lambda} = \pi/2$$

$$(c_3) = (c_5) = (c_7) = \begin{pmatrix} e^{i\beta_2} & r_3 e^{i\beta_2} \\ r_3 e^{-i\beta_2} & e^{-i\beta_2} \end{pmatrix} = i \begin{pmatrix} 1 & r_3 \\ -r_3 & -1 \end{pmatrix}$$

Donc;

$$\begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = c_1 \left[ (c_2) (c_3) \right]^3 \begin{pmatrix} e^{i\beta_7} \\ r_8 e^{-i\beta_7} \end{pmatrix} \frac{E_8}{t_1 t_2 \dots t_8}$$

AVEC

$$\left[ (c_2) (c_3) \right] = -1 \begin{pmatrix} 1 - r_2 r_3 & r_3 - r_2 \\ r_3 - r_2 & 1 - r_2 r_3 \end{pmatrix}$$

Avec les valeurs déjà citées pour les indices, on obtient :

$$\left. \begin{array}{l} n_0 = 1,00 \\ n_1 = 2,30 \\ n_2 = 1,36 \\ N = 1,50 \end{array} \right\} \begin{array}{l} r_1 = \frac{1 - n_1}{1 + n_1} = \frac{-1,3}{3,3} = -0,395 \\ r_2 = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} = \frac{0,94}{3,66} = 0,256 \end{array}$$

$$r_3 = \frac{n_2 - n_1}{n_1 + n_2} = \frac{-0,94}{3,66} = -0,256$$

$$r_2 r_3 = -0,065 \quad r_8 = \frac{n_1 - N}{n_1 + N} = \frac{2,3 - 1,5}{3,8} = 0,210$$

$$(c_2 c_3) = -1 \begin{pmatrix} -1,065 & -0,512 \\ -0,512 & 1,065 \end{pmatrix}$$

$$(c_2 c_3)^2 \# \begin{pmatrix} 1,4 & -1 \\ -1 & 1,4 \end{pmatrix}$$

$$(c_2 c_3)^3 \# \begin{pmatrix} 2 & -1,78 \\ -1,78 & 2 \end{pmatrix}$$

$$c_1 (c_2 c_3)^3 = \begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix} \# \begin{pmatrix} -2,70 & 2,57 \\ 2,57 & -2,70 \end{pmatrix}$$

$$(r)_7 = \frac{2,57 e^{i \pi/2} - 2,70 e^{-i \pi/2} \quad 0,21}{- 2,70 e^{i \pi/2} + 2,57 e^{-i \pi/2} \quad 0,21}$$

$$(r)_7 = \frac{2,57 + 0,576}{- (2,70 + 0,54)} \# \frac{3,146}{- 3,24} \# - 0,97$$

D'où le pouvoir de transmission de la lame.

$$R = ((r)_7)^2 \# 0,97^2 \# 0,94$$

Par des calculs analogues on trouve les résultats suivants :

Nbre de couches	1	3	5	7	9	11
R	0,31	0,67	0,87	0,94	0,976	0,994

Montrons que lorsque sur un ensemble de couches quart d'onde on ajoute une nouvelle couche, R passe par un maximum quand cette dernière est quart d'onde.

En tenant compte que les p-1 couches sont quart d'onde :

$$e^{\pm i \pi p-1} = e^{\pm i \pi/2} = \pm i$$

avec a = d et b = c (matrice symétrique)

on peut écrire d'après la formule (7)

$$(r)_p = \frac{b - a (r)_p^1}{a - b (r)_p^1}$$

$(r)_p$  est une fonction homographique de  $(r)_p^1$ .

D'où, dans l'intervalle physique acceptable  $0 < (r)_p^1 < 1$ , on voit que  $|(r)_p|$  est une fonction croissante de  $(r)_p^1$ .

Donc  $|(r)_p|$  sera maximal lorsque  $(r)_p^1$  sera maximum, ou encore  $R_p$  sera maximum lorsque  $R_p^1$  sera maximal et d'après la première application  $R_p^1$  est maximal lorsque l'épaisseur optique  $e_1$  de la couche est quart d'onde, soit :

$$e_1 = n_1 d_1 = (2.k+1) \frac{\lambda}{4}$$

C'est ce qu'il fallait démontrer.

### CHAPITRE III

#### Obtention des couches multidiélectriques

-----

Les dépôts sont obtenus par évaporation thermique sous vide poussé (pression inférieure à  $10^{-5}$  et si possible  $10^{-7}$  torr). Pour cela, nous avons utilisé un évaporateur SEAVOM TR 7 acheté récemment par le Laboratoire et nous l'avons mis en service.

Par ailleurs, ne possédant qu'une seule pompe primaire, nous avons réalisé un groupe de pompage unique (fig. 6) permettant de vider soit l'enceinte à couches métalliques soit l'enceinte à couches diélectriques et nous pouvons s'il y a lieu faire le vide en même temps dans les deux installations.

#### I. Description de l'évaporateur SEAVOM TR 7 (Fig. 7)

L'enceinte à vide à axe vertical est disposée sur un bâti soudé qui contient le groupe de pompage. Les organes de commandes des pompes et des vannes sont disposés sur le panneau avant.

##### A - Le groupe de pompage

il comporte :

- 1) Une pompe préliminaire et d'entretien SEAVOM type PP 25. Elle est du type à rotor excentré et à palottes radiales. Son débit est de  $27 \text{ m}^3/\text{h}$  à la pression atmosphérique, il devient  $11,5 \text{ m}^3/\text{h}$  à  $10^{-2}$  torr. La pression limite atteinte est de  $5 \cdot 10^{-3}$  torr.
- 2) Une pompe à diffusion d'huile silicone SEAVOM type PV 200. Son débit est de  $1500 \text{ l/s}$  à  $10^{-4}$  torr. Elle atteint la pression limite de  $10^{-6}$  torr.
- 3) Un piège à azote liquide dont le but est d'arrêter la diffusion des vapeurs par condensation et d'améliorer notablement le vide.
- 4) Une vanne écran permettant d'isoler la pompe secondaire de l'enceinte à vide.
- 5) Une platine de base supportant l'enceinte à vide.

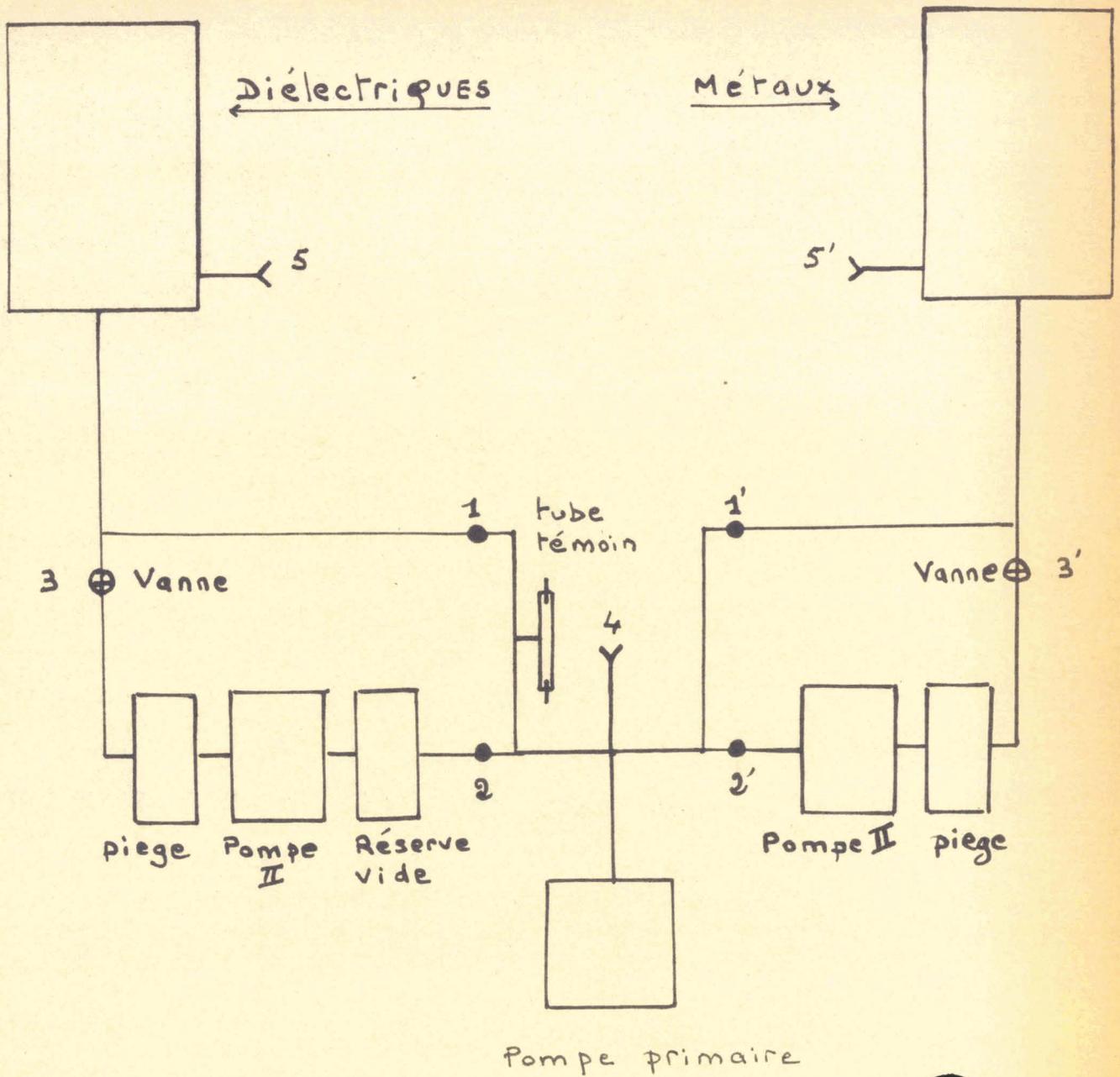
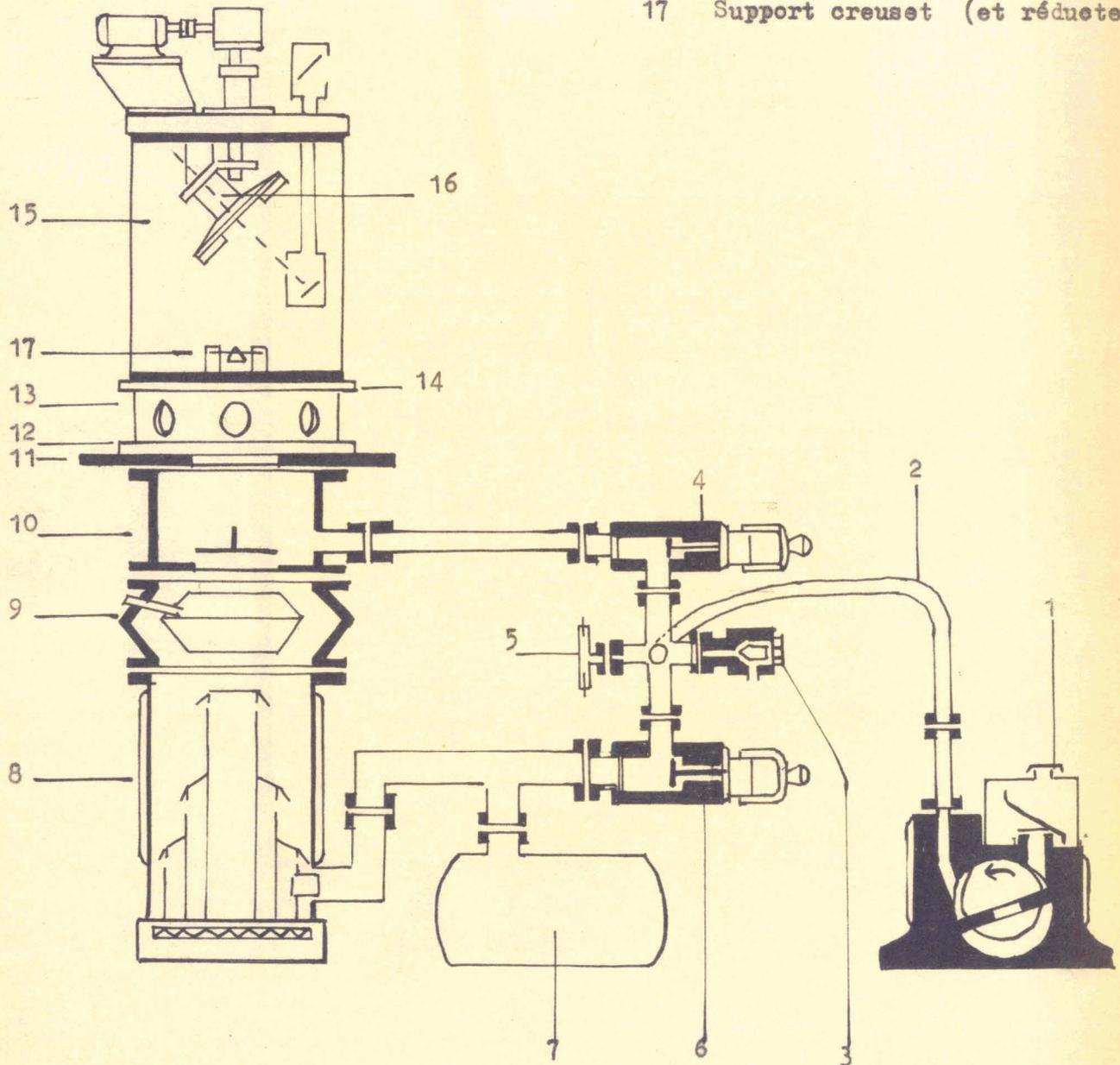


Schéma du groupe de pompage

Figure 6

- 1 Pompe primaire
- 2 Canalisation souple
- 3 Robinet d'entrée d'air
- 4 Robinet prévidage
- 5 Voyant à décharge
- 6 Robinet de pompage secondaire
- 7 Réserve de vide

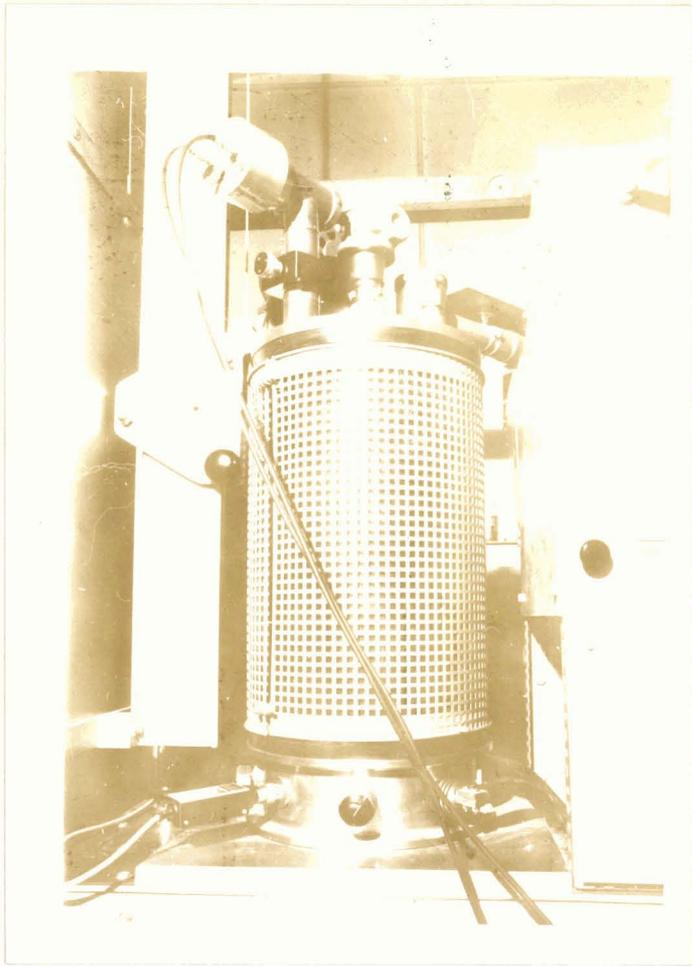
- 8 Pompe à diffusion
- 9 Piège à azote liquide
- 10 Vanne-écran
- 11 Platine de base
- 12 Platine inférieure
- 13 Anneau inférieur
- 14 Fausse platine
- 15 Manchon Pyrex
- 16 Support rotatif à 45° avec moteur
- 17 Support creuset (et réducteur)



Evaporateur S.E.A.V.O.M. Type T.R. 7



Figure 7



DE  
1911

B - Encinte à vide et son équipement.

elle comprend :

1) Une platine inférieure qui sert de support sur lequel se raccorde le groupe de pompage par l'intermédiaire d'un joint torique.

2) Un anneau inférieur percé de huit passages radiaux que nous avons utilisés de la façon suivante :

- 3 pour les passages électriques basse tension pour l'alimentation des creusets.

- 1 passage pour la commande du cache creuset

- 1 rentrée d'air

- 2 sont fermés par des bouchons spéciaux usinés à l'atelier

. 1 pour la tête de jauge type Pirani

. 1 pour la tête de jauge type ionisation à cathode chaude

- 1 bouchon plein rostein utilisé, ou pourrait assurer :

a) soit une rentrée d'hélium permettant d'atteindre plus rapidement par diffusion gazeuse un vide utilisable.

b) soit une rentrée d'azote liquide dans un serpentin contenu dans l'encinte à vide permettant d'atteindre un vide plus poussé.

3) Une fausse platine sur laquelle sont fixés 4 supports de creusets et un cache creuset permettant le dégazage des sources sans pollution des lames à traiter, ainsi que l'interruption instantanée du dépôt lorsque la couche a atteint l'épaisseur voulue.

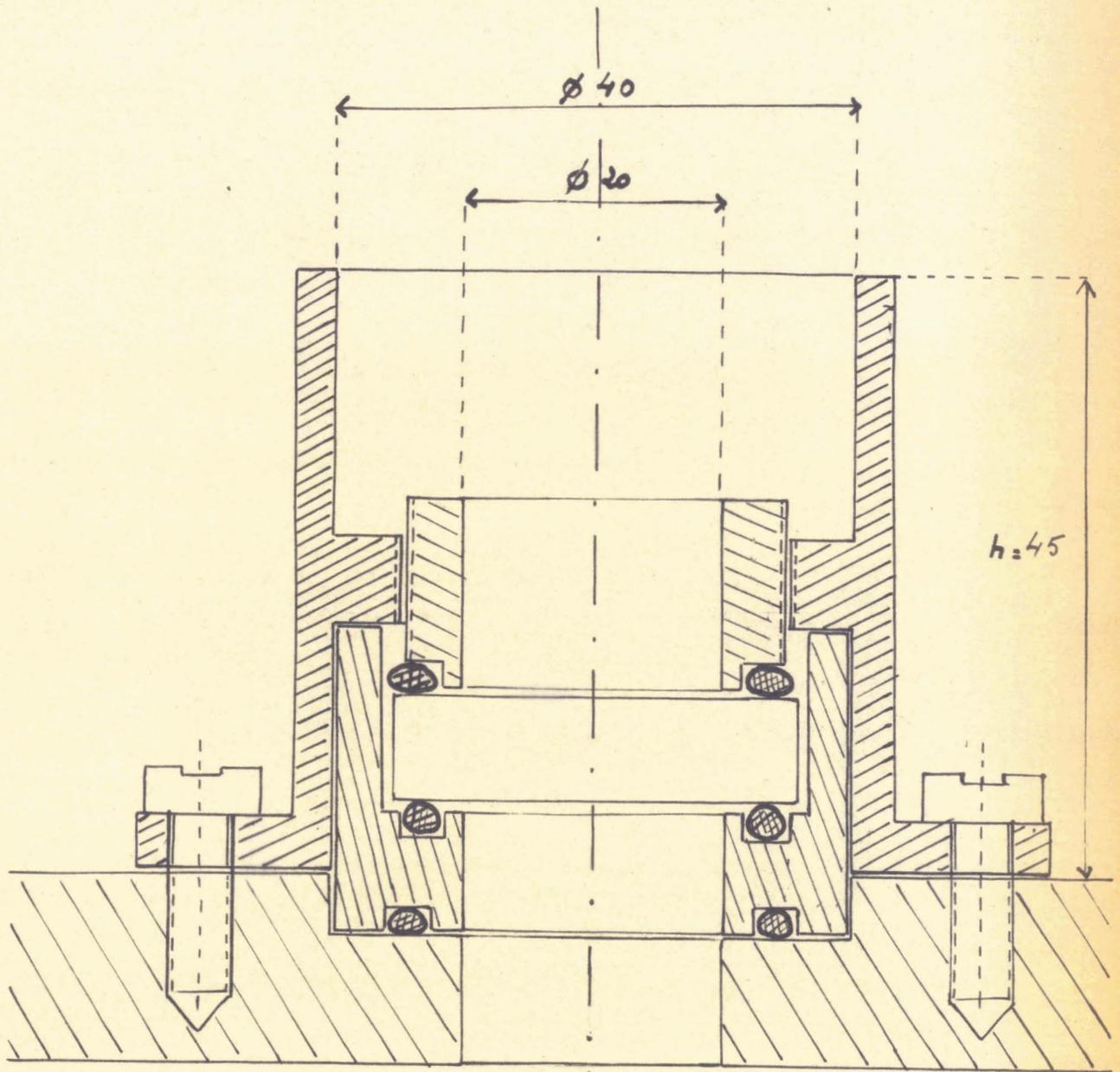
4) Un manchon Pyrex ( $h = 500$  mm,  $\phi = 300$  mm) équipé de joints de caoutchouc en "L" assurant l'étanchéité. Il est muni d'un protecteur en tôle perforée diminuant ainsi les risques d'implosion.

5) Une platine supérieure possédant 5 passages dont un central. Nous les avons utilisés de la manière suivante :

- Le passage central reçoit l'axe du support rotatif d'échantillon dont le plateau est incliné à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de la cloche à vide.

- Deux passages périphériques ont été fermés par des bouchons hublots (Fig. 8) faits à l'atelier et permettant le passage lumineux destiné au contrôle optique des épaisseurs.

- Un autre passage sert à la fixation du groupe d'entraînement (moteur et réducteur) assurant la rotation à 40 tours par minute du porte échantillon.



Coupe longitudinale d'un  
Bouchon hublot

- Le dernier est formé par un bouchon plein, et pourrait servir à la mise en place d'un passage électrique haute tension pour dégazage ionique.

La platine supérieure est solidaire d'un système de levage à rail guide et de contrepoids incorporé dans un rack adjacent. Elle supporte le système rotatif ainsi qu'une grande partie du dispositif de contrôle optique (photomultiplicateur et sa fente d'entrée, miroir d'entrée dans la cloche.

### C - Mesure du vide

elle est assurée par :

1) un tube témoin à décharge alimenté par transformateur 1500 V 18 mA , ce manomètre est sensible jusqu'à  $5 \cdot 10^{-2}$  torr.

2) un coffret : jauge Pirani (Edwards)

Nous avons monté ce coffret de jauge dans un châssis-tiroir du rack incorporé à l'évaporateur. Le principe de cette jauge, est que les échanges thermiques, par conduction dans un gaz sont fonction monotome de la pression. La résistance d'un filament de tungstène chauffé par effet Joule étant fonction de la température et par suite de la pression, on le place dans une branche d'un pont de Wheastone incorporée dans l'enceinte à vide, dont le déséquilibre donnera une mesure de pression.

La jauge de Pirani utilisée couvre le domaine des pressions compris entre 0,5 et  $10^{-3}$  torr.

3) Un coffret : jauge à ionisation à cathode chaude Edwards :

Nous avons monté ce coffret de jauge sur un rack supplémentaire. Son fonctionnement est fondé sur le phénomène de production d'ions par collision entre des électrons émis par un filament chauffé et les molécules de gaz dans lequel ces électrons se déplacent. La disposition de la tête de jauge est celle d'une triode que l'on fait fonctionner avec grille positive et plaque négative. La probabilité de formation d'ions étant, pour un gaz donné et des électrons de vitesse donnée, proportionnelle au produit de la densité des molécules du gaz par celle des électrons, en maintenant constante la densité des électrons émis, le courant d'ions positifs sera proportionnel à la pression.

Après amplification de ce courant, la lecture directe en pression s'effectue sur un appareil à cadre mobile équipé d'une aiguille à couteau. La jauge à ionisation utilisée couvre le domaine des pressions compris entre  $10^{-3}$  et  $10^{-8}$  torr. Le dégazage des électrodes doit s'effectuer avec précaution afin d'éviter le risque de rupture du filament.

#### D - Alimentations électriques

##### 1) Alimentation de dégazage haute fréquence

Nous l'avons logée dans un châssis tiroir du rack incorporé à l'évaporateur. C'est un système oscillant de fréquence 44 MHz. La décharge HF favorise en effet le dégazage des gaz occlus et sert de témoin de pression jusqu'au moment où elle s'éteint ( $3 \cdot 10^{-3}$  torr). Elle sert au dégazage des deux cloches du Laboratoire.

##### 2) Alimentation de chauffage des creusets

Elle occupe un autre châssis tiroir du rack incorporé à l'évaporateur. Un inverseur permet son utilisation pour les deux cloches. La puissance de l'alimentation est de 1,8 Kw. Les creusets sont chauffés par effet Joule. Ces creusets étant peu résistants, l'intensité nécessaire est fournie par un transformateur (220 V/4 V - 450 A) lui-même alimenté par un variac (220 V - 8 A) ce qui permet la commande et le réglage continu de l'intensité de chauffage.

La section des conducteurs utilisés est d'environ  $1 \text{ cm}^2$ , l'inverseur est un système de barrettes à plots supportant le courant de 450 A nécessaire au chauffage des creusets. L'intensité, dans les creusets à diélectriques, est lue sur un ampèremètre par l'intermédiaire d'un transformateur d'intensité de rapport 60.

#### E - Sécurités

Elles sont assurées par les dispositifs suivants :

- Les pompes primaires et secondaires sont commandées par contacteur disjoncteur.
- Des voyants lumineux rappellent les manœuvres effectuées.
- Une sécurité thermique sur le circuit d'eau de la pompe à diffusion qui agit sur le relais disjoncteur, coupe l'alimentation de la pompe et commande une sonnerie d'alarme si la circulation de l'eau de refroidissement est insuffisante ou nulle.

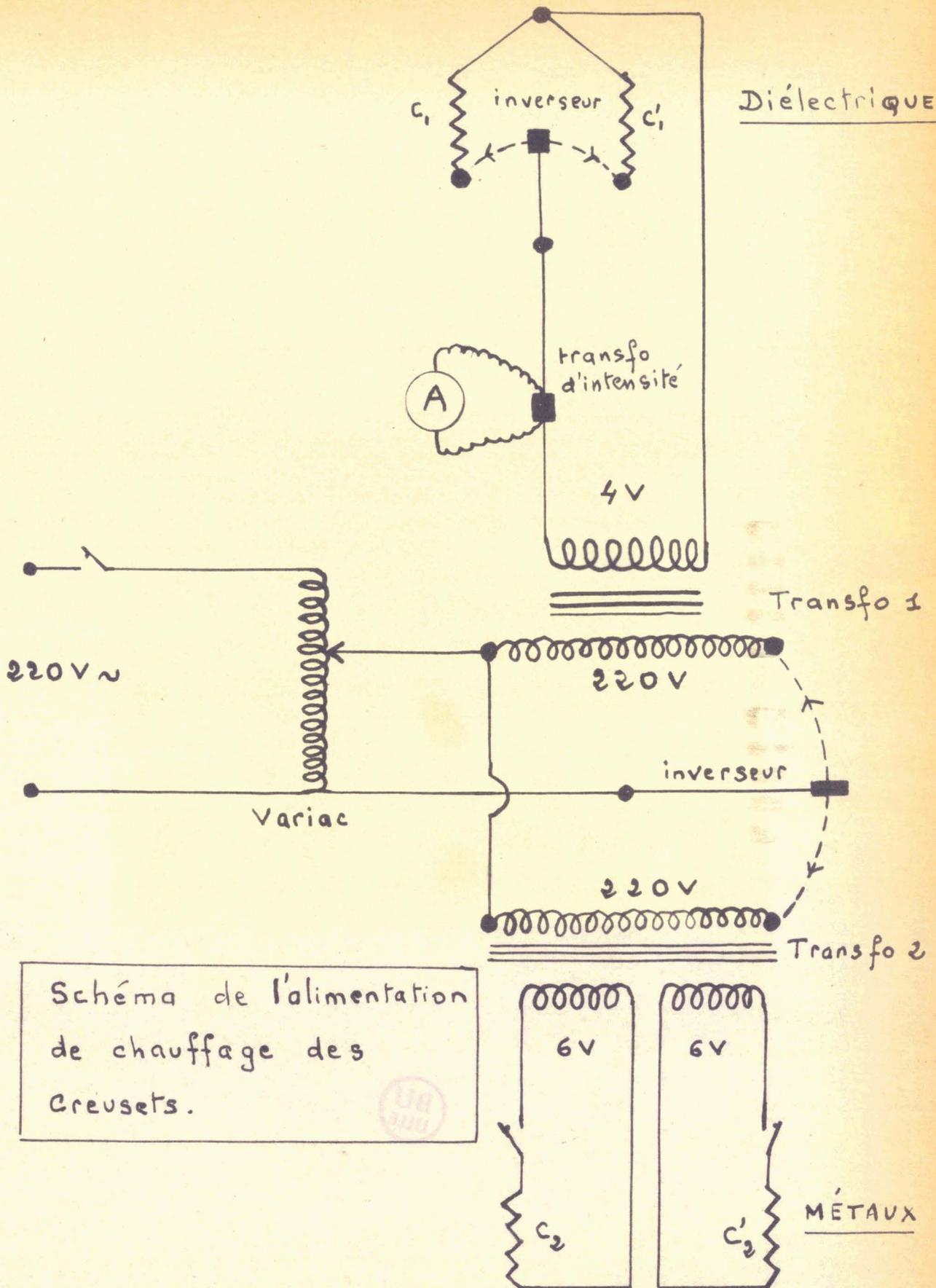
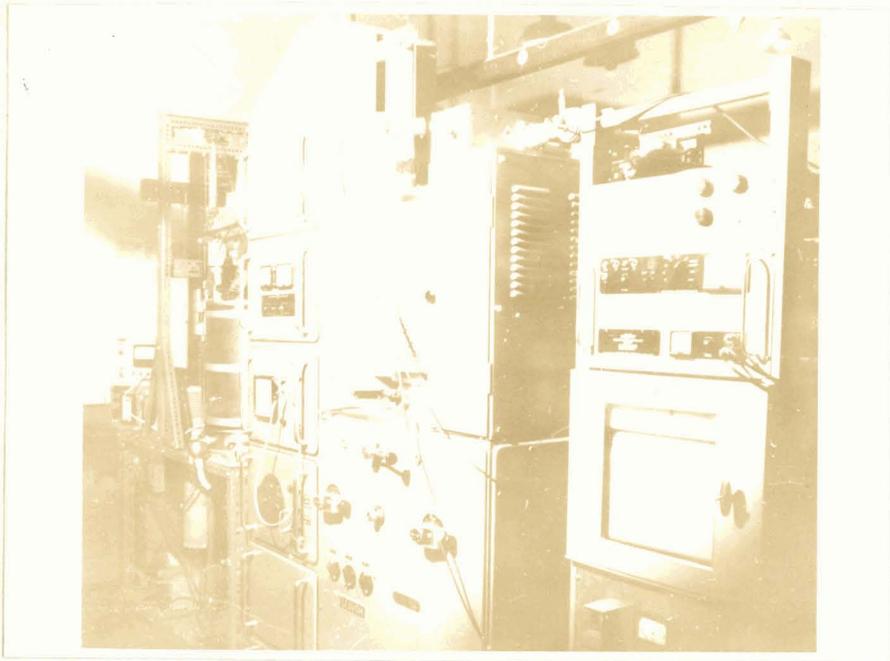


Schéma de l'alimentation de chauffage des creusets.

Figure 9





BU  
LILLE

BU  
LILLE

## II. Technique de l'évaporation sous vide

Le succès d'un dépôt dépend d'un grand nombre d'opérations préliminaires qui doivent être effectuées avec beaucoup de soins.

### A. Les creusets (Fig. 10)

Nous avons fabriqué nous même les creusets à évaporation. Il fallait que le métal choisi réponde à un certain nombre de conditions.

- . point de fusion suffisamment élevé
- . tension de vapeur saturante assez faible
- . bonne résistance mécanique
- . métal ne réagissant pas ou très lentement avec les produits à évaporer
- . métal en feuille pouvant se découper et se plier facilement.

Nous avons à choisir entre le Tantale ( $\theta_f = 2900^\circ\text{C}$ ) et le tungstène ( $\theta_f = 3650^\circ\text{C}$ ).

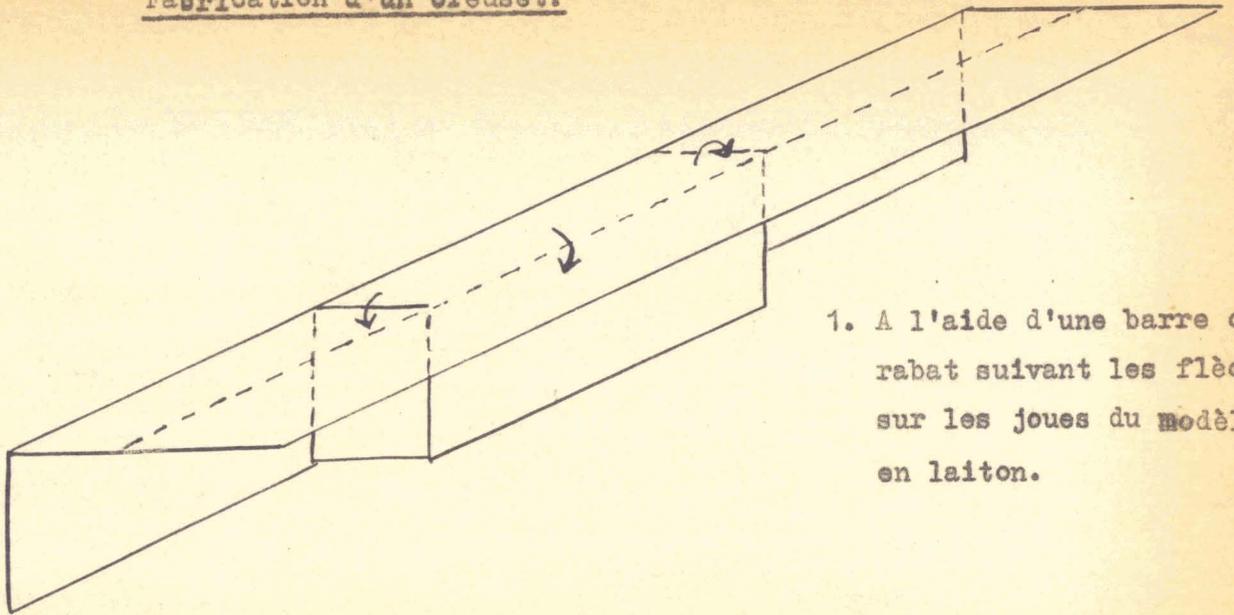
Nous avons finalement utilisé le tantale bien que sa tension de vapeur saturante soit environ dix fois plus élevée que celle du tungstène. En effet le tantale en bande de 0,1 mm d'épaisseur se découpe facilement avec des ciseaux et les creusets s'obtiennent par simple pliage sur un modèle (3). Par contre on ne peut découper le tungstène qu'à l'aide de moule spéciale très fine tournant à grande vitesse ; il se casse facilement au pliage et devient extrêmement friable à haute température. Ce sont ces conditions de fabrication des creusets qui nous ont imposé notre choix.

Au dessus des creusets on place une grille en tantale qui assure un triple rôle.

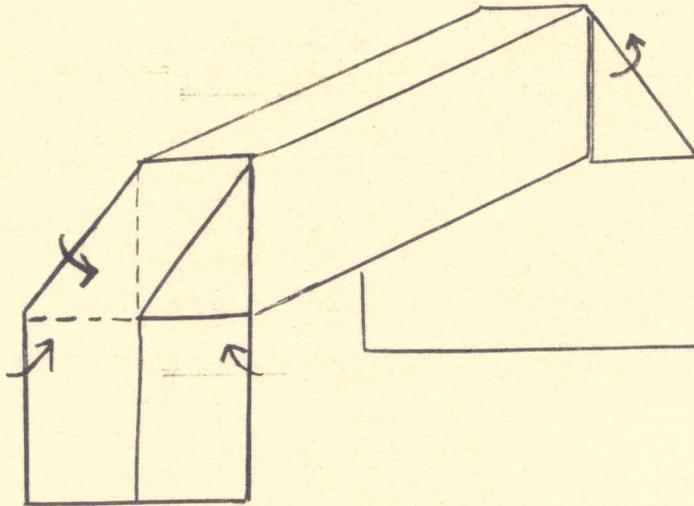
- participer au chauffage des produits à évaporer (les grilles et les creusets sont placés en parallèle)
- régulariser l'indicatrice d'émission du jet moléculaire pour obtenir des couches aussi uniformes que possible.
- éviter les projections en bloc des produits hors des creusets.

La contenance des creusets est d'environ  $2 \text{ cm}^3$ . Deux creusets l'un pour la substance bas indice, l'autre pour la substance haut indice, suffisent pour la préparation de lames à nombre de couches élevé.

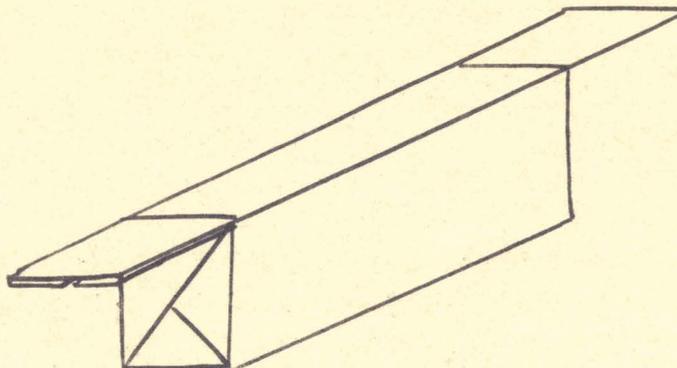
Fabrication d'un creuset.



1. A l'aide d'une barre on rabat suivant les flèches sur les joues du modèle en laiton.



2. On plie suivant les flèches.



3. On obtient finalement un creuset.



Figure 10

## B. Les produits

Comme substance de haut indice, nous avons choisi le sulfure de zinc  $ZnS$ . ( $n = 2,30$ ) et comme substance de bas indice la cryolithe  $AlF_3, 3NaF$  ( $n = 1,36$ ).

Avec ces produits on réalise des dépôts très adhérents. Il est nécessaire de procéder avant l'évaporation proprement dite à un dégazage préliminaire des produits qui ont ici l'aspect de poudres blanches. Ce dégazage a pour but d'éliminer les impuretés en particulier la vapeur d'eau et les gaz absorbés.

L'opération dure environ 1/2 heure pour chacun des produits. On débute le dégazage lorsque la pression atteint  $2 \cdot 10^{-5}$  torr, on chauffe les creusets jusqu'à ce qu'ils deviennent rouges sombres, le courant est alors de 100 Ampères environ.

Au cours de l'opération la pression baisse puis remonte, le dégazage est terminé lorsque la pression atteint de nouveau  $2 \cdot 10^{-5}$  torr environ.

Pendant le dégazage, la lame à traiter est protégée à l'aide du cache-creuset. Les creusets et grilles à cryolithe peuvent servir pour plusieurs évaporations. Ceux qui ont contenu le sulfure de zinc ne peuvent servir qu'une fois car une sulfuration du tantale à haute température les rend friables et cassants. (4)

## C. La lame à traiter

La lame est placée à 30 cm des creusets. Cette distance qui nous est imposée par la géométrie de l'enceinte à vide permet d'assurer un dépôt à la fois suffisamment homogène et assez rapide. La qualité d'un revêtement dépend énormément de la propriété de la lame à traiter.

Avant évaporation la lame doit être soigneusement nettoyée. Pour cela :

- 1) on la lave au Teepol pour la dégraisser
- 2) on la rince à l'eau distillée
- 3) on la frotte avec du coton imbibé d'eau oxygénée
- 4) on la rince de nouveau à l'eau distillée
- 5) on l'essuie avec du papier Joseph
- 6) on la conserve sous cloche à l'abri des poussières jusqu'à

sa mise en place dans l'évaporateur.  
Avant usage, on l'essuie avec une toile fine purlin jusqu'à obtention d'une image de souffle uniforme.

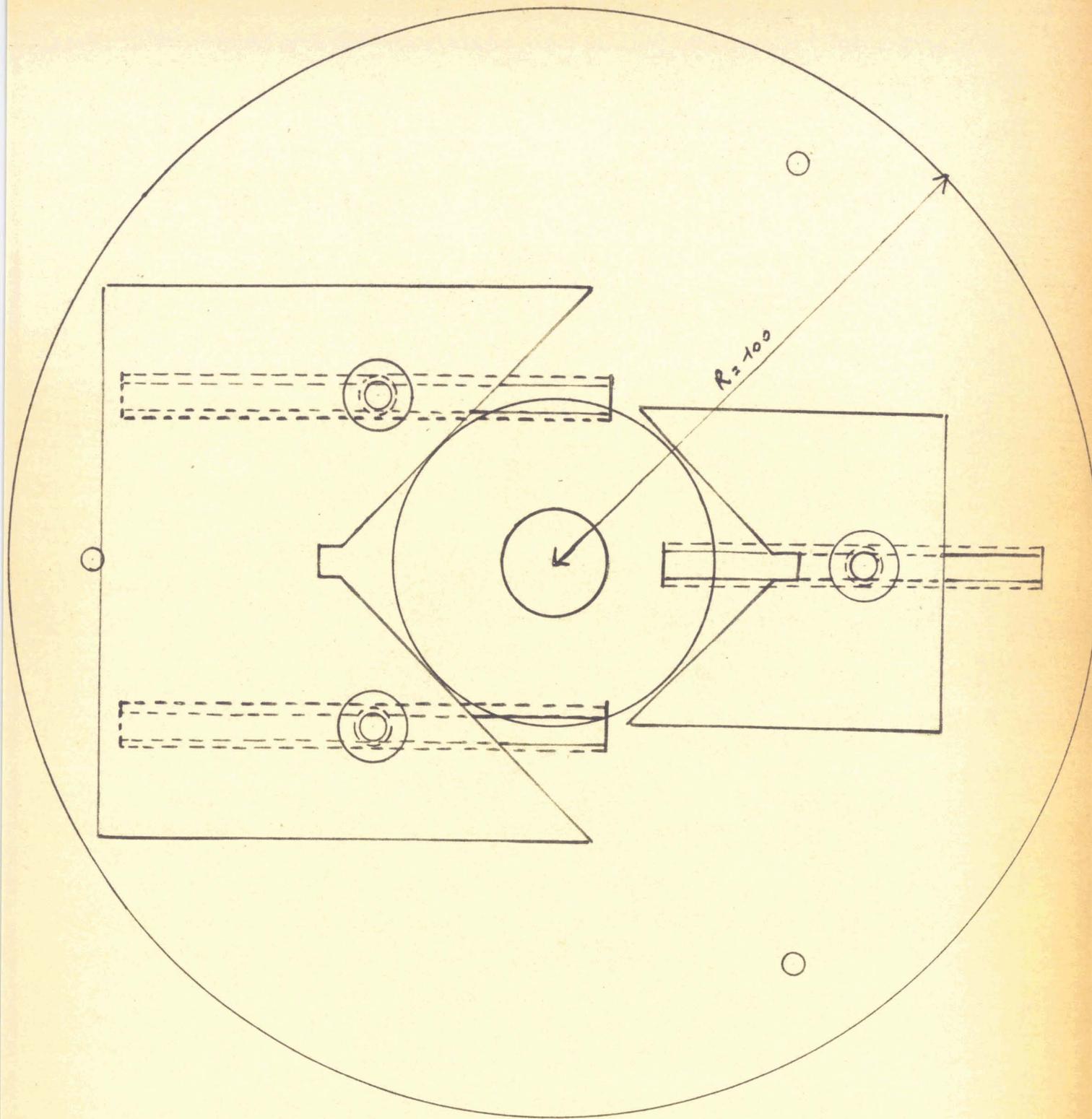
#### D. Le porte lame

La lame à traiter est fixée au porte échantillon par l'intermédiaire d'un étai de serrage fabriqué à l'Atelier (Fig. 11) permettant de fixer des lames circulaires de diamètres compris entre 20 et 100 mm. Ce dispositif simple (1, vis à serrer) a l'avantage de présenter une grande sûreté d'emploi :

- aucun risque de chute de la lame au cours de l'évaporation.
- risque réduit de souillure par empreinte digitale au cours de la fixation.

Les mors de cet étai sont constitués par deux plaques d'aluminium. Les surfaces en regard forment des angles de 90 degrés et les bords sont légèrement biseautés et recouverts de téflon pour protéger la lame.

Les deux mors coulissent dans une rainure guide du porte échantillon rotatif et se bloquent par simple serrage de trois écrous ; il n'en reste qu'un à serrer après la pose de la lame.



Porte - Lame

échelle 1

Figure 11

## CHAPITRE IV

### Contrôle optique des épaisseurs

Il existe plusieurs dispositifs de contrôle de couches minces

#### A. Système LOSTIS (5)

Cette méthode de mesure des couches minces au cours de leur élaboration sous vide utilise le fait que la fréquence de résonance  $F_0$  d'un cristal piézoélectrique dépend de sa masse ; elle est donc modifiée par une surcharge de masse  $\Delta m$ .

Un cristal témoin, placé dans une enceinte d'évaporation sous vide, au voisinage du support recevant la couche mince, recevra comme le support un dépôt, dont la masse varie avec l'épaisseur. La variation de fréquence correspondante est pour le premier ordre de la forme  $\Delta F = k \Delta m$ . De la variation de fréquence  $\Delta F$ , facilement mesurable par une méthode de Lissajous, on peut déduire l'épaisseur de la couche déposée. Ce dispositif est actuellement industrialisé à cause de la commodité de son emploi. Nous avons, néanmoins, préféré la méthode Giacomo parce qu'elle permet un contrôle plus précis des lames en cours de leur fabrication.

#### B. Méthode Giacomo (1)

La méthode employée par Giacomo consiste à repérer directement sur l'ensemble des couches, au cours de l'évaporation, la valeur de la dérivée de la transmission  $\frac{dT}{d\lambda}$ . Cette dérivée s'annule à chaque extrémum de T et varie linéairement à son voisinage. On dispose ainsi d'un repérage précis de ces extrémums donc des épaisseurs optiques correspondantes.

Dans le cas d'un empilement de lames quart d'onde, le facteur de transmission T de la lame ne dépend que de  $\frac{ne}{\lambda}$ . D'où :  $T = T\left(\frac{ne}{\lambda}\right)$ .

Si on néglige la dispersion de l'indice toujours très faible on peut écrire :

$$\frac{\partial T}{\partial e} = \frac{n}{\lambda} T' \left( \frac{ne}{\lambda} \right)$$

$$\frac{\partial T}{\partial \lambda} = - \frac{ne}{\lambda^2} T' \left( \frac{ne}{\lambda} \right)$$

Ceci implique :

$$\left| \frac{1}{\lambda} \left( \frac{\partial T}{\partial e} \right)_{\lambda} \right| = \left| \frac{1}{e} \left( \frac{\partial T}{\partial \lambda} \right)_e \right|$$

Ce qui montre qu'il revient au même de chercher le minimum de T en fonction de  $\lambda$  ou en fonction de e.

Pour cela, on éclaire la lame dont on veut étudier la transmission au cours de l'évaporation, par une étroite bande spectrale de longueur d'onde moyenne  $\lambda_0$ , prélevée dans le spectre continu d'une source lumineuse par incandescence. On peut choisir la longueur d'onde  $\lambda_0$ ; c'est pour cette longueur d'onde que la réflexion sera maximale.

La longueur d'onde utilisée est modulée suivant la loi :

$$\lambda = \lambda_0 + \delta \lambda \cos 2\pi Nt$$

où  $\delta \lambda$  est l'amplitude de modulation choisie très petite en comparaison de  $\lambda_0$ .

$$\text{soit : } \delta \lambda \ll \lambda_0 \quad (1)$$

Le flux transmis est recueilli par un photomultiplicateur dont le courant i, proportionnel au flux lumineux transmis varie suivant la loi :

$$i = A(\lambda) T(\lambda)$$

A( $\lambda$ ) est une fonction (Fig. 12) qui tient compte

- de la brillance (donc de la température) de la source lumineuse.

- de l'étendue des faisceaux.

- de la transparence des organes optiques.

- de la réponse de la cellule

T( $\lambda$ ) est le pouvoir de transmission de la lame traitée. Constant en l'absence de dépôt dans la mesure où on néglige la dispersion, ce facteur présente un minimum pour une certaine longueur d'onde. (Fig. 12)

La réponse du photomultiplicateur est donc :

$$i = A(\lambda_0 + \delta \lambda \cos 2\pi Nt) T(\lambda_0 + \delta \lambda \cos 2\pi Nt)$$

Compte tenu de la condition (1) on peut développer suivant les puissances de  $\delta \lambda$  et écrire au second ordre près :

$$i = A(\lambda_0) T(\lambda_0) + \left( \frac{\partial A}{\partial \lambda} T + \frac{\partial T}{\partial \lambda} A \right)_{\lambda_0} \delta \lambda \cos 2\pi Nt + \dots$$

soit  $i = i_0 + \tilde{i}_N$

•  $i_0$  est un signal continu éliminé par l'amplificateur (mais qui peut être utilisé pour un asservissement)

•  $i_N$  est un signal modulé de fréquence  $N$  (Fig. 13) amplifié par un amplificateur sélectif et observé en Lissajous sur l'écran d'un oscilloscope (voir la méthode au chapitre suivant).

Le signal observé  $i_N$  s'annule lorsque :

$$T \left( \frac{\partial A}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_0} = - A \left( \frac{\partial T}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_0}$$

et non pas lorsque  $\left( \frac{\partial T}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_0} = 0$

Ce qui nécessite une correction locale de la courbe  $A(\lambda)$ .

Il faut en effet que l'on ait  $\left( \frac{\partial A}{\partial \lambda} \right)_{\lambda_0} = 0$  c'est à dire qu'il faut que la courbe  $A(\lambda)$  présente un extremum ou un point d'inflexion horizontale pour  $\lambda = \lambda_0$  (Fig. 14)

Pour cela (6) on dispose sur un spectre intermédiaire un cache en forme de couteau orientable par rapport à la direction du spectre. Le réglage de l'orientation se fait simplement en annulant avant évaporation le courant  $i_N$  pour la longueur d'onde choisie  $\lambda_0$ .

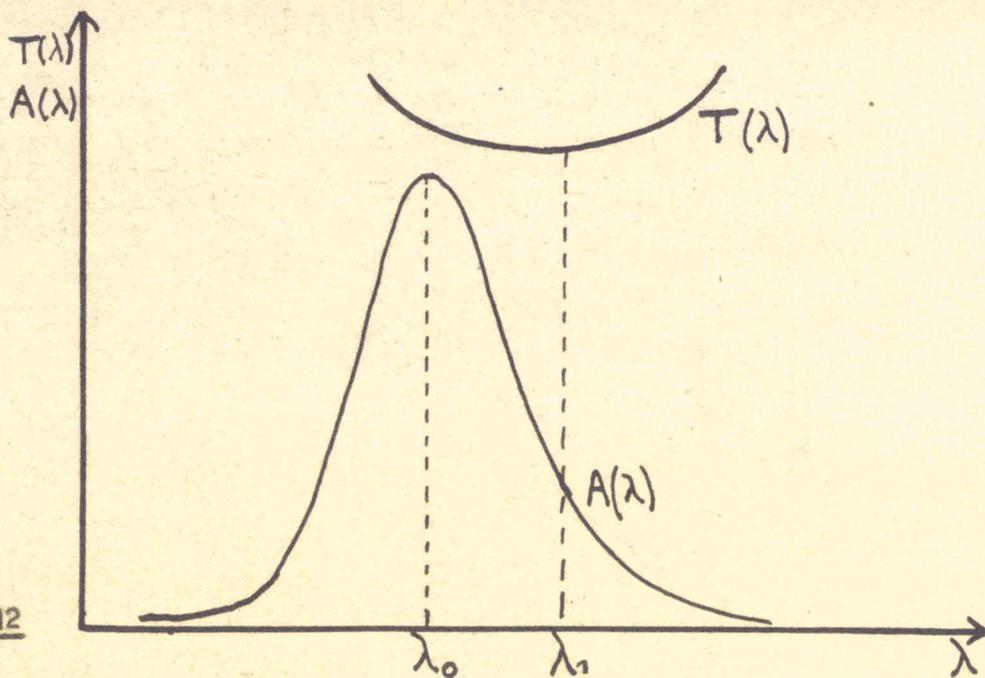


Figure 12

$A(\lambda)$  et  $T(\lambda)$  pour un certain dépôt

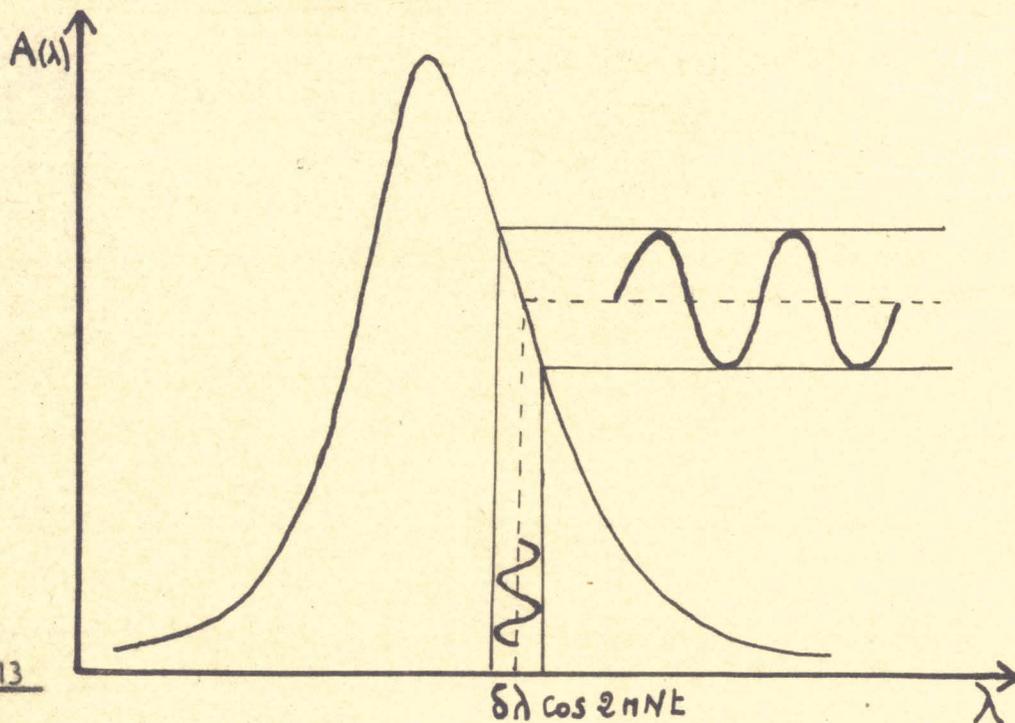
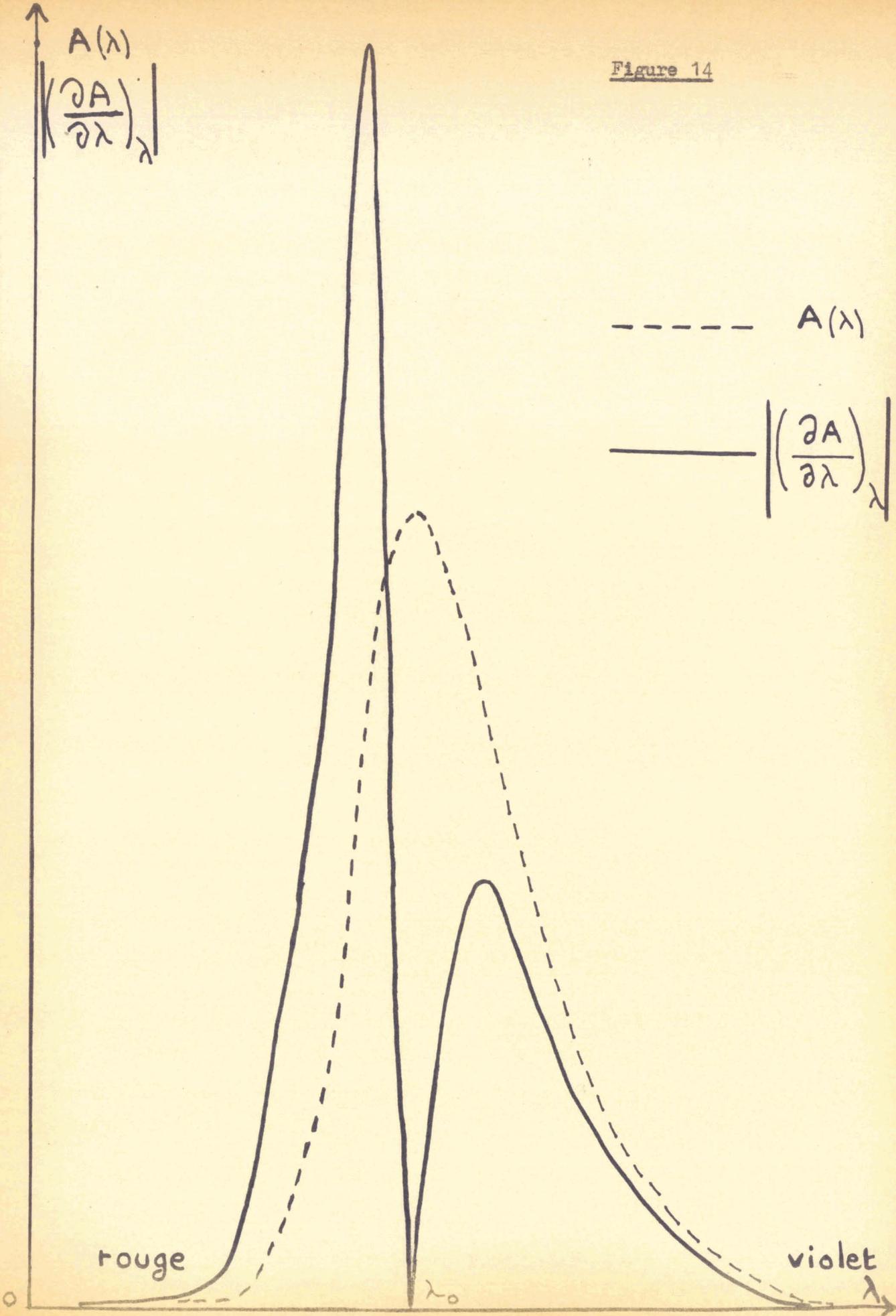


Figure 13

Réponse de la cellule à la modulation  $\delta\lambda \cos 2\pi Nt$

Figure 14



CHAPITRE V

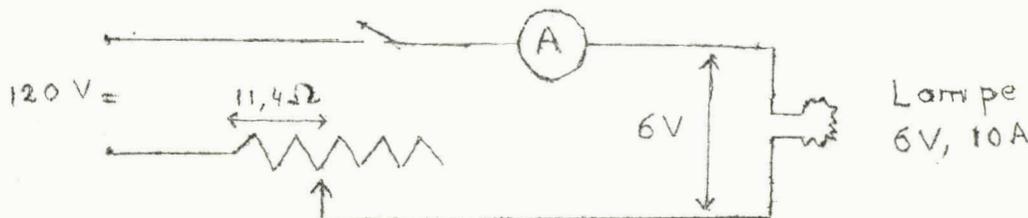
## Réalisation pratique

A - Source

La source doit fournir un spectre continu et être exempte de toute modulation parasite. Nous avons utilisé une lampe à filament de tungstène (10 A, 6v) alimentée en courant continu stabilisée ; une variation de tension provoquerait une variation de température du filament et modifierait  $A(\lambda)$  et par suite  $(\frac{\partial A}{\partial \lambda})_{\lambda_0}$ . Nous avons d'abord alimenté la lampe à partir du 120 V continu de la distribution générale, une résistance variable réglable à 11,4Ω abaisse la tension aux bornes de la lampe à 6 v.

Notons la difficulté de trouver une résistance de 11,4Ω supportant 10 A, et aussi les difficultés d'isolement (1140 watts sont dissipés dans l'atmosphère) des résistances à l'aide de grosses porcelaines.

Cette alimentation basse tension a été montée sur rack



Ce dispositif présentait le grand inconvénient de rayonner 1140 watts dans l'atmosphère. C'est pourquoi, après plusieurs essais, nous avons alimenté la lampe à l'aide du courant alternatif du secteur par l'intermédiaire d'un transformateur (220v - 6v). Nous n'avons pas remarqué de modification de la fonction  $A(\lambda)$  et par suite  $(\frac{\partial A}{\partial \lambda})_{\lambda_0}$ . Aussi, avons nous utilisé ce montage de préférence à l'autre. L'idéal serait de redresser le courant alternatif et de mettre un accumulateur tampon en parallèle avec la lampe.

B. - Le système dispersif

Le système dispersif est un petit monochromateur DESVIGNES constitué par un prisme catadioptrique en flint dont l'étendue spectrale couvre le domaine visible 0,4 à 0,72 microns.

La fente d'entrée reste étroite, on la règle d'après le flux lumineux nécessaire ; tandis que la fente de sortie, haute de 2 cm et plus largement ouverte, sépare la bande de longueurs d'ondes  $\delta\lambda$  qui sera utilisée pour la modulation. La dispersion moyenne est de 30 Å par division du Vernier.

Enfin une butée micrométrique commande la rotation du prisme et permet de choisir la longueur d'onde moyenne  $\lambda_0$ .

#### C. - Le couteau orientable

Il est constitué par une lèvre de fente en acier doux qui peut :

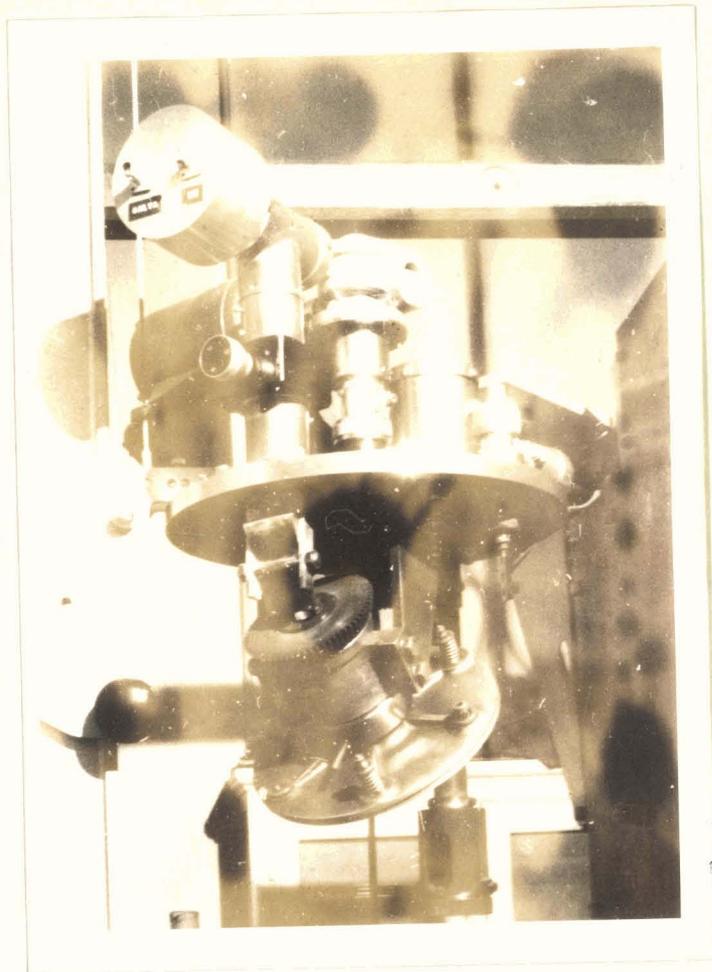
- poussé par une butée micrométrique se déplacer par translation perpendiculairement à l'axe optique du faisceau issu du monochromateur.
- tourner autour de cet axe optique par rotation d'un boîtier d'aluminium servant de support au couteau et évitant aussi les pertes de lumière.

Le couteau est dans le plan d'un spectre intermédiaire obtenu grâce à une lentille convergente de 25 dioptries.

#### D. - Miroir vibrant

La modulation de la longueur d'onde est obtenue à l'aide d'un miroir vibrant. Le miroir est fixé sur la branche d'un diapason entretenue électriquement à la fréquence propre ( $N = 315$  Hz) du diapason. Nous avons choisi cette fréquence afin d'éviter les parasites du secteur, ce qui nous permet d'alimenter la source sans inconvénient majeur à l'aide du courant de fréquence 50 Hz du secteur. L'auto-entretien est assuré par un système oscillant transistorisé. L'amplitude de modulation est réglable à l'aide d'un potentiomètre E (Fig. 15). Elle peut varier de 0 à 200 Å environ. En outre une sortie de référence à  $N = 315$  Hz a été montée avec pont déphaseur pour l'observation sur l'écran d'un oscilloscope d'une ellipse dont les deux composantes sont déphasées de  $\pi/2$ . Précisons enfin que l'axe de rotation du miroir fixé au diapason doit être parallèle à l'image de la fente d'entrée du monochromateur.





BU LILLE

BU  
LILLE

BU  
LILLE

### E. - Traversée de la cloche

Elle a été entièrement réalisée au Laboratoire.

En suivant le sens de propagation de la lumière nous rencontrons successivement

1) un miroir d'entrée à  $45^\circ$  qui rabat verticalement le faisceau horizontal provenant du monochromateur.

2) un bouchon hublot (Fig. 8) d'entrée formé de trois pièces en laiton, assurant l'étanchéité et le passage de la lumière dans l'enceinte à vide.

3) un tube guide de lumière avec un porte lentille en laiton permettant la convergence de la lumière et évitant ainsi de trop grandes pertes.

4) un miroir intermédiaire, réfléchissant le faisceau vertical normalement à la lame à traiter fixée sur le porte échantillon à  $45^\circ$ .

5) un miroir de sortie assurant la sortie de la lumière verticalement hors de la cloche.

6) un bouchon hublot de sortie identique à celui d'entrée.

La lumière parvient finalement sur la fente d'entrée du photomultiplicateur. Les images successives de la fente d'entrée du monochromateur se forment donc ainsi dans une série de plans conjugués : fente de sortie du monochromateur, couteau, miroir d'entrée dans la cloche, fente d'entrée du photomultiplicateur (Fig. 16). En éliminant ainsi toute lumière parasite provenant des creusets, on obtient une image finale de même dimension que la bande spectrale objet.

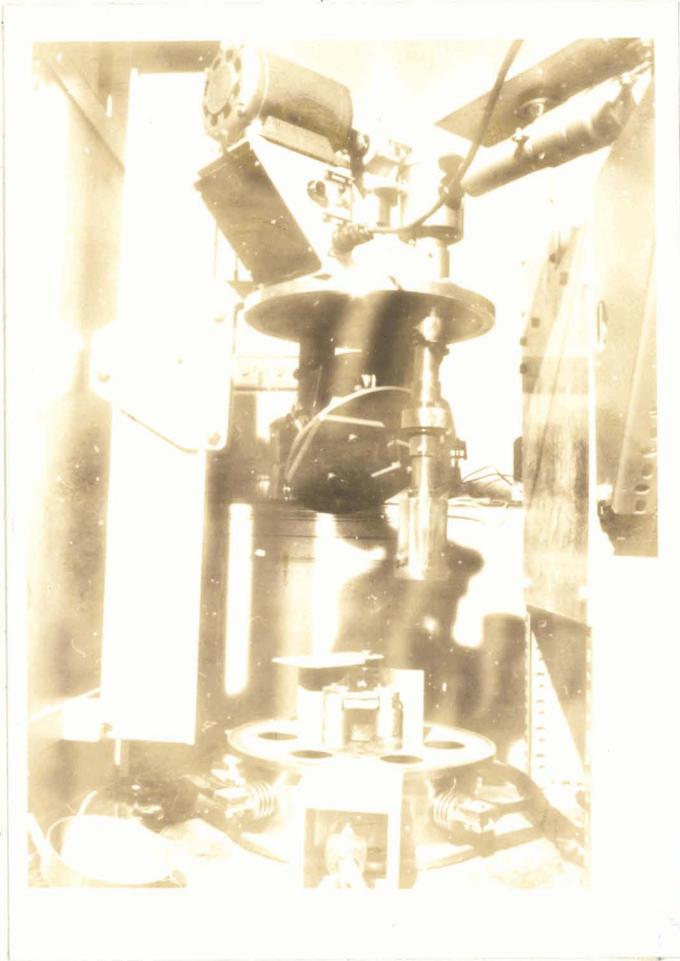
### F. - Photomultiplicateur

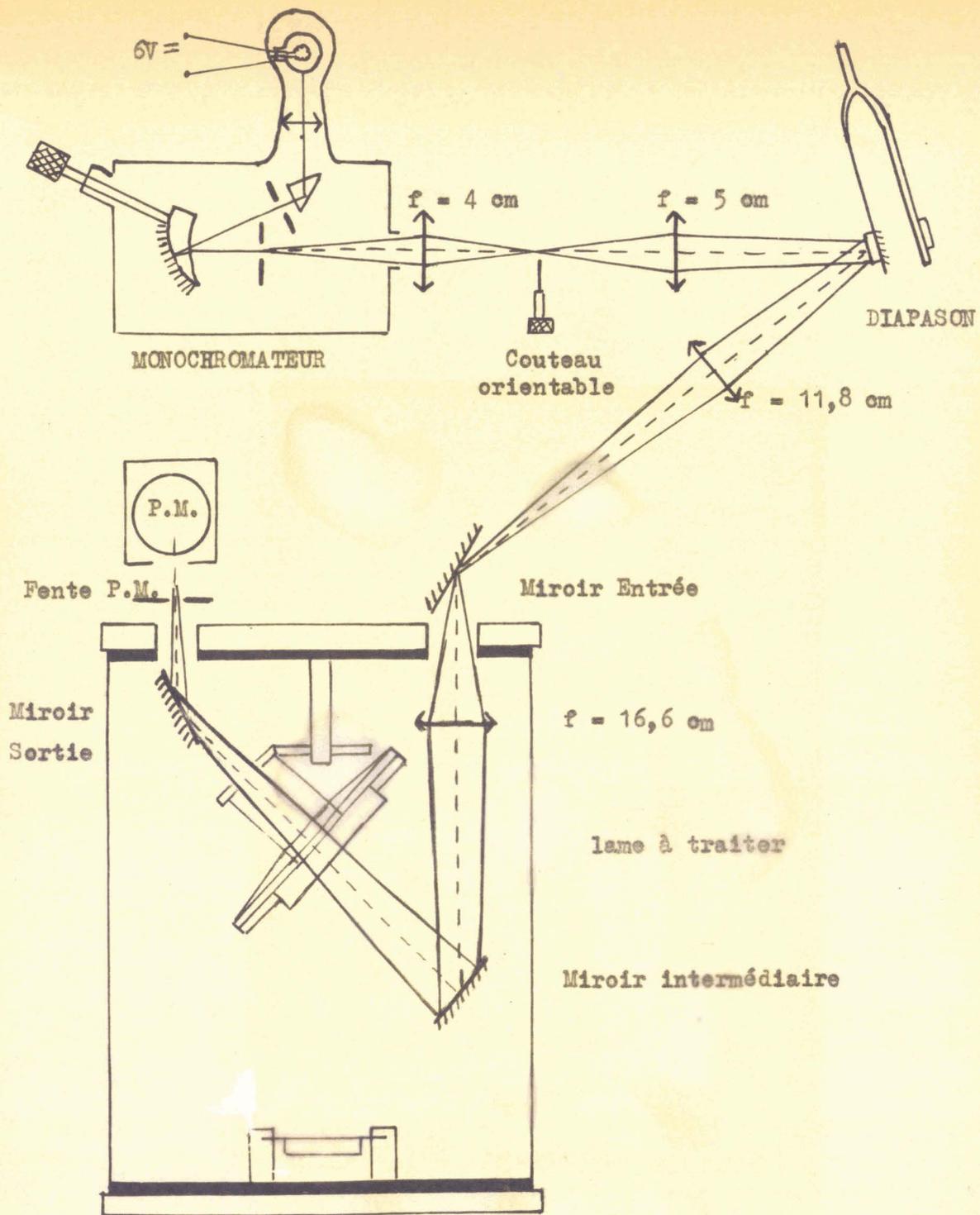
Le photomultiplicateur type IP 21 est alimenté à l'aide d'une alimentation haute tension négative (2000v 100  $\mu$ A)

Le signal de réponse est ensuite injecté dans un amplificateur sélectif (type A O I P Réf. EL 40) qui amplifie la composante de fréquence 315 Hz.

### G. - Oscilloscope

Le signal amplifié est appliqué aux plaques verticales d'un oscilloscope cathodique C.R.C. type OC 320. Les plaques horizontales reçoivent la tension de référence du diapason par l'intermédiaire d'un pont déphaseur. On règle la phase de balayage à  $M/2$  de manière à

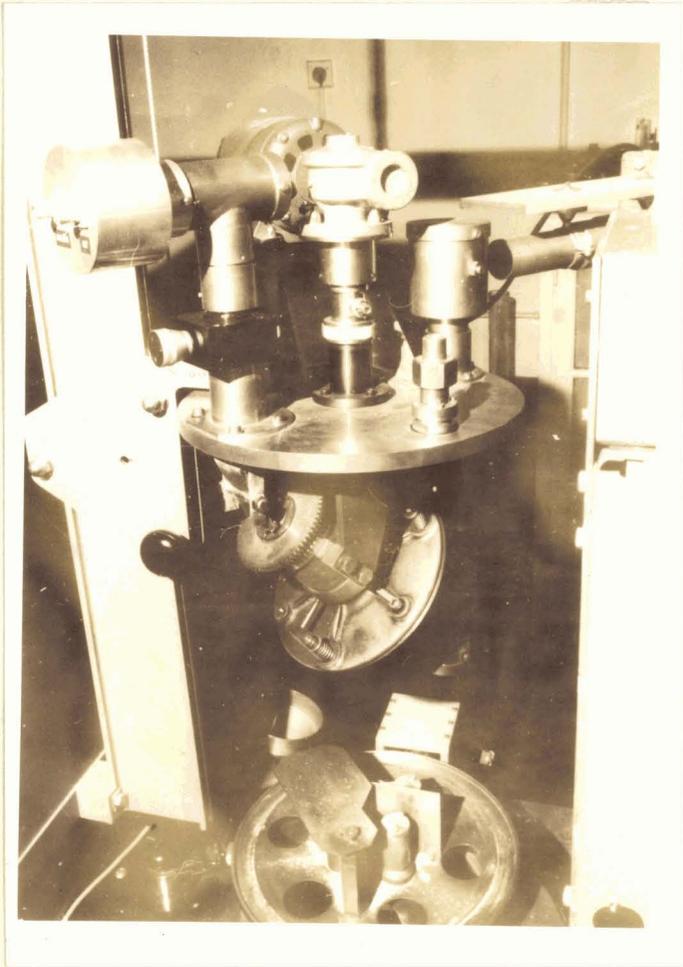




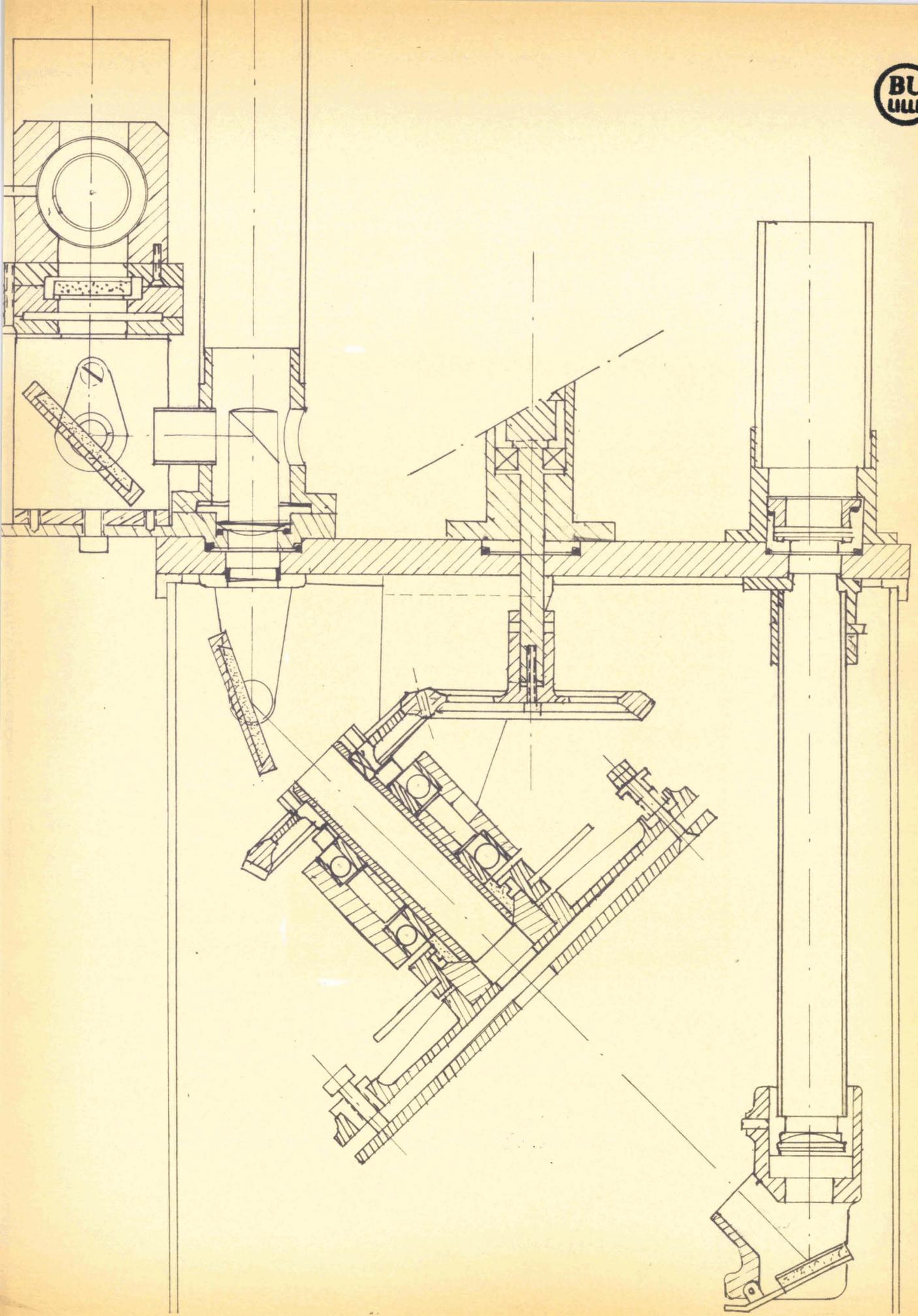
Montage optique

Figure 16





BU  
LILLE



obtenir sur l'écran une ellipse rapportée à ses axes de symétrie.

## CHAPITRE VI

Utilisation de l'appareil - Sensibilité - Limitations -

Résultats obtenus

### A. - Utilisation de l'appareil

1. - la lame à traiter étant en place, sous vide, le dégazage des produits étant effectué, le monochromateur étant réglé pour la longueur d'onde moyenne  $\lambda_0$ , on règle le contour jusqu'à obtenir une amplitude verticale nulle à l'oscilloscope (ellipse réduite à 1 segment de droite). On a ainsi annulé  $\frac{\partial A}{\partial \lambda}$  au voisinage de  $\lambda_0$  et on peut procéder à l'évaporation.

2. - Pour chaque couche d'épaisseur optique  $\lambda/4$  l'oscilloscope indique une amplitude croissante, puis stationnaire, puis décroissante. On arrête l'opération, en masquant le creuset à l'aide du cache creuset, dès que l'amplitude s'annule de nouveau. On coupe le chauffage des creusets un peu à l'avance pour ralentir l'évaporation. Un inverseur permet de passer immédiatement à l'autre creuset et ainsi de suite.

### B. - Sensibilité

Le pouvoir réflecteur de la lame augmente avec le nombre de couches et par suite l'intensité lumineuse transmise diminue. Les courbes de la figure 17 montrent comment varie le signal qui devient très faible dès qu'on arrive à la cinquième couche. On pourrait remédier à cet inconvénient en asservissant la tension d'alimentation de la cellule de manière à obtenir une réponse  $A(\lambda_0) \cdot T(\lambda_0)$  constante (6).

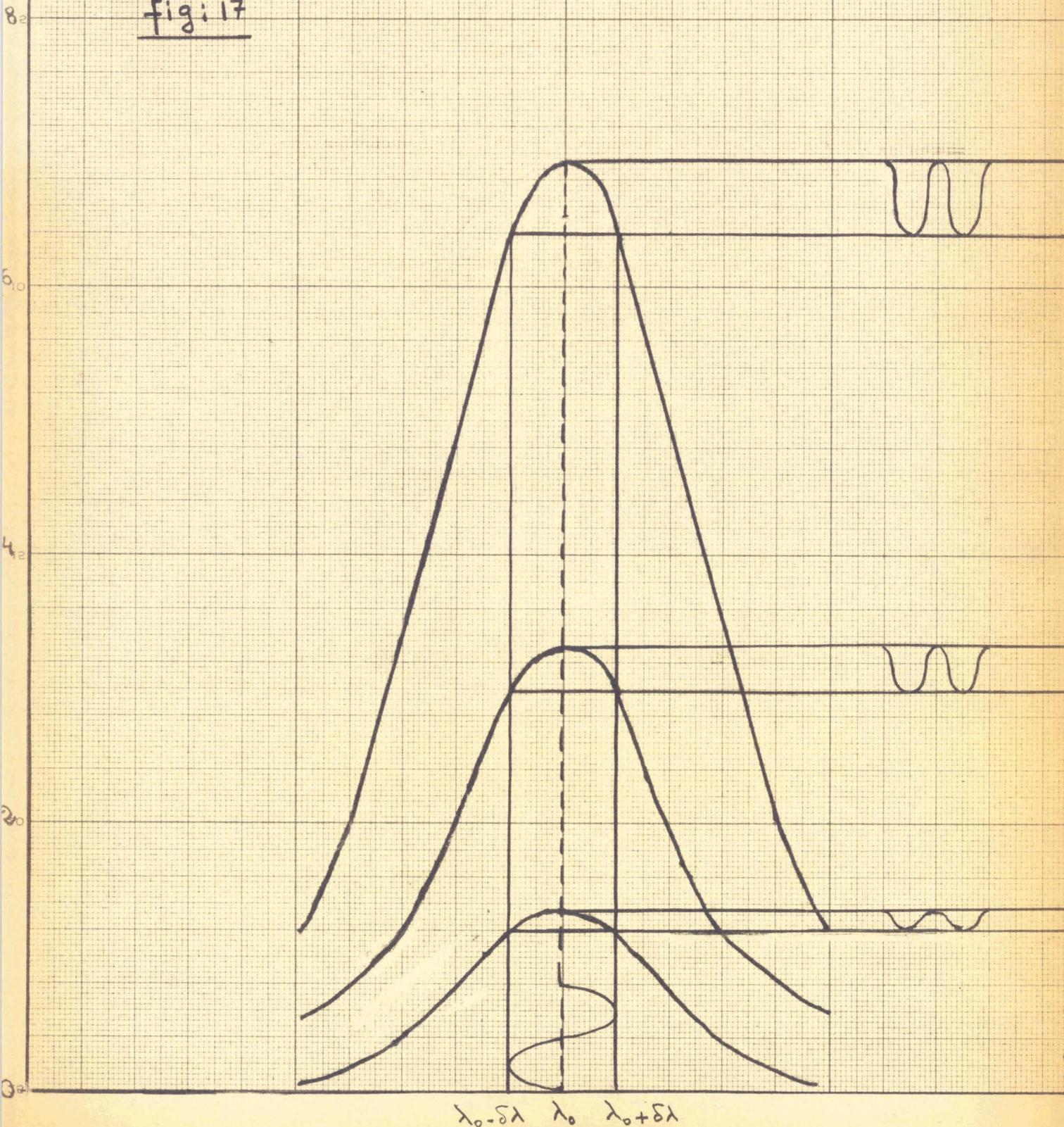
### C. - Limitations

Les performances sont, néanmoins encore limitées par des inconvénients difficile à éviter :

$A(\lambda)T(\lambda)$

Variation de l'intensité lumineuse transmise  
quand le pouvoir réflecteur augmente avec le  
nombre de couches.

Fig: 17



1) vibrations mécaniques des supports (voir résultats obtenus au paragraphe suivant)

2) parasites d'origine électrique. Nous les avons réduits en utilisant une fréquence de modulation  $N = 315$  Hz différente de la fréquence du secteur et en utilisant un amplificateur sélectif à bande étroite.

3) bruit de fond de la cellule. Pour l'éviter, nous avons utilisé une cellule dont le bruit de fond est négligeable en comparaison du signal de réponse.

#### D. - Résultats obtenus

Nous n'avons pas obtenu de résultats tangibles. En effet, les tentatives de contrôle de l'épaisseur des couches nous a permis de mettre en évidence des graves imperfections dont la correction aurait entraîné une installation différente des organes du contrôle optique des épaisseurs.

##### 1) Stabilité mécanique

Cette condition est primordiale pour un bon fonctionnement de l'appareil. En effet le dispositif Giacomo est très sensible aux vibrations extérieures et le moindre déplacement de l'image finale par rapport à la fente du photomultiplicateur modifie la réponse de la cellule en entraînant une erreur considérable sur l'épaisseur de la couche de diélectrique déposée.

Les vibrations mécaniques ont des origines diverses :

- vibration de la pompe primaire
- vibration du diapason
- vibration du système rotatif à  $45^\circ$
- instabilité du sol

On peut remédier à ces inconvénients en rendant solidaires le monochromateur et le photomultiplicateur. Ceci peut être réalisé en fixant tous les organes du contrôle optiquesur la platine supérieure de l'enceinte à vide. Cette solution quoiqu'assez difficile, au point de vue technique, présenterait deux avantages certains :

- elle éliminerait une grande partie des vibrations parasites signalées.

- elle faciliterait le réglage des fentes.

En effet, il faut que la fente d'entrée du photomultiplicateur soit rigoureusement centrée sur l'image de la raie de longueur d'onde  $\lambda_0$  donnée par la fente d'entrée du monochromateur.

Si le monochromateur et le photomultiplicateur étaient solidaires, on éliminerait la plupart des vibrations mécaniques parasites et on rendrait le réglage des fentes définitif (alors que dans le cas présent, il doit être effectué à chaque évaporation).

## 2) Amélioration du vide

Nous avons constaté que la qualité des dépôts réalisés n'était pas constante et même certains dépôts n'ont pas adhéré sur la lame à traiter malgré sa propreté (condition nécessaire de réussite). En outre, nous avons remarqué que le temps d'évaporation d'une couche quart d'onde était relativement long, environ cinq minutes. C'est pourquoi la lame à recouvrir, soumise au flux de chaleur provenant des creusets s'échauffe et les dépôts adhèrent alors difficilement ; notamment la cryolithe se solidifie sous forme de paillettes.

La solution consiste à améliorer le vide. On réduirait alors le temps d'évaporation et on éviterait le trop grand échauffement de la lame à traiter.

L'amélioration du vide peut se faire en introduisant dans l'enceinte à vide une spirale réfrigérante. Son introduction dans l'évaporateur présenterait un double avantage :

- servir de second piège à azote liquide ; on pourrait ainsi atteindre selon les spécialistes du vide, une pression de  $10^{-7}$  torr au lieu de  $10^{-6}$  torr actuellement.

- refroidir la lame par rayonnement rendant aussi les dépôts adhérents et bien uniformes.

## 3) Asservissement de la tension d'alimentation de photomultiplicateur.

Une finesse de montage qui n'est pas indispensable consisterait à asservir la tension d'alimentation du photomultiplicateur de manière à obtenir une réponse continue  $A(\lambda_0) \cdot T(\lambda_0)$  constante et rendre ainsi la sensibilité constante même lorsque le nombre des couches devient grand.

### CONCLUSION

Nous avons préparé un évaporateur à couches multiples, il n'est pas encore au point mais tout porte à croire qu'il fonctionnera parfaitement lorsque les deux défauts signalés auront été corrigés :

- d'une part, par suppression des vibrations gênantes en rendant solidaires le monochromateur et le photomultiplicateur.
- d'autre part, par obtention d'un vide meilleur en introduisant dans l'enceinte à vide une spirale réfrigérante.

REFERENCES

1. GIACOMO -- Thèse présentée à PARIS en Décembre 1955
2. ABELLES -- Annales de Physique Tome 3 1949
3. DROMBY -- D.E.S. présenté à LILLE en 1963 page 15
4. PASCAL -- Traité de Chimie Minérale Tome 12 page 583
5. SEAVOM -- Documentation de la Société S.E.A.V.O.M.
6. GIACOMO -- Journal de Physique et le Radium  
Supplément au N° 2 Tome 13 Février 1952  
page 61.A

Co travail a été réalisé dans les Laboratoires de l'Institut de Physique de LILLE, sous la direction de Monsieur le Professeur SCHILTZ.

Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance pour les conseils et les suggestions qu'il m'a toujours donnés avec bienveillance.

Je tiens à remercier, aussi, Monsieur le Professeur BECART et Monsieur le Professeur BOILLET qui ont accepté de constituer le Jury.

Que soit aussi remercié le personnel et en particulier Monsieur HOUDART pour l'aide qu'ils m'ont apportée.

Enfin, je tiens à remercier le personnel de l'Atelier de Mécanique pour l'aide technique qu'il m'a apportée.