

Conception, réalisation et caractérisation de filtres interférentiels complexes par pulvérisation réactive magnétron assistée par plasma

Thomas **BEGOU**

Fabien LEMARCHAND, Michel LEQUIME et Julien LUMEAU

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique Vendredi 18 Mars 2016







Plan de la présentation

- I. Présentation de la machine de dépôt HELIOS
- II. Réalisation et caractérisation de filtres complexes
- III. Modélisation et caractérisation des déformations induites par un empilement multicouches : Vers une compensation parfaite des contraintes
- IV. Bonus : OIC 2016 Manufacturing Contest

Conclusions

I. Présentation de la machine HELIOS de BUHLER Optics



- 12 porte-échantillons dont 1 pour le contrôle optique
- Rotation du plateau à 240 tr.min⁻¹
- SAS d'introduction
- 4 zones de traitement
 - 1 source plasma d'assistance
 - 2 sources de pulvérisation cathodique magnétron MF (dépôts de matériaux diélectriques)
 - 1 source de pulvérisation DC (dépôts de matériaux métalliques)
- Dépôt contrôlé en temps réel par mesure optique monochromatique en transmission in situ
- Cibles disponibles : Si, Nb, Hf, Ta, Ag, Cr
- Gaz disponibles : Ar, O₂, N₂

I. Présentation de la machine HELIOS de BUHLER Optics



- 12 porte-échantillons dont 1 pour le contrôle optique
- Rotation du plateau à 240 tr.min⁻¹
- SAS d'introduction
- 4 zones de traitement
 - 1 source plasma d'assistance
 - 2 sources de pulvérisation cathodique magnétron MF (dépôts de matériaux diélectriques)
 - 1 source de pulvérisation DC (dépôts de matériaux métalliques)
- Dépôt contrôlé en temps réel par mesure optique monochromatique en transmission in situ
- Cibles disponibles : Si, Nb, Hf, Ta, Ag, Cr
- Gaz disponibles : Ar, O₂, N₂

II. Réalisation d'un filtre : Gabarit

Définition d'un gabarit répondant à des besoins spécifiques (filtres passe bande, passe haut, passe bas, miroirs, AR, …) en fonction des domaines d'application (astronomie, spatial, télécoms, chaînes laser, …)



Exemple de gabarit pour un filtre passe bande à bande étroite (filtre réjecteur sur la gamme 300-1100 nm sauf dans la bande de transmission autour de 800 nm avec une largeur de bande de 20 nm)

D'autres contraintes sur le composant peuvent aussi être prises en compte (angle d'incidence, polarisation, planéité, uniformité, ...)

II. Réalisation d'un filtre : Matériaux disponibles



Indices de réfraction et coefficients d'extinction des principaux matériaux utilisés obtenus par mesures en réflexion et en transmission (spectrophotomètre Lambda 1050 de Perkin Elmer avec module R&T).

Couple de matériaux utilisés pour la réalisation de composants basés sur une alternance de couches de haut et de bas indices :

- > Domaine proche UV (λ < 400-450 nm) : SiO₂/HfO₂ (k_{HfO2} << k_{Nb2O5})
- Domaine visible/proche IR (λ > 400-450 nm) : SiO₂/Nb₂O₅ (plus grand contraste d'indice)

II. Réalisation d'un filtre : Conception de l'empilement





Contrôle de la transmission en temps réel à 915 nm (OMS 5000 – Bülher optics).

Deux possibilités pour le contrôle d'épaisseur (contrôle optique ou au temps) :

- Contrôle optique : méthode du trigger point (calcul de la transmission de l'empilement après le dépôt de l'épaisseur de la couche en cours)
- Contrôle au temps : obtenu par moyenne des vitesses de dépôts estimées à partir des couches précédentes

II. Exemple de réalisation : Filtres 3MI de l'ESA

- Réalisation de 2 filtres optiques en accord avec les spécifications de l'ESA pour le projet 3MI (collaboration avec la société CILAS) :
 - ✓ B3 centré à 443 nm
 - ✓ B12 centré à 2132 nm

Designs réalisés par une combinaison de cavités Fabry Pérot et de miroirs optimisée à l'aide d'un logiciel commercial [1]

	Filt	re B3	Filtre B12	
	Face d'entrée (FF)	Face de sortie (RF)	Face d'entrée (FF)	Face de sortie (RF)
Nombre de couche	87	76	66	140
Epaisseur totale de SiO ₂ (nm)	4394	4553	14434	14700
Epaisseur totale de Nb ₂ O ₅ (nm)	3346	3559	11174	9905
Epaisseur totale du filtre (nm)	7740	8112	25608	24605
Longueur d'onde de centrage (nm)	443		2132	

[1] Sh. Furman and A.V.Tikhonravov, "Basics of optics of multilayer systems", Editions Frontiers, Gif-sur Yvette, 1992

II. Caractérisation des filtres : Transmission (1)



Comparaison entre les courbes de transmission théorique et expérimentale pour la face d'entrée (FF) du filtre B3

II. Caractérisation des filtres : Transmission (2)



Comparaison entre les courbes de transmission théorique et expérimentale pour la face de sortie (RF) du filtre B3

II. Caractérisation des filtres : Transmission (3)



Courbes de transmission expérimentale pour les faces d'entrée (FF), de sortie (RF) ainsi que pour le composant final traité sur les deux faces (filtre B3)

II. Caractérisation des filtres : Transmission (4)



Courbe de transmission expérimentale pour le **composant final** traité sur les **deux faces** (filtre **B3**)

II. Caractérisation des filtres : Transmission (5)



Courbes de transmission expérimentale pour les faces d'entrée (FF), de sortie (RF) ainsi que pour le composant final traité sur les deux faces (filtre B12)

II. Caractérisation des filtres : Transmission (6)



Courbe de transmission expérimentale pour le **composant final** traité sur les **deux faces** (filtre **B12**)

III. Modélisation des contraintes : Contexte

- Réalisation de miroirs diélectriques pour le circulateur du faisceau laser de l'accélérateur européen ELI-NP (Extreme Light Infrastructure – Nuclear Physics) en collaboration avec la société Alsyom et le Laboratoire de l'Accélérateur Linéaire (LAL)
- Spécifications spectrales : R > 99,95% @ 515 nm et 22,5° d'incidence en polarisation s et p

=> Miroirs basés sur des empilements quart d'onde du couple Nb₂O₅/SiO₂ ayant la structure suivante (HB)¹⁰ H

- Spécifications de tenue au flux laser : LIDT > 0,5 J/cm² @ 515 nm (3,5 ps, 100 Hz) dans le vide
- Spécifications mécaniques : avoir une planéité finale après dépôt inférieure à λ/30 Peak To Valley (PTV) à 515 nm

=> Nécessité de connaître précisément la valeur des contraintes induites par les matériaux utilisés pour pouvoir "<u>prédire</u>" la déformation finale du composant

III. Modélisation des contraintes pour une monocouche

Contraintes mécaniques calculées à partir du rayon de courbure du substrat <u>avant</u> (*R_s*) et <u>après</u> (*R_{s+f}*) dépôt en utilisant l'équation de Stoney [1] donnée pour le cas d'une monocouche d'épaisseur *t_f*

$$\sigma = \frac{E_{S} t_{S}^{2}}{6t_{f} (1 - v_{S})} \left(\frac{1}{R_{S+f}} - \frac{1}{R_{S}}\right)$$

Substrat en silice :

- ✓ Diamètre D_s = 25 mm
- \checkmark Epaisseur $t_s = 1,00 \pm 0.05$ mm
- ✓ Module d'Young E_s = 73000 MPa
- ✓ Coefficient de Poisson v_s = 0,16
- ✓ Planéité ≈ λ/4 @ 515 nm
- Rayon de courbure mesuré par interférométrie en lumière blanche (ZYGO NewView 7300) => Rayon de courbure indépendant du diamètre du substrat :

=> Possibilité de masquage de la mesure pour s'affranchir des effets de bords

[1] G. Stoney, "The tension of metallic films deposited by electrolysis", Proc. R. Soc. Lond. Ser. A Math. Phys. Eng. Sci., 82, 172–175 (1909).

III. Mesure du rayon de courbure



Interféromètre en lumière blanche Zygo NewView 7300

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 18/50

III. Modélisation des contraintes pour une monocouche Rayon de courbure normalisé à l'épaisseur du substrat

Réécriture de l'équation de Stoney :

> Avec :

$$K_S = \frac{E_S}{6(1 - v_S)}$$

=> Constante associée au substrat

$$R_{Norm} = \frac{R_S R_{S+f}}{t_S^2 (R_S - R_{S+f})}$$

=> Donnée calculée à partir des mesures expérimentales (correspond uniquement à la déformation induite par la couche mince)

Dépôts de monocouches de SiO₂ et de Nb₂O₅ de plusieurs épaisseurs différentes

=> Tracé du rapport K_s/R_{Norm} en fonction de l'épaisseur du film déposé t_f

III. Détermination des contraintes des différents matériaux utilisés (SiO₂ et Nb₂O₅) (1)



III. Détermination des contraintes des différents matériaux utilisés (SiO₂ et Nb₂O₅) (2)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (1)

- Etude des contraintes dans un empilement multicouches basée sur le miroir diélectrique à réaliser
- Miroir M21 (21 couches) centré à 515 nm
- Design (HB)¹⁰ H (H correspond à une couche quart d'onde en Nb₂O₅ et B correspond à une couche quart d'onde en SiO₂)
- Epaisseur H à 515 nm = 55,9 nm et épaisseur B à 515 nm = 89,4 nm
- Etude des contraintes au cours de la construction faite à différentes étapes du dépôt :

- M5 : (HB)² H - M9 : (HB)⁴ H - M11 : (HB)⁵ H - M15 : (HB)⁷ H - M17 : (HB)⁸ H - M19 : (HB)⁹ H - M21 : (HB)¹⁰ H

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (2)

Formule de Stoney réécrite pour un empilement multicouches

$$\frac{K_S}{R_{Norm}} = \sum_{i=1}^{N_H} \sigma_H t_{Hi} + \sum_{j=1}^{N_B} \sigma_B t_{Bj}$$

- Avec t_{Hi} et t_{Bi}, respectivement les épaisseurs de matériaux haut et bas indices
- Dans le cas de l'hypothèse de <u>contraintes constantes</u> en fonction de l'épaisseur déposée, cette équation peut être réécrite comme suit :

$$\frac{K_S}{R_{Norm}} = \sigma_H \sum_{i=1}^{N_H} t_{Hi} + \sigma_B \sum_{j=1}^{N_B} t_{Bj}$$

Rapport K_S/R_{Norm} <u>calculé</u> à partir des mesures expérimentales de R_S, R_{S+f} et t_S et <u>modélisé</u> à partir des valeurs de σ_{siO2} , σ_{Nb2O5} , et des épaisseurs cumulées de matériaux hauts et bas indices pour différentes étapes de la construction du miroir

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (3)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (4)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (5)

- Problème : modèle inadapté, écart théorie expérience augmente avec le nombre (ou l'épaisseur cumulée) des couches
- Contraintes « surestimées »
- Hypothèses :
 - * Contraintes dépendantes de l'épaisseur du matériau?
 - Effets d'interfaces?
 - * ...

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (6)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (7)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (8)

Evolution linéaire de la contrainte (en MPa) en fonction de l'épaisseur déposée exprimée en nm :

•
$$\sigma_{SiO2} = A_B + B_B t_B = 356,0 + 0,0434 t_B$$

• $\sigma_{Nb2O5} = A_H + B_H t_H = 59,5 + 0,0013 t_H$

Dans le cas de cette hypothèse de contraintes variables en fonction de l'épaisseur déposée, cette équation peut être réécrite comme suit :

$$\frac{K_S}{R_{Norm}} = \sum_{i=1}^{N_H} \sigma_H(t_{Hi}) t_{Hi} + \sum_{j=1}^{N_B} \sigma_B(t_{Bj}) t_{Bj}$$

soit,

$$\frac{K_S}{R_{Norm}} = A_H \sum_{i=1}^{N_H} t_{Hi} + B_H \sum_{i=1}^{N_H} t_{Hi}^2 + A_B \sum_{j=1}^{N_B} t_{Bj} + B_B \sum_{j=1}^{N_B} t_{Bj}^2$$

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 29/50

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (9)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (10)



III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (11)



Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 32/50

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (12)

- Planéité < λ/30 @ 515 nm => Flèche < 17 nm</p>
- Limitation du diamètre ou de l'épaisseur du substrat si composant traité <u>uniquement</u> sur une <u>seule face</u>
- Nécessité d'un dépôt en face arrière pour pouvoir respecter cette spécification quelque soit le substrat (sans modification des conditions expérimentales de dépôt)



III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (1)



Quelles épaisseurs/fonctions faut il déposer sur la face arrière pour obtenir une compensation parfaite des deux dépôts?

Dans ce cas, il faut satisfaire cette relation :

$$R_{S+f} [FACE1] = -R_{S+f} [FACE2]$$



Substrat nu *R*_s infini Substrat traité une face R_{s+f} Traitement à faire sur la face arrière *-R*_{s+f} Echantillon final *R* infini

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (2)

L'égalité des rayons de courbures associés au traitement des deux faces revient à écrire :

$$\left[\sum_{i=1}^{N_{H}} \sigma_{H}(t_{Hi})t_{Hi} + \sum_{j=1}^{N_{B}} \sigma_{B}(t_{Bj})t_{Bj}\right] [Face \ 1] = \left[\sum_{i=1}^{N_{H}} \sigma_{H}(t_{Hi})t_{Hi} + \sum_{j=1}^{N_{B}} \sigma_{B}(t_{Bj})t_{Bj}\right] [Face \ 2]$$

- Plusieurs solutions envisageables :
 - Compensation par <u>une seule</u> couche de SiO₂ ou de Nb₂O₅ d'épaisseur adaptée
 - Compensation par <u>le même dépôt</u> sur les deux faces du substrat
 - Compensation par <u>un antireflet</u> adapté à la longueur d'onde de centrage du miroir (515 nm)

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (3)

Compensation du rayon de courbure du substrat par une couche de SiO₂ d'épaisseur adaptée.



III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (4)





Substrat nu face 2 $R_s = -731,62 \text{ m}$

Mesure sur un diamètre de 18 mm

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (5)

> **Compensation** par <u>une seule</u> couche de SiO₂ ou de Nb₂O₅ d'épaisseur adaptée, il faut respecter la relation suivante :

$$\sigma_B(t_B)t_B[Face \ 1] = -\frac{K_S t_S^2}{R_S}$$

$$(A_B + B_B t_B) t_B = -\frac{K_S t_S^2}{R_S}$$

> Résolution équation avec R_s = -986,15 m et t_s = 1,01 mm (compensation Face 1) :

Rayon de courbure final attendu sur la face 2 : -419,90 m

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 38/50

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (6)





Mesure sur un diamètre de 18 mm

Plusieurs rayon de courbures

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (7)





Compensation « parfaite » courbe bleue

Courbe verte légèrement « surcompensée »

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 40/50

III. Contrôle et maîtrise de la déformation finale (8)





Substrat traité face 2 $R_{s exp} = -418,87 \text{ m}$ $R_{s th} = -419,90 \text{ m}$

Mesure sur un diamètre de 18 mm

IV. Bonus : Manufacturing Contest (1) Optical Interference Coatings 2016 (OIC) Tucson (Arizona), 19-24 juin 2016

- Concours de fabrication
- Cible : Avoir un profil en R et en T représentant un <u>tête d'élan</u> vue de face

Difficultés majeures : - R et T totalement <u>décorrélées</u> (très rare dans les problématiques « classiques »)

- *R* très différent de 1-*T*

=> Utilisation de couches **fortement absorbantes d'épaisseurs** relativement **faibles** (posant le problème du **contrôle d'épaisseur** et de la **maitrise d'indice** de ces couches)

IV. Bonus : Manufacturing Contest (2)



IV. Bonus : Manufacturing Contest (3)

- Plusieurs essais sur un design « simple » à 48 couches
 - ✓ Choix des matériaux validés : SiO₂, Nb₂O₅ et Cr (pour l'absorption)
 - ✓ Identifier les sources d'erreur
 - Modélisation de l'indice du Cr positionné entre deux couches de Nb₂O₅
- Conception d'un empilement à <u>105 couches</u> incluant une couche de 8nm de Cr donnant une fonction de mérite théorique de 1,2%
 - Alternance de couche hauts et bas indices des couches sauf pour la couche de couche <u>67 réalisée en chrome</u>
 - Pas de motifs périodiques en épaisseur, épaisseurs de couches allant de 6 nm à 395 nm
 - ✓ 8 verres de contrôles différents utilisés

IV. Bonus : Manufacturing Contest (4)



IV. Bonus : Manufacturing Contest (5)



IV. Bonus : Manufacturing Contest (6)



IV. Bonus : Manufacturing Contest (5)



Conclusions

CONCLUSIONS

- Réalisation de composants avec des caractéristiques optiques en très bon accord avec la théorie
- Modélisation des contraintes dans des empilements multicouches

Merci pour votre attention



I. Principe du dépôt de couches minces dans la machine HELIOS



Représentation schématique de la machine HELIOS.

- La source plasma (O₂ ou N₂) : stœchiométrie de la composition de la couche en cours de dépôt (SiO_x → SiO₂).
- Epaisseur typique déposée par tour (0,50 nm.s⁻¹ à 240 tr.min⁻¹) : 0,1-0,2 nm.
- Selon les sources allumées, on peut avoir le dépôt :
 - D'une couche diélectrique bas indice (SiO₂, ...),
 - D'une couche diélectrique haut indice (Nb₂O₅, HfO₂, ...),
 - D'une couche métallique (Cr, Ag, ...),
 - D'une couche mixte (Si_xNb_yO_z, Si_xHf_yO_z, ...) ayant un indice ajustable entre le matériau bas indice et haut indice.

I. Principe de la pulvérisation cathodique magnetron MF



Schéma de principe d'un dépôt dual magnetron G. Braüer et al./Vacuum84(2010)1354–1359.

- Pulvérisation moyenne fréquence à 40 kHz Puissance de quelques kW.
- Aimants positionnés au dessus des cibles pour confiner les particules chargées du plasma.
- > Vitesse de dépôt allant de 0,35 nm.s⁻¹ (SiO₂) à 0,55 nm.s⁻¹ (Nb₂O₅, HfO₂)

II. Caractérisation des filtres : Transmission (5)



Comparaison entre les courbes de transmission théorique et expérimentale en échelle logarithmique pour le **composant final** traité sur les **deux faces** (filtre **B3**)

Journée Couches Minces Optiques de la Société Française d'Optique

18 Mars 2016 53/50

II. Caractérisation des filtres : Mesure d'uniformité



- Uniformité mesuré à l'aide d'un dispositif développé au sein de l'équipe [6] permettant de réaliser des mesures spectrales localisées sur l'échantillon (positionné sur une platine motorisée selon les axes x et y définis dans le plan horizontal de l'échantillon).
- Mesures basées sur le décalage de la longueur d'onde de centrage (quand cela est possible) ou sur un bord de la mesure de transmission.
- Pour le filtre B3, l'uniformité varie de -0.05% à 0.10%.
- Pour le filtre B12, l'uniformité varie de -0.10% à 0.20%.

[1] L. Abel-Tiberini, F. Lemarquis and M. Lequime, "Dedicated spectrophotometer for localized transmittance and reflectance measurements", Appl. Opt., vol.45 (7), pp. 1386-1391, March 2006.
 Journée Couches Minces Optiques de la
 Société Française d'Optique

III. Déformations induites par la réalisation d'un miroir diélectrique (11)

Confirmation/Validation hypothèse 2.

Comparaison entre la déformation induite par le miroir M21 et un empilement bicouche d'épaisseur cumulée de chaque matériau utilisé équivalente.

Epaisseur	Epaisseurs	Epaisseurs	Nombre couches Face 1	R _{Norm} mesuré (m.mm ⁻²)		R _{Norm} caclulé
T_{H} (nm) T_{B} (nm)	T _B (nm)	(nm)		Face 1	Face 2	(m.nm ⁻²)
615.21	894.27	1509.48	21	40,57	-39,53	40,41
615.21	894.27	1509.48	2	36,93	-37,12	37,12