



# Ellipsométrie de speckle sur champ diffus : annulation sélective de sources pour l'imagerie en milieu diffusant

Gaëlle Georges

► **To cite this version:**

Gaëlle Georges. Ellipsométrie de speckle sur champ diffus : annulation sélective de sources pour l'imagerie en milieu diffusant. Physique [physics]. Université Paul Cézanne - Aix-Marseille III, 2007. Français. <tel-00385427>

**HAL Id: tel-00385427**

**<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00385427>**

Submitted on 19 May 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE

pour obtenir le grade de **Docteur en Sciences**  
de l'université Paul Cézanne - Aix-Marseille III

## **Ellipsométrie de speckle sur champ diffus : annulation sélective de sources pour l'imagerie en milieu diffusant**

soutenue publiquement le **23 octobre 2007** par

**Gaëlle GEORGES**

**Discipline :** Optique, électromagnétisme et image  
**École Doctorale :** Physique et sciences de la matière

**Rapporteurs :** M. Claude BOCCARA  
M. Alain BRUN  
**Examineurs :** M. Claude AMRA  
M. Alain BARTHÉLÉMY  
M. Claude BOCCARA  
M. Alain BRUN  
Mme Carole DEUMIÉ  
M. François GOUDAIL



*Avec la rédaction de ce mémoire s'achèvent trois années de travail à l'Institut Fresnel. Ce travail n'aurait pas eu lieu ou aurait été différent si mon chemin n'avait pas croisé de nombreuses personnes que je souhaite remercier ici.*

*Tout d'abord, je tiens à remercier Claude Boccara, professeur à l'ESPCI, et Alain Brun, professeur à l'Institut d'Optique, d'avoir accepté de rapporter ce travail, ainsi que Alain Barthélémy, directeur de recherche au XLIM, et François Goudail, professeur à l'Institut d'Optique, d'avoir accepté de juger ce travail. Ils m'ont fait l'honneur de s'intéresser à mon travail et je les en remercie sincèrement.*

*Je souhaite également remercier Mireille Commandré, professeur à l'Ecole Centrale Marseille, pour m'avoir accueilli dans son équipe.*

*Je souhaite exprimer toute ma gratitude à Claude Amra, directeur de recherche et directeur de l'Institut Fresnel, et Carole Deumié, professeur à l'Ecole Centrale Marseille, qui ont dirigé ce travail. Je les remercie pour m'avoir fait découvrir le monde de la recherche, pour m'avoir fait confiance pour mener à bien ce travail et pour s'être toujours montré disponible pour répondre à mes questions et me guider.*

*Un grand merci à Myriam Zerrad qui a partagé mon bureau et mon quotidien pendant ces trois années. Sans elle cette thèse aurait été complètement différente (et beaucoup moins bien, bien sûr !).*

*Je souhaite également remercier Laurent Arnaud pour nos nombreuses discussions, Laure Siozade pour sa gentillesse et pour son aide à la fin de ma thèse, Nelly Bardet pour son efficacité, son aide et sa patience face à mes nombreuses questions et demandes, Corinne Pacifico pour avoir accepté les odeurs de friture dans son bureau, Jean-Pierre Spinelli qui a toujours réussi des pièces parfaites malgré ma difficulté à lui fournir des plans corrects, Josiane Martin, Laure Stefanini et Guylène Deguero pour leur patience et leur aide continue.*

*Mes remerciements vont également à tous les thésards sans qui ces trois années n'auraient pas été aussi agréables. Je leur souhaite à tous bonne chance pour la suite.*

*Merci à mes parents et mes soeurs qui ont toujours été là, qui m'ont écouté dans les moments de doute et qui m'ont toujours soutenu quelque soit mes choix. Je les remercie pour tout !*

*Enfin et surtout un grand merci à Emmanuel Bergeret qui m'a supporté (dans tous les sens du terme !) pendant toutes ces années. Je n'aurais pas réussi sans lui !*



# Table des matières

---

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>I Bases théoriques et expérimentales pour l'étude de la diffusion lumineuse</b>	<b>3</b>
I.1 Principes théoriques . . . . .	4
I.1.1 Théorie du premier ordre pour un substrat diffusant en surface ou en volume . . . . .	4
I.1.2 Théorie du premier ordre pour un système multicouche plan . . . . .	8
I.2 Outil expérimental . . . . .	11
<b>II Signatures en intensité pour la séparation des diffusions de surface et de volume</b>	<b>15</b>
II.1 Techniques pour séparer les différentes origines de la diffusion . . . . .	17
II.1.1 Influence de la longueur d'onde . . . . .	17
II.1.2 Influence de la polarisation . . . . .	18
II.1.3 Autres approches . . . . .	19
II.1.3.1 Dépôt d'une couche mince . . . . .	19
II.1.3.2 Mesures polarisées hors du plan d'incidence . . . . .	20
II.2 Utilisation du speckle . . . . .	21
II.2.1 Le speckle . . . . .	21
II.2.2 Caractérisation du bruit de mesure de l'intensité diffusée . . . . .	24
II.2.3 Mesures d'échantillons diffusant en surface . . . . .	25
II.2.3.1 Substrats de verre opaque de différentes rugosités . . . . .	25
II.2.3.2 Plaques de plastique de rugosités différentes . . . . .	27
II.2.4 Mesures d'échantillons diffusant en volume . . . . .	29
II.2.5 Conclusion : séparation des diffusions de surface et de volume . . . . .	31
<b>III Étude du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée</b>	<b>35</b>
III.1 Principe . . . . .	37
III.1.1 Ellipsométrie spéculaire . . . . .	37

III.1.1.1 Ellipsomètre à annulation . . . . .	38
III.1.1.2 Ellipsomètre avec un élément tournant . . . . .	38
III.1.1.3 Ellipsomètre avec un modulateur de polarisation . . . . .	39
III.1.2 Ellipsométrie sur flux diffus . . . . .	40
III.1.2.1 Principes . . . . .	40
III.1.2.2 Description de l'instrument . . . . .	41
III.2 Caractérisation par ellipsométrie de surfaces et de volumes diffusant . . . . .	42
III.2.1 Rappels . . . . .	42
III.2.1.1 Détermination de l'origine de la diffusion . . . . .	42
III.2.1.2 Surfaces diffusantes . . . . .	45
III.2.2 Cas de volumes diffusants . . . . .	47
III.2.2.1 Liquides diffusants . . . . .	47
III.2.2.2 Application à la caractérisation de membranes poreuses . . . . .	48
III.2.3 Conclusion sur les mesures . . . . .	54
III.3 Application à l'étude des coefficients d'intercorrélation dans les systèmes multicouches . . . . .	54
III.3.1 Profils de surface des multicouches . . . . .	54
III.3.2 Calcul du déphasage polarimétrique . . . . .	55
III.3.3 Résultats des simulations numériques . . . . .	56
III.3.3.1 Couche unique de matériau haut indice . . . . .	57
III.3.3.2 Miroir composé de sept couches . . . . .	59
III.3.4 Conclusion . . . . .	61
<b>IV Annulation de la diffusion par interférences polarimétriques . . . . .</b>	<b>63</b>
IV.1 Principes élémentaires de l'annulation de la diffusion . . . . .	64
IV.1.1 Cas général . . . . .	64
IV.1.2 Cas de la diffusion . . . . .	66
IV.1.3 Cas des objets faiblement diffusant . . . . .	67
IV.2 Réalisation expérimentale . . . . .	70
IV.2.1 Montage avec un déphaseur ajustable . . . . .	70
IV.2.2 Montage avec une lame quart d'onde . . . . .	72
IV.2.2.1 Lame quart d'onde placée avant l'échantillon . . . . .	73
IV.2.2.2 Lame quart d'onde placée après l'échantillon . . . . .	75
IV.3 Applications numériques . . . . .	77
IV.3.1 Diffusions surfacique et volumique par des substrats diélectriques . . . . .	77
IV.3.2 Diffusion par un composant multicouche . . . . .	79
IV.3.2.1 Diffusion surfacique et volumique par une couche mince unique . . . . .	79
IV.3.2.2 Diffusion surfacique et volumique par un miroir composé de sept couches . . . . .	81
IV.4 Résultats expérimentaux . . . . .	82
IV.4.1 Cas d'une surface rugueuse . . . . .	82
IV.4.2 Cas d'un liquide diffusant . . . . .	83
IV.5 Sensibilité de l'annulation . . . . .	84

<b>V</b>	<b>Annulation sélective de sources de diffusion</b>	<b>89</b>
V.1	Principes théoriques . . . . .	90
V.1.1	Montage avec un déphaseur ajustable . . . . .	90
V.1.1.1	Annulation de l'objet 1 parmi deux objets . . . . .	92
V.1.1.2	Annulation de l'objet 2 parmi deux objets . . . . .	92
V.1.1.3	Annulation de l'interaction entre les deux objets . . . . .	93
V.1.2	Montage avec une lame quart d'onde . . . . .	93
V.1.2.1	Lame quart d'onde placée avant l'échantillon . . . . .	93
V.1.2.2	Lame quart d'onde placée après l'échantillon . . . . .	94
V.2	Simulation du champ restant après annulation . . . . .	95
V.2.1	Intensité diffusée avant et après annulation . . . . .	95
V.2.2	Efficacités . . . . .	97
V.3	Exemples expérimentaux . . . . .	100
V.3.1	Cas de deux surfaces . . . . .	100
V.3.2	Annulation d'une image par réflexion . . . . .	101
V.3.3	Annulation de la diffusion des interfaces d'un volume diffusant . . . . .	104
V.4	Isolation d'une interface dans un composant multicouche . . . . .	104
V.4.1	Couche unique . . . . .	105
V.4.1.1	Incidence normale . . . . .	105
V.4.1.2	Incidence oblique . . . . .	107
V.4.2	Empilement composé de trois couches . . . . .	108
V.4.2.1	Incidence normale . . . . .	108
V.4.2.2	Incidence oblique . . . . .	110
<b>VI</b>	<b>Cas des fortes diffusions et application à l'imagerie en milieu diffusant</b>	<b>113</b>
VI.1	L'imagerie en milieu diffusant : contexte . . . . .	114
VI.2	Généralisation de la procédure : extension aux forts flux . . . . .	115
VI.3	Notions de polarisation . . . . .	116
VI.3.1	Composantes de polarisation . . . . .	116
VI.3.2	Mesure de l'état de polarisation avec un analyseur tournant . . . . .	118
VI.3.3	Polarisation partielle résultant d'un effet de moyennage . . . . .	120
VI.3.4	Annulation de la diffusion en polarisation partielle . . . . .	121
VI.3.5	Application à l'expérience . . . . .	122
VI.4	Exemples d'imagerie en milieu diffusant . . . . .	124
	<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>127</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>129</b>



# Introduction

---

La diffusion de la lumière est le phénomène qui permet aux objets d'être perceptibles par l'oeil. Un objet réel présente, en effet, des irrégularités : il peut être rugueux ou présenter des hétérogénéités de volume. Lorsque l'objet est éclairé, il réémet alors la lumière qu'il reçoit dans toutes les directions, ce qui lui permet d'être visible.

Les astronomes sont les premiers à s'être intéressés à l'étude de la diffusion lumineuse. L'observation des étoiles était gênée par les pertes dues aux interactions de la lumière avec les poussières présentes dans l'espace. Ils souhaitaient donc l'éliminer afin de mieux voir les étoiles. Cependant ces études ont permis de montrer que la diffusion était plus qu'un bruit masquant l'observation de la lumière des étoiles. Elle contient, en effet, une information riche sur les objets diffusants ayant interagi avec la lumière et permet de les caractériser. Les propriétés du faisceau incident (son amplitude, sa polarisation...) sont modifiées après diffusion. La diffusion est depuis utilisée comme outil pour caractériser les objets éclairés. L'avantage de cette caractérisation est qu'elle se fait à distance, c'est à dire sans contact avec l'objet étudié, et est non destructive et non ionisante.

Pour étudier la diffusion lumineuse de nombreux outils expérimentaux et théoriques ont été développés.

Par ailleurs, lorsqu'une source cohérente, comme par exemple un laser, est utilisée pour éclairer les objets, l'intensité diffusée présente une structure granulaire, appelée speckle, caractéristique des interférences entre les ondes diffusées. Ces interférences ont lieu entre les ondes diffusées réfléchies (ou transmises) par les inhomogénéités de l'échantillon. Le speckle est donc caractéristique de la micro-structure de l'objet. Ses propriétés statistiques peuvent être reliées aux propriétés de l'échantillon.

L'interaction entre une onde lumineuse et un objet ne modifie pas que son intensité, la polarisation de l'onde est également affectée. Des techniques d'ellipsométrie sur flux diffus ont donc également été développées afin de compléter les informations déjà obtenues sur l'intensité. L'ellipsométrie est une technique couramment utilisée, sur les faisceaux spéculaires pour mesurer les modifications

de l'état de polarisation d'une onde après réflexion (ou transmission) sur un échantillon. En les appliquant à la lumière diffusée, ces techniques ont permis de mettre en évidence des comportements polarimétriques de l'onde diffusée différents pour les diffusions de surface et de volume. Ainsi dans ce travail une procédure d'annulation sélective des sources de diffusion polarisée a été mise en place.

Dans le premier chapitre, les outils théoriques et expérimentaux nécessaires à l'étude de la diffusion lumineuse sont rappelés.

Dans le deuxième chapitre, de nouvelles pistes pour la détermination de l'origine de la diffusion par une mesure d'intensité diffusée sont explorées. Cette étude est basée sur la mesure du contraste du speckle pour différents types d'échantillons, et a pour objectif d'identifier l'origine de la diffusion et d'en quantifier le niveau, sans qu'aucun étalonnage ne soit nécessaire.

Dans le troisième chapitre, des résultats similaires sont recherchés mais basés sur l'étude des variations du déphasage polarimétrique dans le grain de speckle. Une caractérisation théorique des coefficients d'intercorrélation dans les composants optiques multicouches est également abordée.

Le quatrième chapitre est consacré à la méthode d'annulation des flux diffusés, tant d'un point de vue théorique, que numérique ou expérimental.

Le cinquième chapitre présente les possibilités de la technique d'annulation d'annuler sélectivement les différentes sources de diffusion dans le cas des méthodes perturbatives. Des exemples d'applications sont également donnés.

Enfin dans le sixième chapitre, on s'intéresse au cas des fortes diffusions pour les applications à l'imagerie en milieu diffusant, avec une attention particulière aux phénomènes de dépolarisation.

# Chapitre I

## *Bases théoriques et expérimentales pour l'étude de la diffusion lumineuse*

---

### **Sommaire du chapitre I**

---

<b>I.1 Principes théoriques</b> . . . . .	<b>4</b>
I.1.1 Théorie du premier ordre pour un substrat diffusant en surface ou en volume . . . . .	4
I.1.2 Théorie du premier ordre pour un système multicouche plan . . . . .	8
<b>I.2 Outil expérimental</b> . . . . .	<b>11</b>

---

L'interaction linéaire entre une onde lumineuse et un objet met en jeu divers phénomènes comme la réflexion, l'absorption, la diffraction ou la diffusion... Ces phénomènes sont liés d'une part aux propriétés macroscopiques du matériau (indice de réfraction, forme et dimension...), et d'autre part à sa microstructure (rugosités de surface, hétérogénéités d'indice, structure cristalline ou amorphe...).

La diffusion lumineuse par un échantillon est due à la présence d'irrégularités. L'onde diffusée transporte donc une information sur la structure de l'objet éclairé. L'analyse de la lumière diffusée peut ainsi permettre la caractérisation de l'échantillon, moyennant la combinaison d'outils théoriques et expérimentaux [1, 2].

Dans ce premier chapitre, les outils théoriques et expérimentaux utilisés dans ce mémoire, sont rappelés brièvement. Les principaux résultats de la méthode de calcul de l'intensité diffusée par l'approximation de Born ou au premier ordre sont donnés. Cette dernière permet de décrire, avec des temps de calculs négligeables, le comportement des surfaces polies, des systèmes multicouches et s'applique aussi au cas de la diffusion volumique par des substrats et des filtres optiques. Cette méthode permet également de prévoir qualitativement le comportement des échantillons rugueux et hétérogènes. Par ailleurs, la mesure de l'intensité diffusée réalisée grâce à un diffusomètre est présentée également.

## I.1 PRINCIPES THÉORIQUES

Diverses théories électromagnétiques permettent de prédire la diffusion lumineuse par un échantillon. On distingue essentiellement deux types de méthodes de calcul de diffusion : les méthodes rigoureuses et approchées.

Pour les premières, les équations de Maxwell sont résolues numériquement sans approximation. Plusieurs techniques de calcul sont possibles [3] : méthode intégrale, modale, différentielle ou par éléments finis... Ces méthodes donnent la valeur du champ diffusé de manière exacte, mais leur complexité et les temps de calculs limitent leurs applications dans les cas tridimensionnels.

Face à ce problème, de nombreuses méthodes approchées ont été développées [4]. On peut par exemple citer l'approximation de Kirchhoff [5], la méthode des petites perturbations ou Small Perturbations Method [6], la méthode de champ moyen [7]... La théorie du premier ordre ou de l'approximation de Born est présentée ici plus en détail [8]. Elle est valable pour les faibles hétérogénéités, et permet de résoudre analytiquement les équations de Maxwell. Elle permet de déterminer l'intensité diffusée pour les surfaces, les volumes, les multicouches pour l'optique guidée ou pour les filtres optiques [9, 10]. Une autre méthode, basée sur la méthode différentielle, a également été codée au sein de l'équipe. Cette dernière est toutefois limitée aux cas bidimensionnels, c'est à dire pour des profils invariants dans une direction. Elle ne sera pas présentée ici, même si elle sera utilisée ponctuellement pour interpréter quelques résultats expérimentaux.

### I.1.1 Théorie du premier ordre pour un substrat diffusant en surface ou en volume

La théorie électromagnétique du premier ordre permet de calculer l'intensité angulaire diffusée par un échantillon diffusant en surface ou en volume. Les principaux résultats sont rappelés ici.

Considérons un échantillon rugueux de profil  $h(\vec{r})$ , ou hétérogène de permittivité relative  $p(\vec{r}) = \Delta\epsilon/\epsilon$  éclairé par une onde plane. Les rugosités de surface sont supposées faibles devant la longueur d'onde de la lumière incidente ( $|h(\vec{r})/\lambda| \ll 1$ ) et les variations relatives de la permittivité petites devant l'unité ( $|p(\vec{r})| \ll 1$ ). Dans ce cas, les équations de Maxwell peuvent être résolues à l'aide d'un développement limité au premier ordre, et l'intensité diffusée en chaque point de l'espace peut se mettre sous la forme [11, 12, 13] :

$$I(\vec{\sigma}) = \mathbf{C}(\vec{\sigma}, \vec{\sigma}_0) \gamma(\vec{\sigma} - \vec{\sigma}_0) \quad (\text{I.1})$$

où :

- $\vec{\sigma}_0$  est la pulsation spatiale de l'onde incidente :

$$\vec{\sigma}_0 = \frac{2\pi n_0}{\lambda} \sin i_0 \begin{pmatrix} \cos \varphi \\ \sin \varphi \end{pmatrix} \quad (\text{I.2})$$

avec  $i_0$  l'angle d'incidence dans le milieu incident d'indice de réfraction  $n_0$ , et  $\varphi$  l'angle polaire d'éclairement qui définit le plan d'incidence.

- $\vec{\sigma}$  est la pulsation spatiale de l'onde diffusée :

$$\vec{\sigma} = \frac{2\pi n}{\lambda} \sin \theta \begin{pmatrix} \cos \phi \\ \sin \phi \end{pmatrix}. \quad (\text{I.3})$$

Les angles  $\theta$  et  $\phi$  définissent la direction de l'onde diffusée. Les définitions des vecteurs et des angles, et les conventions de signes, sont rappelées sur la figure I.1

- $\mathbf{C}$  est un terme qui dépend des indices de réfraction des milieux, et des conditions d'illumination et d'observation, c'est à dire de la longueur d'onde, de l'angle d'incidence et de la polarisation ; il est appelé coefficient "idéal" ;
- $\gamma$  est un terme qui ne dépend que de la microstructure du composant :
  - dans le cas d'une diffusion d'origine surfacique,  $\gamma$  est le spectre de rugosité de la surface :

$$\gamma(\vec{\sigma}) = \frac{4\pi^2}{S} \left| \tilde{h}(\vec{\sigma}) \right|^2 \quad (\text{I.4})$$

avec  $\tilde{h}$  la transformée de Fourier du profil de surface  $h$  et  $S$  la surface éclairée,

- dans le cas d'une diffusion d'origine volumique,  $\gamma$  est le spectre de permittivité :

$$\gamma(\vec{\sigma}) = \frac{4\pi^2}{S} \left| \tilde{p}(\vec{\sigma}) \right|^2 \quad (\text{I.5})$$

avec  $\tilde{p}$  la transformée de Fourier de la variation relative de permittivité  $p$ .

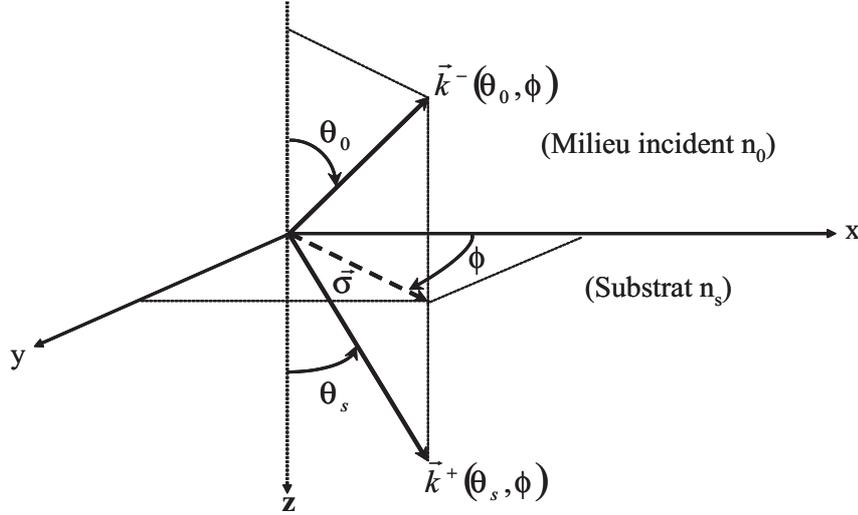


Figure I.1 : Conventions sur les angles et les vecteurs :  $\theta$  est l'angle azimutal,  $\phi$  est l'angle polaire et  $\vec{k}^+$  et  $\vec{k}^-$  sont les vecteurs d'onde diffusés respectivement en transmission et en réflexion

On accède facilement aux caractéristiques statistiques, comme l'écart quadratique moyen du profil de surface ou de l'hétérogénéité d'indice, en intégrant le spectre. En effet les propriétés de la transformée de Fourier permettent de relier les paramètres moyens de l'échantillon à ceux du spectre :

- dans le cas d'une diffusion d'origine surfacique, l'écart quadratique moyen de la topographie ou rugosité de la surface  $R_q$  est donné par<sup>1</sup> :

$$R_q^2 = \frac{1}{S} \int_{\vec{r}} h^2(\vec{r}) d\vec{r} = \int_{\vec{\sigma}} \gamma(\vec{\sigma}) d\vec{\sigma}; \quad (\text{I.6})$$

- dans le cas d'une diffusion d'origine volumique, l'écart quadratique moyen de l'inhomogénéité relative de l'indice de réfraction  $I_q$  peut être obtenu par :

$$I_q^2 = \frac{1}{S} \int_{\vec{r}} \left| \frac{\Delta n(\vec{r})}{n} \right|^2 d\vec{r} = \frac{1}{4} \int_{\vec{\sigma}} \gamma(\vec{\sigma}) d\vec{\sigma}. \quad (\text{I.7})$$

On précise que dans le cas volumique, les résultats donnés ici sont valables pour des variations d'indice uniquement transverses ( $p(\vec{r}, z) = p(\vec{r})$ ).

La figure I.2 montre un exemple de simulation d'intensité diffusée par une surface rugueuse et par un volume hétérogène, calculée avec la méthode du premier ordre. On considère un échantillon de verre faiblement rugueux d'indice de réfraction 1,50 à la longueur d'onde 632,8 nm. Son profil a été mesuré par microscopie à force atomique. Une zone carrée de 50  $\mu\text{m}$  de côté avec une résolution de 300 points a été mesurée, mais seules les fréquences spatiales accessibles par la mesure optique sont considérées [14]. La rugosité de la surface est de 1,8 nm. Sur la même figure, on a également représenté la diffusion angulaire par un échantillon hétérogène en volume. Cet échantillon est composé d'un mélange de matériaux d'indice 1,50 et 1,55. Son hétérogénéité relative d'indice est  $\Delta n/n = 4,2 \cdot 10^{-2}$ . Les simulations sont réalisées pour une incidence d'éclairement normale et pour un éclairage

<sup>1</sup>De nombreux autres paramètres existent pour caractériser une surface. Les paramètres de base sont définis dans la norme ISO 4287.

par une source monochromatique de longueur d'onde 632,8 nm. On obtient l'intensité diffusée par chaque échantillon en fonction de l'angle de diffusion, repéré par rapport à la normale à l'échantillon.

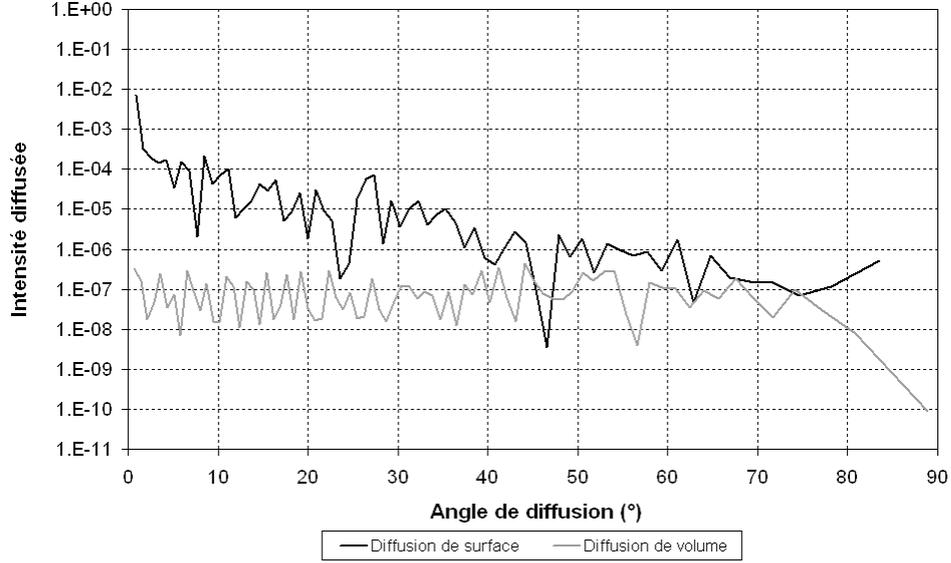


Figure I.2 : Simulation de l'intensité diffusée par une surface diffusante de rugosité 1,8 nm et par un volume d'hétérogénéité relative d'indice de  $4,2 \cdot 10^{-2}$ .

On constate que les indicatrices de diffusion présentent des oscillations autour d'une enveloppe moyenne. Ces oscillations sont liées essentiellement à la forme du spectre  $\gamma$ , le coefficient  $\mathbf{C}$  ne présentant pas de variations angulaires rapides. D'un point de vue expérimental, l'intensité diffusée présente des oscillations plus ou moins visibles selon la configuration de mesure. Celles-ci dépendent essentiellement de l'angle solide de réception, de la largeur spectrale de la source et de la taille de la surface éclairée. Ces différents paramètres créent des effets d'intégration ou de convolution qui moyennent ou lissent les courbes mesurées. Ceci sera développé dans le chapitre suivant. Toutefois pour simplifier les interprétations théoriques, il peut être utile d'utiliser pour le spectre  $\gamma(\vec{\sigma})$  une enveloppe donnée par une formule analytique. On l'exprime alors comme la transformée de Fourier de la somme de fonctions exponentielle et gaussienne. Dans ce cas le spectre s'écrit :

$$\gamma(\sigma) = \mathbf{TF} \left[ \delta_g^2 e^{-\left(\frac{\tau}{L_g}\right)^2} + \delta_e^2 e^{-|\frac{\tau}{L_e}|} \right] \quad (\text{I.8})$$

$$= \frac{1}{4\pi} \delta_g^2 L_g^2 e^{-\left(\frac{\sigma L_g}{2}\right)^2} + \frac{1}{2\pi} \delta_e^2 L_e^2 [1 + (\sigma L_e)^2]^{-\frac{3}{2}}. \quad (\text{I.9})$$

Les paramètres des fonctions  $\delta_g$ ,  $L_g$ ,  $\delta_e$  et  $L_e$  sont ajustés selon le type d'échantillon étudié. L'écart quadratique moyen  $R_q^2$  ou  $I_q^2$  est donné par  $\delta_e^2 + \delta_g^2$  (pour une intégration du spectre sur une bande passante infinie [15]). Un exemple d'enveloppe d'intensité diffusée par une surface d'indice 1,50 est donné sur la figure I.3. Dans ce cas, le spectre ne présente aucune oscillation rapide et on ne s'intéresse qu'à sa forme moyenne.

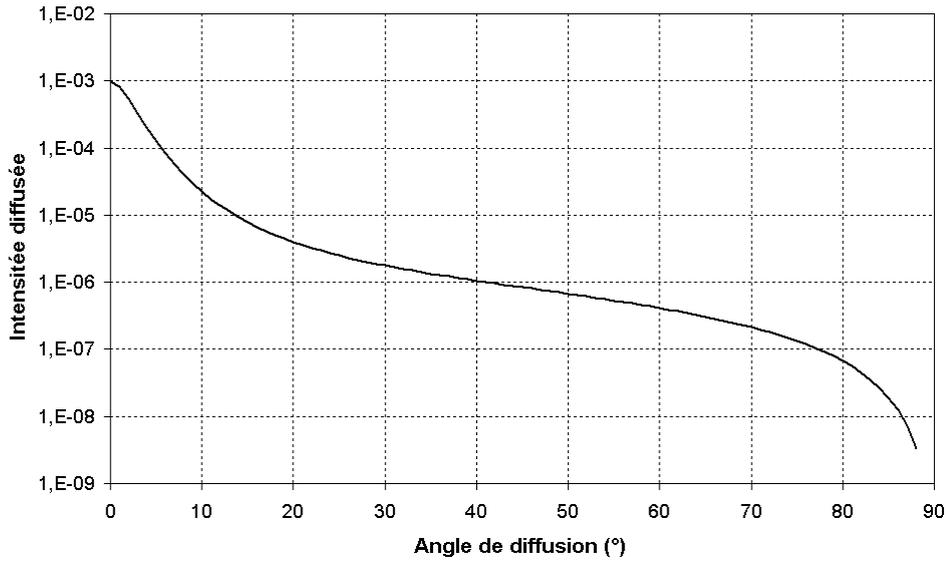


Figure I.3 : Exemple d'enveloppe d'intensité diffusée en fonction de l'angle de diffusion pour un substrat d'indice 1,50 et dont le spectre de rugosité est tel que  $\delta_e = 10 \text{ \AA}$ ,  $L_e = 20000 \text{ \AA}$ ,  $\delta_g = 5 \text{ \AA}$  et  $L_g = 2000 \text{ \AA}$ .

### I.1.2 Théorie du premier ordre pour un système multicouche plan

Dans le cas de composants multicouches, on peut démontrer également que l'intensité diffusée s'exprime, dans le cadre de la théorie du premier ordre, par une formule analytique faisant intervenir les paramètres de l'empilement et les spectres de permittivité ou de rugosité des différentes couches minces. Un schéma d'un composant multicouche est donné sur la figure I.4.

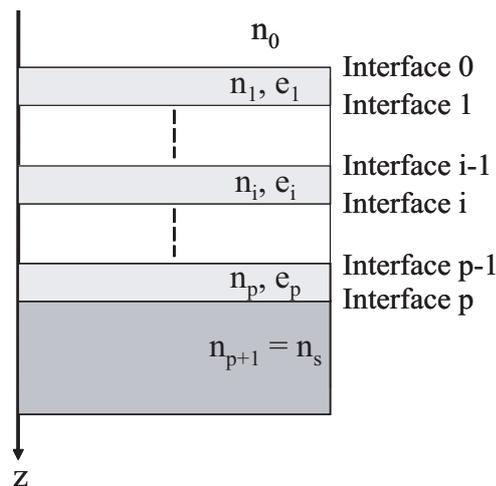


Figure I.4 : Schéma d'un composant multicouche :  $n_0$  est l'indice du milieu incident,  $n_s$  est l'indice du substrat et  $n_i$  est l'indice de la couche  $i$ , d'épaisseur  $e_i$ .

De manière similaire aux résultats obtenus pour un substrat unique, l'intensité diffusée par un composant multicouche peut se mettre sous la forme :

$$I(\vec{\sigma}) = \sum_{i,j} \mathbf{C}_{ij}(\vec{\sigma}, \vec{\sigma}_0) \gamma_{ij}(\vec{\sigma} - \vec{\sigma}_0) \quad (\text{I.10})$$

avec :

$$\mathbf{C}_{ij}(\vec{\sigma}, \vec{\sigma}_0) = \mathbf{C}_i(\vec{\sigma}, \vec{\sigma}_0) \bar{\mathbf{C}}_j(\vec{\sigma}, \vec{\sigma}_0) \quad (\text{I.11})$$

et :

$$\gamma_{ij}(\vec{\sigma} - \vec{\sigma}_0) = \alpha_{ij}(\vec{\sigma} - \vec{\sigma}_0) \gamma_j(\vec{\sigma} - \vec{\sigma}_0). \quad (\text{I.12})$$

Les indices  $i$  et  $j$  indiquent les numéros des interfaces ou des volumes diffusants,  $\gamma_j$  est le spectre de rugosité ou de permittivité de la couche  $j$  et  $\alpha_{ij}$  est le coefficient d'intercorrélacion entre les couches  $i$  et  $j$ . Dans le cas d'une diffusion surfacique, si les interfaces sont totalement corrélées,  $\alpha_{ij} = 1$ , la topographie du substrat est parfaitement répliquée et on parle d'effet "substrat"; si les interfaces sont décorréelées,  $\alpha_{ij} = 0$ , les rugosités sont apportées par le matériau déposé et on parle d'effet "matériau". L'intercorrélacion entre des couches de volumes diffusants se définit de façon analogue.

Deux exemples de simulation d'intensité diffusée par deux composants multicouches, calculés avec la méthode du premier ordre, sont représentés sur les figures I.5 et I.6.

Chaque échantillon est éclairé par une source monochromatique de longueur d'onde 632,8 nm, en incidence normale. Sur la figure I.5, on donne l'intensité diffusée par un filtre Pérot-Fabry. Celui-ci est composé de deux miroirs en regard, réalisés avec cinq couches alternativement de dioxyde de titane,  $\text{TiO}_2$ , et de dioxyde de silicium,  $\text{SiO}_2$ , d'épaisseurs optiques  $\lambda/4$ , et avec entre ces deux miroirs une couche de dioxyde de silicium d'épaisseur optique  $6\lambda/4$ . Cet empilement est déposé sur un substrat de verre d'indice de réfraction 1,50. Le profil du substrat est mesuré par microscopie interférentielle en lumière blanche, sur une zone carrée de 900  $\mu\text{m}$  avec une résolution de 1024 points. Sa rugosité de surface est de 2,8 nm. La rugosité de chaque interface est celle de l'interface précédente à laquelle on ajoute une rugosité aléatoire, de 0,3 nm, due au dépôt. Pour la figure I.6, on considère un empilement, composé de trois couches, d'épaisseurs optiques  $\lambda/2$ , alternativement de dioxyde de titane et de dioxyde de silicium, déposées sur un substrat de verre d'indice de réfraction 1,50. L'hétérogénéité d'indice des couches est de  $\Delta n/n = 7,8 \cdot 10^{-2}$ .

On remarque, sur ces figures, que les oscillations sont plus nombreuses que celles observées sur la figure I.2. Ceci est simplement dû à l'échantillonnage utilisé (474 points ici contre 86 sur la figure I.2), qui conduit à une résolution angulaire plus fine.

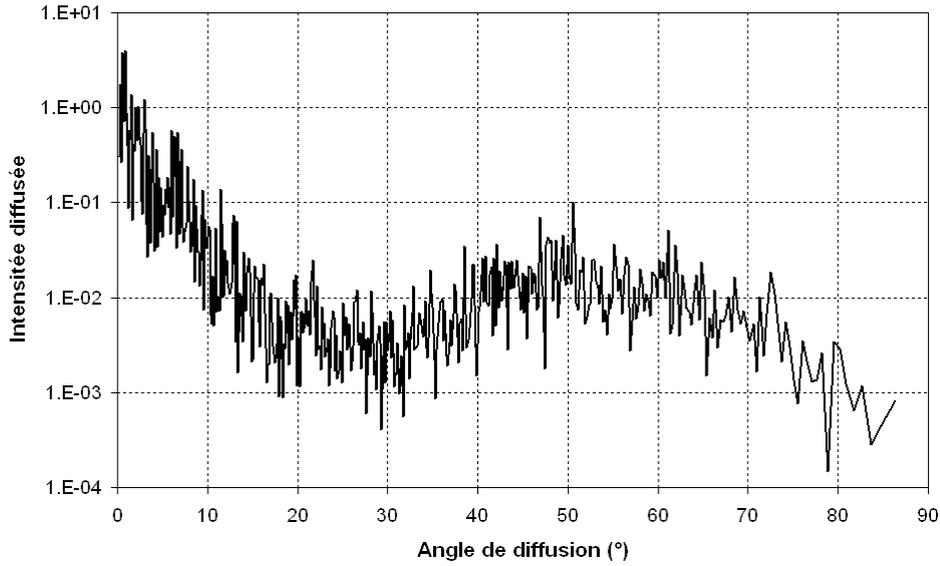


Figure I.5 : Simulation de l'intensité diffusée par les interfaces d'un filtre Pérot-Fabry. On retrouve la présence d'un anneau de diffusion, centré aux alentours de 50°.

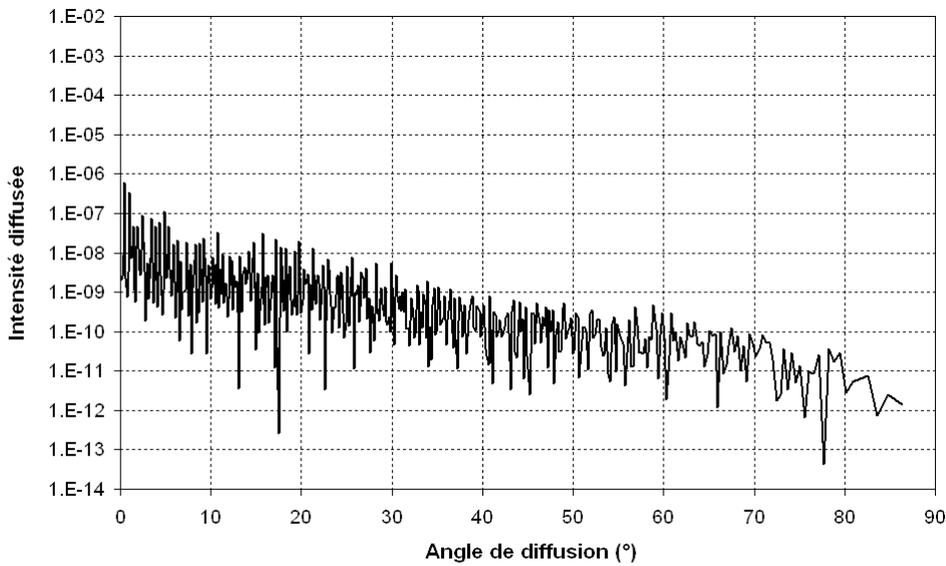


Figure I.6 : Simulation de l'intensité diffusée par les volumes d'un empilement composé de trois couches demi-onde.

Le code de calcul a été modifié afin de pouvoir utiliser des profils numériques indépendants pour chaque interface d'un composant multicouche. Ceci permettra de mieux étudier les effets de décorrélation entre les couches. Il est également possible de considérer des spectres analytiques, comme pour les substrats.

## I.2 OUTIL EXPÉRIMENTAL

L'intensité lumineuse est mesurée à l'aide d'un diffusomètre, instrument de conception optique simple, mais nécessitant une bonne qualité de la chaîne de mesure. L'échantillon est éclairé par une source laser et l'intensité diffusée dans tout l'espace est mesurée avec un détecteur tournant autour de l'échantillon. L'indicatrice de diffusion peut être mesurée dans les trois dimensions grâce au déplacement du détecteur dans le plan d'incidence et perpendiculairement à ce plan. En effet, cet instrument a été récemment reconstruit et permet désormais la mesure de diffusion dans tout l'espace. Le schéma du dispositif expérimental est donné sur la figure I.7.

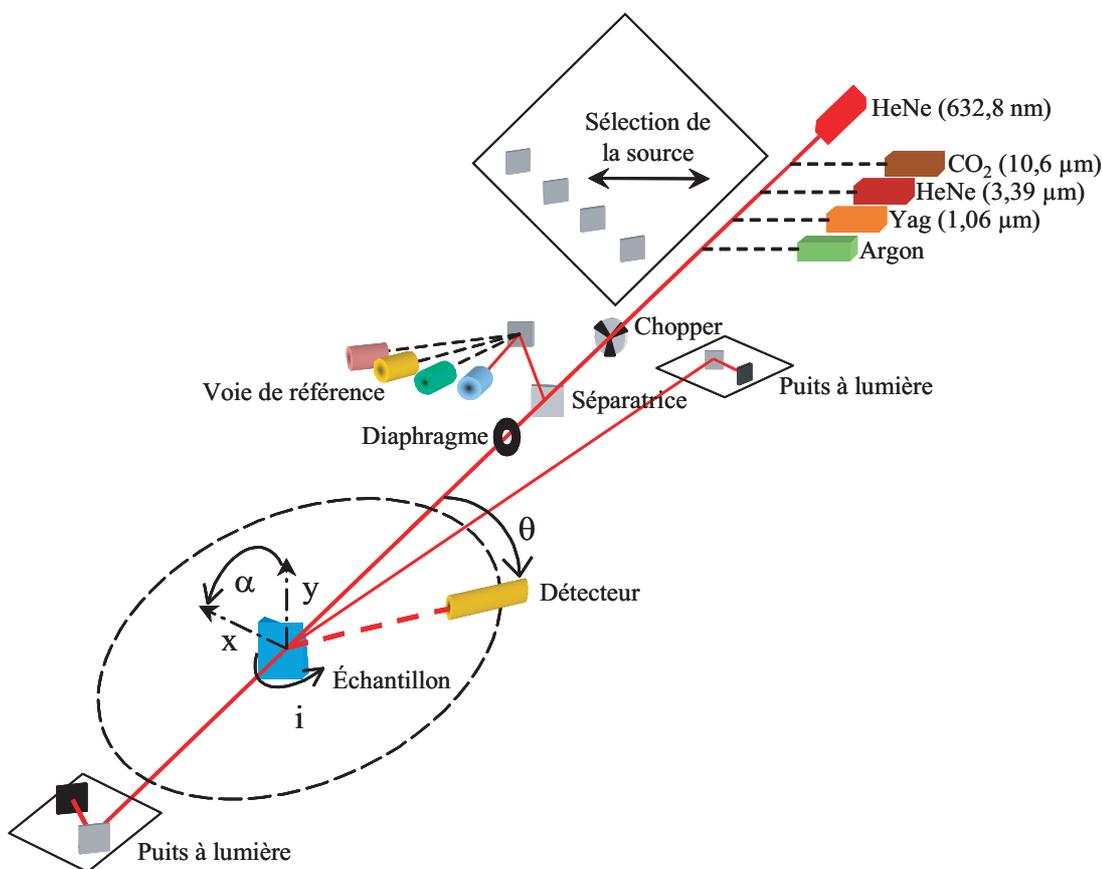


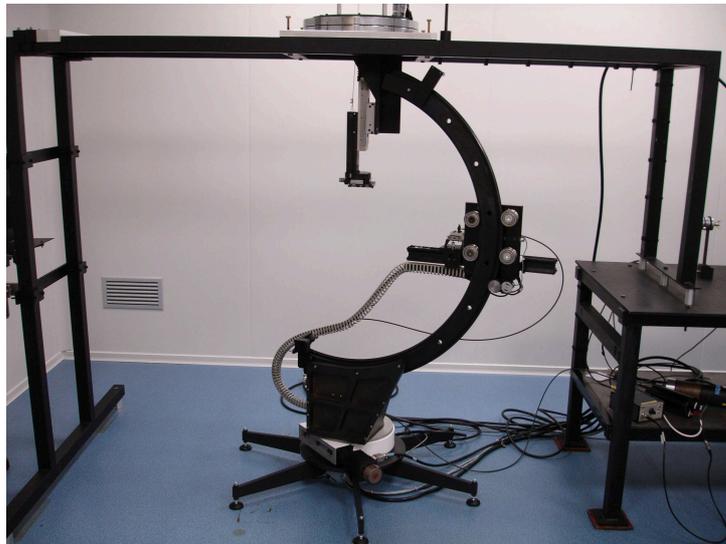
Figure I.7 : Schéma du diffusomètre.

Ce diffusomètre permet de mesurer l'indicatrice de diffusion, pour des longueurs d'onde s'étalant du visible (450 nm) au moyen infra-rouge (10,6 μm) [16]. Le dispositif est situé dans une salle blanche de classe 100 000 en légère surpression afin d'éliminer toute lumière parasite due à la présence d'éventuelles poussières en suspension dans l'air. L'échantillon est fixé dans un plan vertical sur deux platines de translation, ce qui permet d'étudier les propriétés sur toute sa surface et ainsi de réaliser des cartographies de l'échantillon. Il peut aussi tourner autour de sa normale grâce à une platine de rotation afin d'étudier des éventuels effets d'anisotropie. Une partie du faisceau incident est prélevée par une lame séparatrice et mesurée afin de pouvoir s'affranchir des fluctuations éventuelles de la source.

Afin de limiter les rayonnements parasites, un modulateur mécanique est

placé sur le faisceau incident. Les mesures se font donc par l'intermédiaire de détecteurs synchrones, ce qui permet de diminuer le bruit de mesure.

Pour les mesures jusqu'au proche infra-rouge, la lumière diffusée est collectée par une fibre optique montée sur un bras mobile (dont une photographie est donnée sur la figure I.8). Cette fibre est reliée à un détecteur ; un photomultiplicateur est utilisé pour le visible et une photodiode au germanium pour le proche infra-rouge. Pour les mesures dans le moyen infra-rouge, le détecteur, InSb ou HgCdTe, refroidi à l'azote liquide est fixé directement sur le bras mobile. Le signal utile est le rapport entre la tension de la voie de mesure et la tension de la voie de référence. L'étalonnage de l'appareil, c'est à dire la conversion de la tension mesurée en flux diffusé, s'effectue grâce à la mesure d'un échantillon lambertien dont la diffusion totale intégrée dans tout l'espace est connue.



*Figure I.8 : Photographie du bras mobile sur lequel est placé le détecteur. Celui-ci peut se déplacer sur toute la sphère de diffusion.*

La dynamique de mesure est de sept décades dans le visible, mesurées à partir de la diffusion angulaire d'un échantillon lambertien.

Un exemple de mesure est donné sur la figure I.9. Les échantillons sont éclairés en incidence normale par un laser HeNe de longueur d'onde 632,8 nm. L'intensité diffusée par un échantillon étalon lambertien, un verre poli et une surface "douce" a été mesurée dans le plan d'incidence. L'angle de diffusion est mesuré par rapport à la normale à l'échantillon. La courbe obtenue est appelée indicatrice de diffusion ou BRDF (Bidirectional Reflectance Distribution Function).

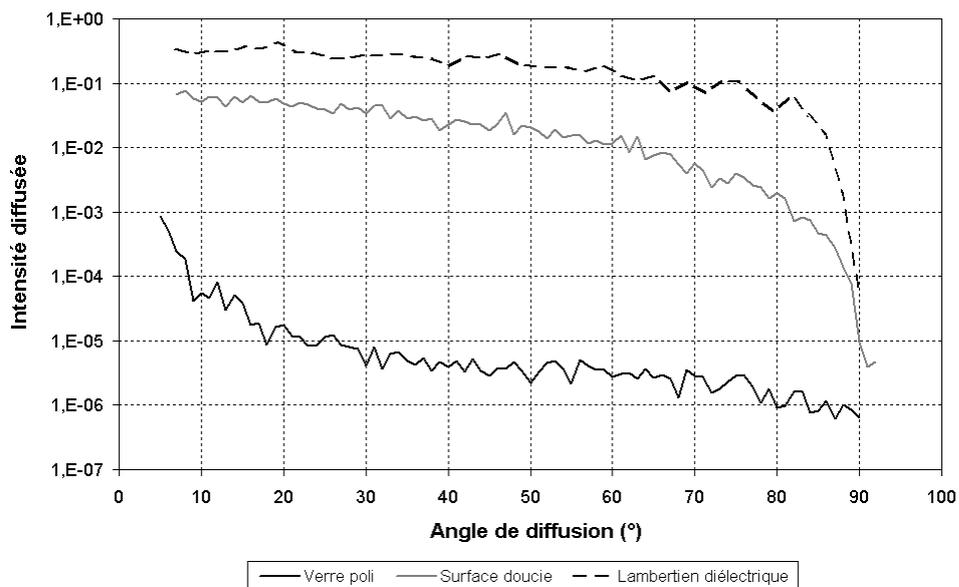


Figure I.9 : Mesure de l'intensité diffusée pour un échantillon lambertien, pour un verre poli et une surface "douce".



# Chapitre II

## *Signatures en intensité pour la séparation des diffusions de surface et de volume*

---

### Sommaire du chapitre II

---

<b>II.1 Techniques pour séparer les différentes origines de la diffusion</b> . . . . .	<b>17</b>
II.1.1 Influence de la longueur d'onde . . . . .	17
II.1.2 Influence de la polarisation . . . . .	18
II.1.3 Autres approches . . . . .	19
II.1.3.1 Dépôt d'une couche mince . . . . .	19
II.1.3.2 Mesures polarisées hors du plan d'incidence . . . . .	20
<b>II.2 Utilisation du speckle</b> . . . . .	<b>21</b>
II.2.1 Le speckle . . . . .	21
II.2.2 Caractérisation du bruit de mesure de l'intensité diffusée . . . . .	24
II.2.3 Mesures d'échantillons diffusant en surface . . . . .	25
II.2.3.1 Substrats de verre opaque de différentes rugosités . . . . .	25
II.2.3.2 Plaques de plastique de rugosités différentes . . . . .	27
II.2.4 Mesures d'échantillons diffusant en volume . . . . .	29
II.2.5 Conclusion : séparation des diffusions de surface et de volume . . . . .	31

---

Lorsqu'un objet est éclairé, il réfléchit, transmet, diffuse ou absorbe la lumière qu'il reçoit. La diffusion peut avoir différentes origines : la rugosité de surface à laquelle peuvent s'ajouter localement des défauts ponctuels comme des poussières ou des rayures..., l'inhomogénéité de l'indice du matériau, ou d'autres défauts localisés dans le volume de l'échantillon.

L'étude de la diffusion lumineuse est utilisée depuis de nombreuses années pour la caractérisation d'échantillons. Un problème réside dans le fait que la mesure d'intensité ne permet pas, en général, de déterminer l'origine de la diffusion. Considérons, par exemple, deux échantillons d'indice moyen 1,50, le premier de rugosité  $R_q = 1,12$  nm diffusant en surface et l'autre diffusant en volume avec une hétérogénéité relative d'indice  $\Delta n/n = 9,56 \cdot 10^{-3}$ . On peut simuler la diffusion par ces deux composants, les résultats sont présentés sur la figure II.1. On note alors que ces deux échantillons diffusent une quantité de lumière quasiment identique angulairement. On ne peut donc pas les différencier par une mesure d'intensité diffusée.

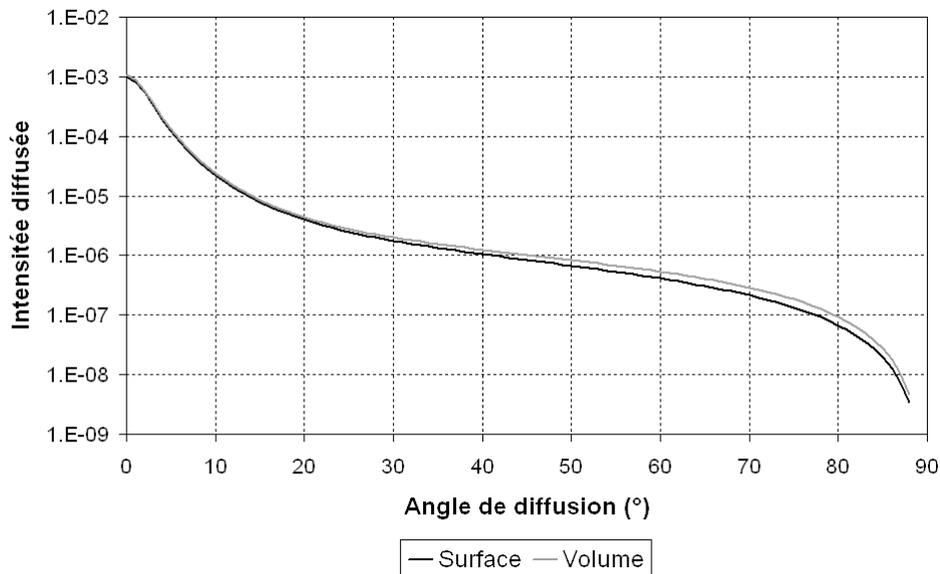


Figure II.1 : Intensité diffusée par une surface rugueuse de rugosité surfacique 1,12 nm, et par un volume inhomogène d'hétérogénéité d'indice relative  $9,56 \cdot 10^{-3}$ .

Dans ce chapitre, on s'intéresse au problème de la détermination de l'origine de la diffusion, particulièrement surfacique et volumique. De nombreux travaux ont déjà été réalisés sur ce sujet, notamment à partir des variations spectrales ou polarimétriques...

Dans les travaux présentés ici, on se limite à l'étude de l'intensité du flux diffusé pour déterminer l'origine de la diffusion. Pour cela, on étudie le contraste du speckle mesuré pour tenter d'identifier l'origine de la diffusion, voire pour caractériser des niveaux de diffusion. Une telle méthode permettrait en effet de quantifier les niveaux de rugosité ou d'hétérogénéité en l'absence de procédure d'étalonnage. Dans ce but, différents échantillons diffusant en surface et en volume ont été mesurés. Cette étude va permettre de montrer que les contrastes du speckle décroissent avec le niveau de diffusion, et de plus qu'ils sont toujours plus importants pour une diffusion surfacique que pour une diffusion d'origine volumique.

## II.1 TECHNIQUES POUR SÉPARER LES DIFFÉRENTES ORIGINES DE LA DIFFUSION

### II.1.1 Influence de la longueur d'onde

Les variations spectrales des flux diffusés ont été largement étudiées dans le cas de particules sphériques [17]. En particulier la diffusion totale intégrée dans tout l'espace varie comme  $\lambda^{-2}$  ou  $\lambda^{-4}$ , selon le diamètre  $a$  des particules par rapport à la longueur d'onde d'éclairement  $\lambda$ . Des considérations analogues sur la diffusion totale peuvent servir à déterminer l'origine de la diffusion. Le rapport  $a/\lambda$  est alors pris en compte pour prédire les variations spectrales.

Pour une diffusion d'origine surfacique, la diffusion totale  $D$ , intégrée dans tout l'espace, varie comme  $\lambda^{-4}$  quand  $L/\lambda \ll 1$  et comme  $\lambda^{-2}$  quand  $L/\lambda \gg 1$ , avec  $L$  la longueur de corrélation<sup>1</sup>. Pour une diffusion volumique, il varie comme  $\lambda^{-2}$  quand  $L/\lambda \ll 1$  et comme  $\lambda^0$  quand  $L/\lambda \gg 1$  [18, 15]. Une mesure de  $D$  à deux longueurs d'onde  $\lambda$  et  $2\lambda$  permet donc de déterminer l'origine de la diffusion. Toutefois ces résultats sont approximatifs et pas toujours adaptés à l'expérience. Par exemple, ils ne tiennent pas compte des variations spectrales de la rugosité ou de l'hétérogénéité d'indice.

Dans le cas de composants multicouches, les principaux résultats, illustrés sur la figure II.2 peuvent s'énoncer comme [15] :

- les diffusions angulaires pour des interfaces corrélées et décorréées varient en opposition de phase lorsque  $\lambda$  varie ;
- La diffusion de volume est en opposition de phase avec la diffusion de surfaces corrélées ; elle est donc en phase (aux petits angles) avec la transmission et l'absorption.

Ces résultats sont démontrés dans le cadre des théories perturbatives.

---

<sup>1</sup>La longueur de corrélation est défini comme la largeur à mi-hauteur de la fonction d'autocorrélation  $\Gamma$  du profil de la surface  $h$ , définie par :

$$\Gamma(\vec{\tau}) = \lim_{S \rightarrow \infty} \frac{1}{S} \int_S h(\vec{r}) h(\vec{r} + \vec{\tau}) d\vec{r}$$

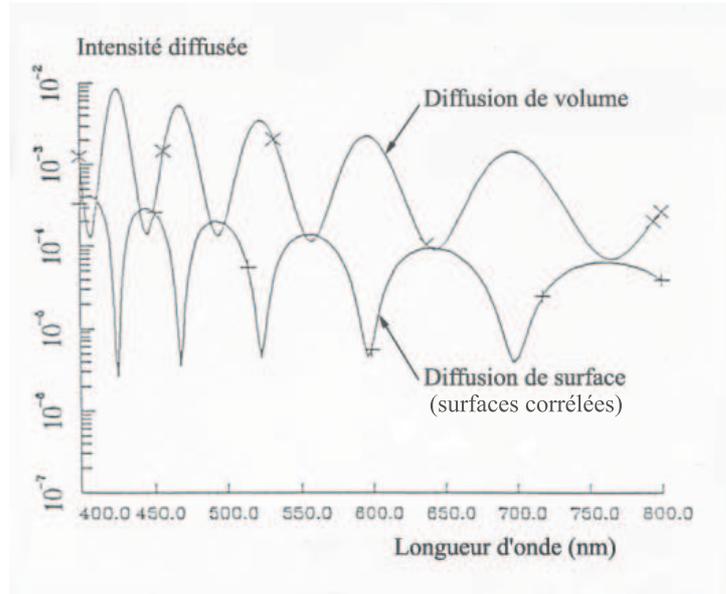


Figure II.2 : Intensité diffusée en fonction de la longueur d'onde pour une diffusion de surface et de volume [15].

### II.1.2 Influence de la polarisation

Une autre méthode de séparation consiste à étudier les variations angulaires du taux de polarisation de l'onde diffusée [19]. Le taux de polarisation est ici défini par :

$$\mu(\theta) = \frac{I_{pp}(\theta)}{I_{ss}(\theta)} \quad (\text{II.1})$$

avec  $I_{uv}(\theta)$  l'intensité diffusée en polarisation  $v$  provenant d'une polarisation  $u$  incidente. Dans le cas d'une diffusion au premier ordre, il n'y a pas de polarisation croisée dans le plan d'incidence. Une onde s (transverse électrique) ou p (transverse magnétique) incidente crée donc des ondes diffusées s ou p, respectivement :

$$I_{ps} = 0 \Rightarrow I_s = I_{ss} + I_{ps} = I_{ss} \quad (\text{II.2})$$

$$I_{sp} = 0 \Rightarrow I_p = I_{sp} + I_{pp} = I_{pp}. \quad (\text{II.3})$$

D'après la théorie du premier ordre présentée au paragraphe I.1.2, le taux de polarisation peut ainsi s'écrire comme :

$$\mu(\theta) = \frac{\sum_{i,j} \mathbf{C}_{ij}^p \alpha_{ij} \gamma_j}{\sum_{i,j} \mathbf{C}_{ij}^s \alpha_{ij} \gamma_j}. \quad (\text{II.4})$$

Les coefficients  $\mathbf{C}_{ij}^s$  et  $\mathbf{C}_{ij}^p$  dépendent de l'origine de la diffusion, surfacique ou volumique [15]. Il en est donc de même du taux de polarisation. Par ailleurs, dans le cas de surfaces corrélées, pour lesquelles  $\alpha_{ij} = 1$  et donc  $\gamma_j = \gamma_i$ , ce taux ne dépend pas de la microstructure des échantillons et s'écrit donc :

$$\mu(\theta) = \frac{\sum_{i,j} \mathbf{c}_{ij}^p}{\sum_{i,j} \mathbf{c}_{ij}^s}. \quad (\text{II.5})$$

On remarque également que pour un substrat, éclairé sous incidence oblique, le taux de polarisation présente un minimum caractéristique d'un angle de pseudo-Brewster, alors que ce n'est pas le cas pour un substrat diffusant en volume. En effet l'onde diffusée par une surface en polarisation p change de signe pour un angle  $\theta_b$  donné par [20] :

$$\sin \theta_b = \sqrt{\frac{n^2 (n^2 - \sin^2 i)}{n^2 + (n^4 - 1) \sin^2 i}} \quad (\text{II.6})$$

avec  $n$  l'indice de réfraction du matériau et  $i$  l'angle d'incidence.

Pour un substrat de verre faiblement rugueux, d'indice de réfraction d'indice 1,50, éclairé avec un angle d'incidence de  $56^\circ$ , le taux de polarisation a été simulé et représenté sur la figure II.3.

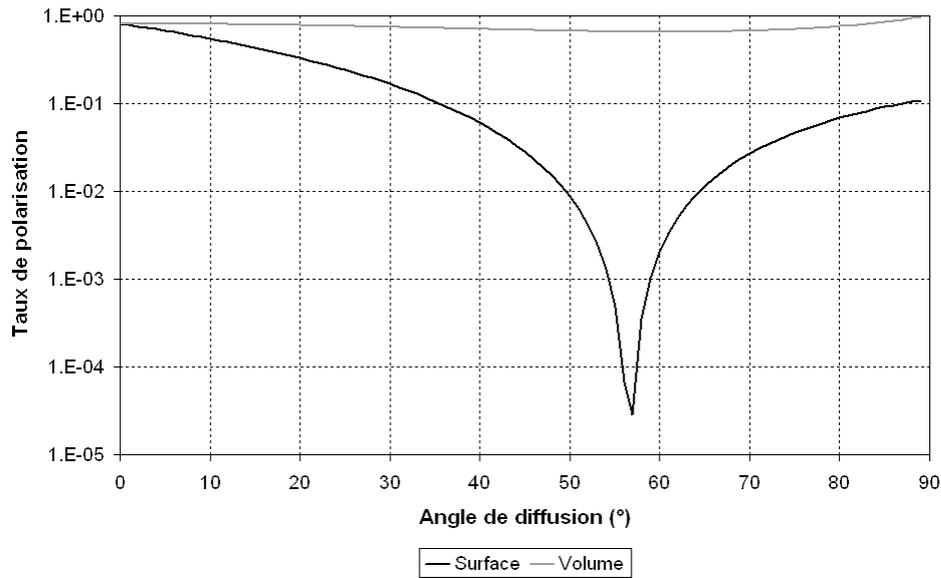


Figure II.3 : Taux de polarisation pour deux substrats de verre diffusant en surface et en volume, d'indice de réfraction 1,50, éclairés avec un angle d'incidence de  $56^\circ$ . L'angle de pseudo-Brewster est observé pour  $\theta_b = 56,6^\circ$ .

## II.1.3 Autres approches

### II.1.3.1 Dépôt d'une couche mince

On peut également réduire, dans le cas d'un substrat, la diffusion de surface pour exalter celle du volume. La réduction est obtenue après un dépôt d'une couche mince sur le substrat, d'épaisseur et d'indice choisis. Ce résultat, connu sous le nom d'effet "anti-diffusant", a été largement confirmé par l'expérience [21].

Un exemple d'intensité diffusée, calculée pour un substrat rugueux nu et après dépôt, est présenté sur la figure II.4. La longueur d'onde d'éclairement est de

632,8 nm, l'indice de réfraction du substrat est de 1,50 et sa rugosité est de 1,12 nm. On dépose sur ce substrat une couche mince de dioxyde de silicium, d'indice 1,48 et d'épaisseur optique  $\lambda/4$ . La rugosité de cette couche est 0,66 fois celle du substrat.

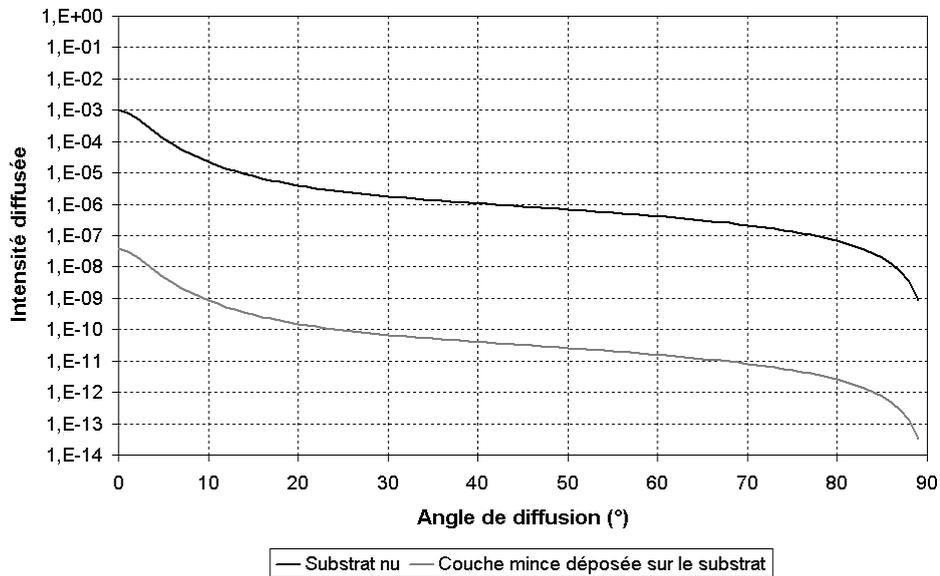


Figure II.4 : Intensité diffusée par un substrat nu et après dépôt d'une couche quart d'onde de  $\text{SiO}_2$ .

On constate que la diffusion due à la rugosité de la surface est considérablement réduite par le dépôt de la couche mince.

### II.1.3.2 Mesures polarisées hors du plan d'incidence

Si on considère des diffusions par des défauts sphériques localisés à l'intérieur ou à l'extérieur d'une surface rugueuse, il est également possible d'utiliser la mesure de l'intensité diffusée, en polarisation p, hors du plan d'incidence pour déterminer l'origine de la diffusion [22]. En effet, il existe des angles pour lesquels la diffusion due à l'une des sources est nulle. Un exemple de résultat, pour des angles d'incidence et de diffusion de  $45^\circ$ , est donné sur la figure II.5. Le coefficient  $q_{pp}$  est représenté en fonction de l'angle polaire de diffusion  $\phi_s$ . Ce coefficient est défini à partir de la matrice de Jones reliant les champs incident  $S_0$  et diffusé  $S_{ij}$ . Pour chaque polarisation, on a donc :

$$S_{uv} = q_{uv}S_0. \quad (\text{II.7})$$

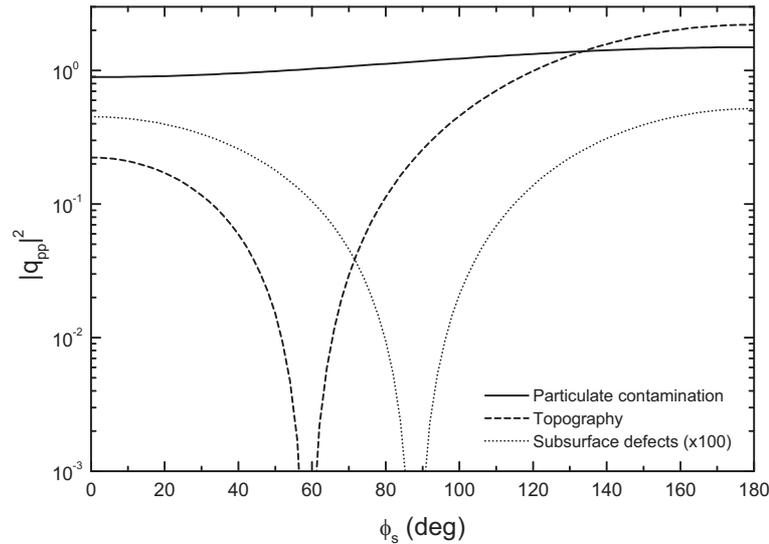


Figure II.5 : Variations de la diffusion des différentes sources de diffusion avec l'angle polaire pour des angles d'incidence et d'observation de  $45^\circ$  [22].

Ces résultats montrent qu'en polarisation p, la lumière diffusée par la rugosité de surface s'annule pour un angle polaire de  $59^\circ$ , celle provenant des défauts sous l'interface s'annule pour  $87^\circ$ . Par contre, pour ces angles d'éclairage et d'observation, aucun angle polaire ne permet d'annuler la diffusion par les particules sur la surface. Les variations de  $q_{pp}$  en fonction de l'angle d'observation permettent donc d'identifier la source de la lumière diffusée.

## II.2 UTILISATION DU SPECKLE

La structure fine ou à haute résolution angulaire de l'indicatrice de diffusion peut également être utilisée pour déterminer l'origine de la diffusion.

### II.2.1 Le speckle

Les sources cohérentes produisent un effet granuleux lorsqu'elles éclairent des objets inhomogènes. Cet effet est observé sur des échographies, des images SAR (Synthetic Aperture Radar ou radar à synthèse d'ouverture) ou laser... Ce phénomène est appelé speckle. Deux exemples de figure obtenus avec un éclairage laser et radar sont illustrés sur la figure II.6.

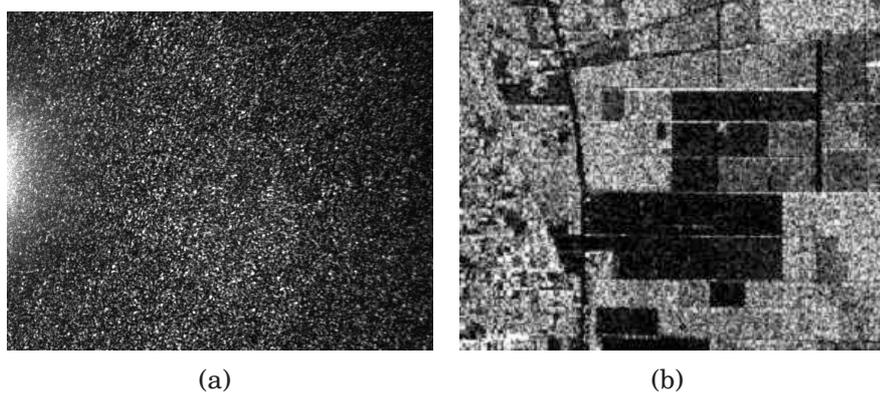


Figure II.6 : Images de speckle : l'image (a) est obtenue lorsqu'on éclaire avec un laser un échantillon lambertien et l'image (b) est une image radar.

Avec l'invention et le développement des sources laser, il a fallu prendre en compte et étudier ce phénomène. Initialement considéré comme un bruit, le speckle se révèle rapidement être une source riche d'informations. En effet en chaque point de l'objet éclairé, la lumière incidente est diffractée dans toutes les directions, de sorte qu'en tout point du plan d'observation les ondelettes élémentaires provenant de chaque point de la surface interfèrent. Le speckle est donc caractéristique de la microstructure de l'objet. Ainsi l'étude du speckle a permis de développer de nombreuses applications : l'holographie, l'interférométrie de speckle qui permet notamment de caractériser les déformations et les contraintes à la surface d'un objet [23], la caractérisation de rugosité de surface [24, 25, 26, 27, 28], la mesure de vitesse [29], l'imagerie médicale [30, 31, 32]...

Le speckle peut être directement relié aux principes théoriques sur la diffusion lumineuse décrits au chapitre précédent. On a vu en effet que les intensités diffusées présentaient de fortes oscillations angulaires. Celles-ci sont dues à la transformée de Fourier de la topographie de la surface ou des hétérogénéités d'indice, dans le cadre de la théorie du premier ordre. Dans le cas d'une surface de profil  $h(\vec{r})$ , l'intensité diffusée est proportionnelle au module carré de la transformée de Fourier du profil  $|\tilde{h}(\vec{\sigma})|^2$ . A priori la transformée de Fourier impose des variations angulaires très contrastées. Toutefois le rayon  $a$  de la surface éclairée représentée par la fonction  $S(\vec{r})$  étant finie, il faut remplacer la fonction  $h(\vec{r})$  par  $h(\vec{r})S(\vec{r})$ , d'où une convolution du spectre par  $\tilde{S}(\vec{\sigma})$ , soit  $\tilde{h}(\vec{\sigma}) * \tilde{S}(\vec{\sigma})$ . Les oscillations sont donc lissées par la fonction  $\tilde{S}(\vec{\sigma})$ , de support  $\Delta\sigma \approx \pi/a$ . Cette expression donne la taille angulaire du speckle mesuré :

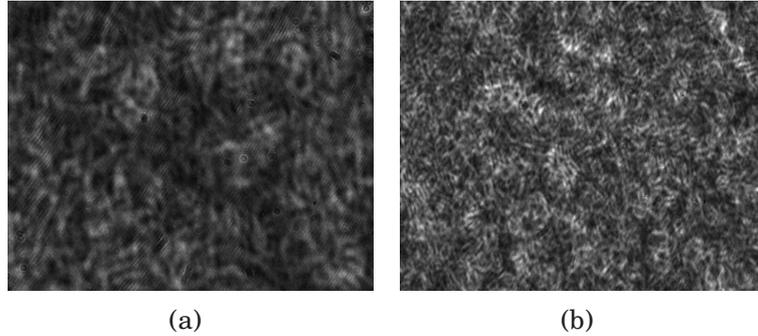
$$\sigma = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta \Rightarrow \Delta\sigma = \frac{2\pi}{\lambda} \cos \theta \Delta\theta, \quad (\text{II.8})$$

soit :

$$\Delta\theta \approx \frac{\lambda}{2a \cos \theta}. \quad (\text{II.9})$$

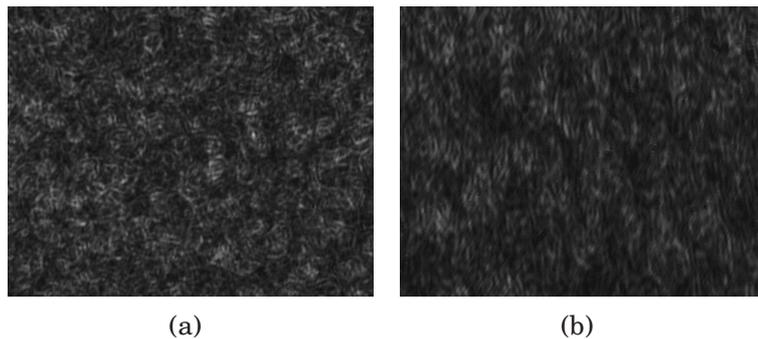
Par exemple, pour un rayon éclairé de 2 mm, une longueur d'onde d'éclairage de 632,8 nm et un angle de diffusion de 20°, on obtient une taille angulaire de speckle proche du centième de degré. La taille du speckle, appelée grain de speckle, croît quand la surface décroît. Une illustration est donnée sur la figure II.7,

les images sont obtenues en plaçant la caméra sans objectif dans le flux diffusé par l'échantillon. Pour l'image (a), un échantillon lambertien métallique est éclairé par un faisceau laser d'environ 1 mm de diamètre, ce qui donne une taille de grain de speckle de  $69 \mu\text{m}$ . Sur la figure (b), le faisceau incident a un diamètre d'environ 2 mm et la taille du grain de  $32 \mu\text{m}$ . On vérifie donc bien qu'une multiplication par deux du diamètre entraîne une division approximative par deux de la taille des grains de speckle.



*Figure II.7 : Images du speckle créé par un échantillon lambertien métallique éclairé avec un faisceau de différents rayons. Pour un faisceau de diamètre 1 mm environ (a), la taille du speckle est de  $69 \mu\text{m}$  et pour un faisceau de 2 mm environ (b), la taille du speckle est de  $32 \mu\text{m}$ .*

On constate également que la taille du speckle dépend de l'angle d'observation  $\theta$ , comme le montre l'équation II.9. Ceci est confirmé sur les images données sur la figure II.8. Sur l'image (a), l'angle de diffusion est de  $20^\circ$  et la taille du grain de speckle, dans la direction de l'angle azimutal  $\theta$ , c'est à dire verticalement, est de  $42,3 \mu\text{m}$ . Sur l'image (b), l'angle de diffusion est de  $65^\circ$  et la taille du grain est de  $105,3 \mu\text{m}$ . On retrouve ainsi, de façon approximative, le rapport des cosinus des angles.



*Figure II.8 : Images du speckle créé par un échantillon lambertien métallique observé avec deux différents angles de diffusion. Pour un angle de diffusion de  $20^\circ$ , le speckle a une taille de  $42,3 \mu\text{m}$  (a) et pour un angle de diffusion de  $65^\circ$ , le speckle a une taille de  $105,3 \mu\text{m}$  (b).*

Le même effet de lissage intervient quand la largeur spectrale de la source s'élargit, puisqu'il faut alors intégrer le champ sur la pulsation temporelle  $\omega = 2\pi c/\lambda$ , avec  $c$  la vitesse de la lumière :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \Rightarrow \Delta\theta = \tan\theta \frac{\Delta\lambda}{\lambda}. \quad (\text{II.10})$$

Une source cohérente, c'est à dire ayant un  $\Delta\omega$  faible, crée donc un speckle prédominant, contrairement aux sources étendues ou blanches. Par exemple, pour un laser de longueur d'onde 632,8 nm avec une largeur spectrale  $\Delta\lambda \approx 10^{-3}$  nm, on obtient une taille angulaire de speckle de l'ordre de  $3,3 \cdot 10^{-5}$  degrés pour un angle de diffusion de  $20^\circ$ , alors que pour une diode de largeur  $\Delta\lambda = 10$  nm, elle est de l'ordre de  $0,33^\circ$ .

De plus si on souhaite mesurer le speckle, il faut également tenir compte de la taille du récepteur utilisé. Finalement la taille du grain mesuré dépendra de l'intégrale de la figure de diffusion sur l'angle solide du récepteur  $\Delta\Omega$  :

$$I_{\text{mesurée}}(\vec{\sigma}) = \int_{\Delta\Omega} I(\vec{\sigma}) d\Omega. \quad (\text{II.11})$$

Ces trois effets de lissage doivent systématiquement être précisés avant d'aborder l'étude du speckle. L'étude expérimentale présentée ici explore le lien entre les paramètres du speckle et l'origine de la diffusion.

## II.2.2 Caractérisation du bruit de mesure de l'intensité diffusée

Les mesures ont été effectuées sur le diffusomètre présenté sur la figure I.7. La source de lumière est un laser HeNe, de longueur d'onde 632,8 nm . La surface éclairée a un diamètre de 4 mm. La taille angulaire du speckle est donc de l'ordre de  $0,01^\circ$ . Le détecteur est une fibre optique reliée à un photomultiplicateur, sa surface utile est de  $1 \text{ mm}^2$  et il est placé à 87 cm de l'échantillon. L'angle solide de mesure correspond donc à une ouverture angulaire de  $0,074^\circ$ . Le pas angulaire de mesure vaut  $0,07^\circ$ .

Avant d'aborder les mesures de speckle, il faut tout d'abord évaluer la capacité de l'instrument à réaliser des mesures répétables avec une bonne précision. La précision du diffusomètre a été quantifiée et validée. Cependant pour s'assurer de la répétabilité, chaque échantillon a été mesuré deux fois afin de quantifier l'erreur due au dispositif expérimental. Sur la figure II.9, on représente deux mesures successives du même échantillon, ce dernier étant le verre opaque dont la surface est représentée sur la figure II.10 (c). L'erreur commise sur la mesure de l'intensité diffusée est de l'ordre de 6%. Cette erreur peut être attribuée aux fluctuations de la source laser, aux imperfections mécaniques sur le positionnement des moteurs ou à la précision des appareils, en particulier des détecteurs et de l'électronique.

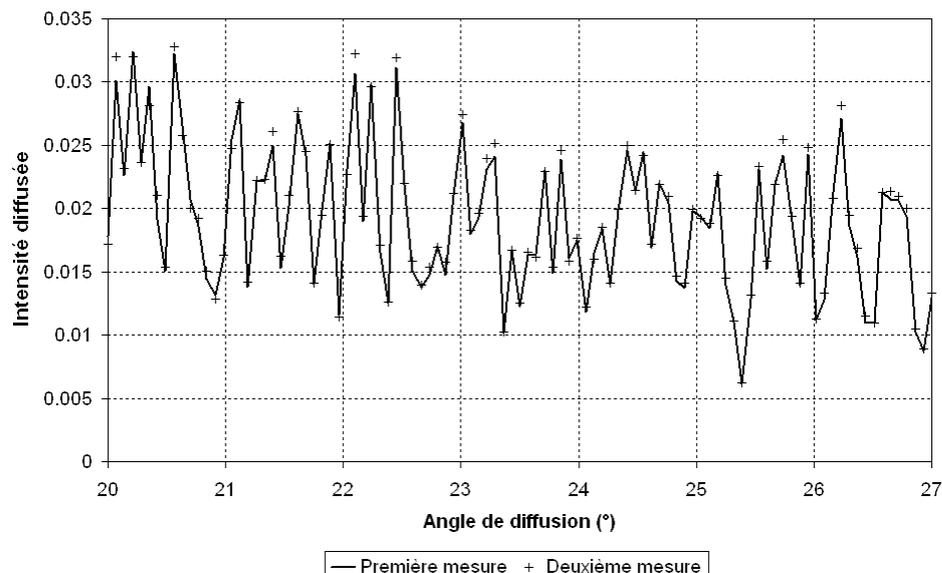


Figure II.9 : Deux mesures successives de speckle diffusé par le même échantillon (l'axe vertical est en échelle linéaire).

Ces conditions sont ainsi suffisantes pour étudier plus en détail les propriétés du speckle créé par différents types d'échantillons.

## II.2.3 Mesures d'échantillons diffusant en surface

### II.2.3.1 Substrats de verre opaque de différentes rugosités

Dans une première étape, trois échantillons de verre opaque H-NG5 numérotés 5, 3 et 1, extraits à différentes étapes de polissage, ont été considérés. Les images de leurs surfaces, mesurées par microscopie interférentielle en lumière blanche, sont présentées sur la figure II.10. La rugosité de l'échantillon 5 est de 2 nm (figure II.10(a)), celle de l'échantillon 3 de 365 nm (figure II.10(b)) et celle de l'échantillon 1 de 928 nm (figure II.10(c)).

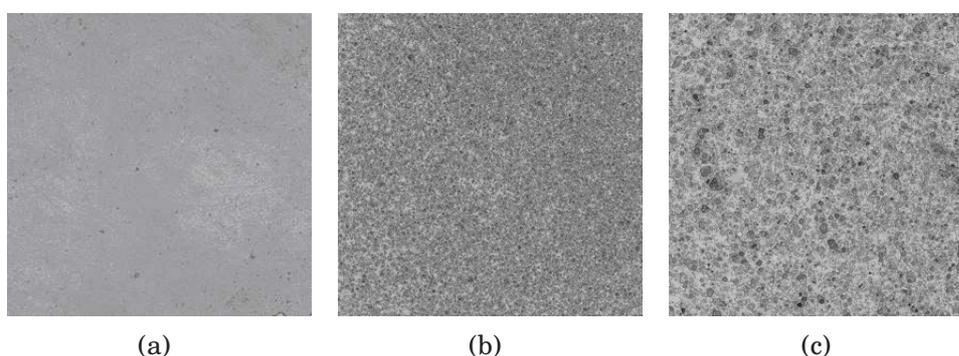


Figure II.10 : Images au microscope interférentiel en lumière blanche des échantillons n°5 de rugosité 2 nm (a), n°3 de rugosité 365 nm (b) et n°1 de rugosité 928 nm (c). Une zone de  $900 \times 900 \mu\text{m}^2$  échantillonnée avec  $1024 \times 1024$  points est mesurée.

Les mesures d'intensité diffusée correspondantes, dans un domaine angulaire allant de  $20^\circ$  à  $27^\circ$ , sont présentées sur la figure II.11.

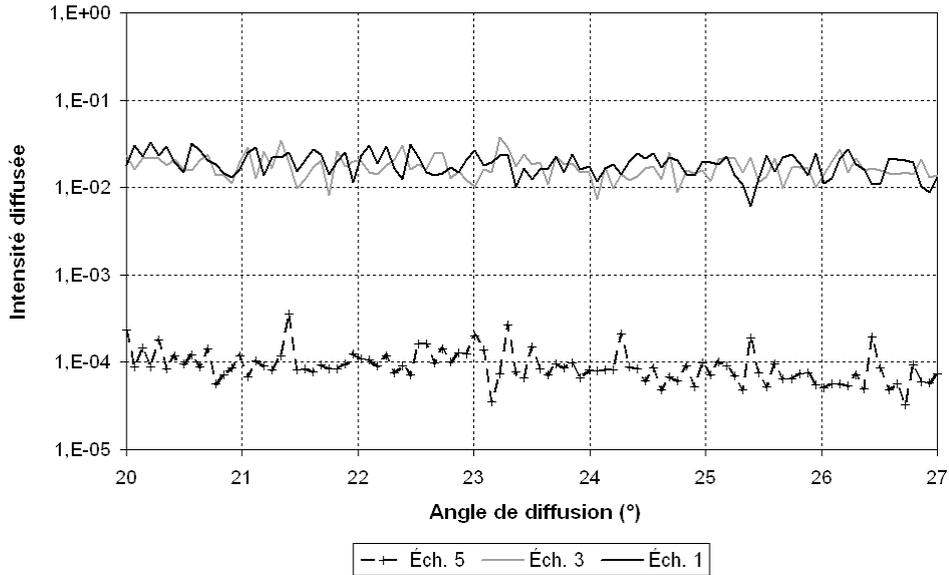


Figure II.11 : Mesures de l'intensité diffusée par trois substrats de verre opaque.

On constate de manière évidente que plus le substrat est poli, plus son niveau de diffusion est bas, ce qui donne une première information sur la rugosité. Toutefois on peut se demander s'il n'est pas possible d'extraire une signature caractéristique de l'amplitude de la rugosité, indépendamment du niveau de diffusion. Par ailleurs certains échantillons ont des rugosités différentes mais des niveaux de diffusion similaires, comme c'est le cas des échantillons 3 et 1 qu'il faudrait parvenir à discriminer. Le speckle étant dû à la microstructure du composant, son contraste a été extrait des mesures pour chaque échantillon. Ce contraste est défini comme le rapport entre l'écart type  $\sigma_I$  et la moyenne du speckle  $\langle I \rangle$  [33] :

$$C = \frac{\sigma_I}{\langle I \rangle} = \frac{\sqrt{\langle I^2 \rangle - \langle I \rangle^2}}{\langle I \rangle}. \quad (\text{II.12})$$

Les moyennes sont calculées sur des distributions locales de 10 points, soit  $0,7^\circ$ , afin de s'affranchir de la pente moyenne de la courbe. Il faut noter que le contraste est toujours inférieur à l'unité [33]. Les résultats sont présentés sur la figure II.12. L'erreur sur la détermination du contraste n'excède pas 1%, ce qui montre la bonne précision des résultats expérimentaux.

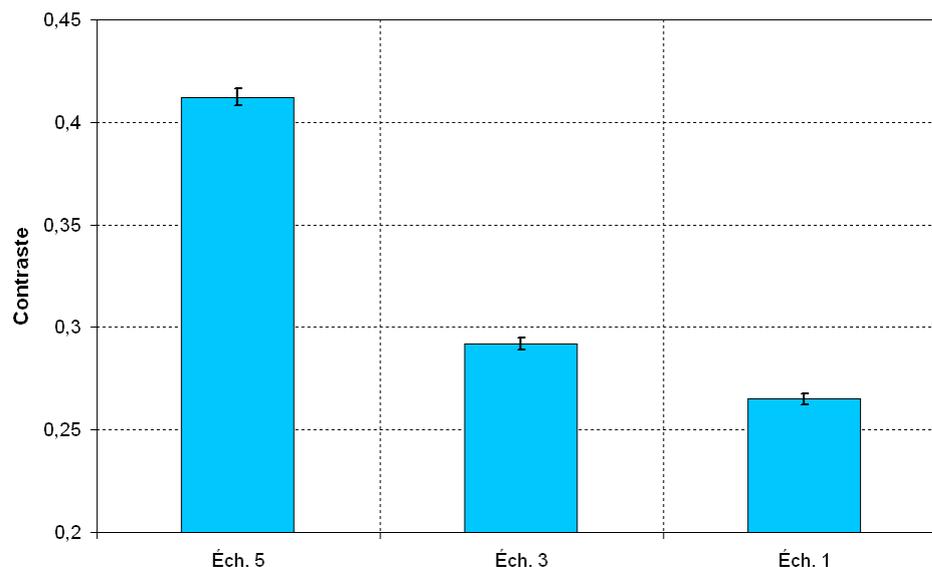


Figure II.12 : Contraste du speckle mesuré pour trois échantillons de verre noir à différentes étapes de polissage, avec les barres d'erreur.

Si on représente le contraste en fonction du niveau de diffusion caractéristique de la rugosité de l'échantillon, on constate que plus le niveau de diffusion est grand, plus le contraste est faible (cf figure II.13). Pour cette plage de valeurs, le contraste croît donc quand la rugosité diminue.

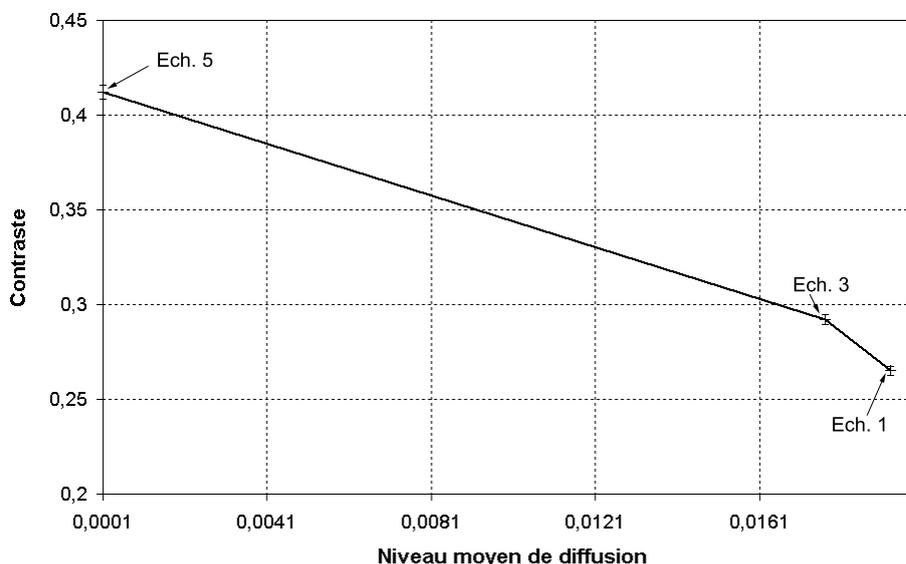


Figure II.13 : Contraste mesuré pour trois échantillons de verre opaque en fonction du niveau moyen de diffusion (la pente de la droite est de -7,3).

### II.2.3.2 Plaques de plastique de rugosités différentes

Pour compléter l'étude sur les échantillons de verre opaque, des mesures similaires sur des plaques en plastique ont été réalisées afin de tester le cas d'indices de réfraction différents. Des images de ces surfaces réalisées avec un microscope interférentiel de type Nomarski sont présentées sur la figure II.14.

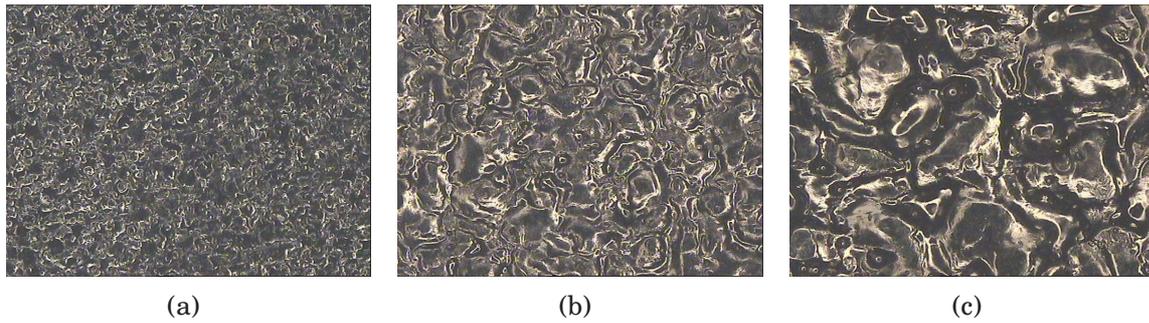


Figure II.14 : Images au microscope interférentiel Nomarski des plaques en plastique 21 (a), 31 (b) et 41 (c). Une zone de 300  $\mu\text{m}$  de côté est mesurée.

Les mesures de speckle sont présentées sur la figure II.15.

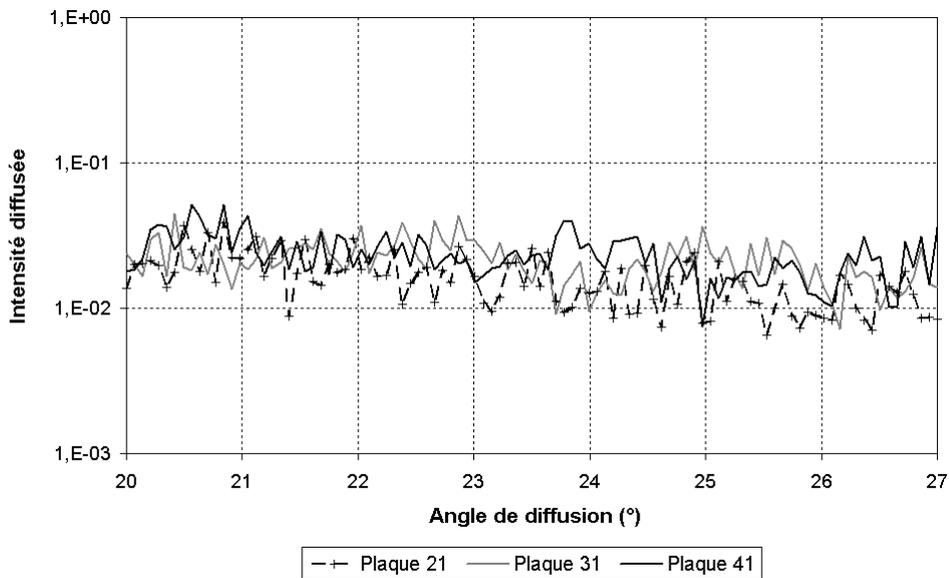


Figure II.15 : Mesures de l'intensité diffusée par trois plaques de plastique.

Les intensités diffusées par ces échantillons étant très similaires, il n'est pas évident de les différencier. De la même manière que précédemment, on calcule le contraste pour chaque échantillon (cf figure II.16). La répétabilité sur le contraste est meilleure que 2%.

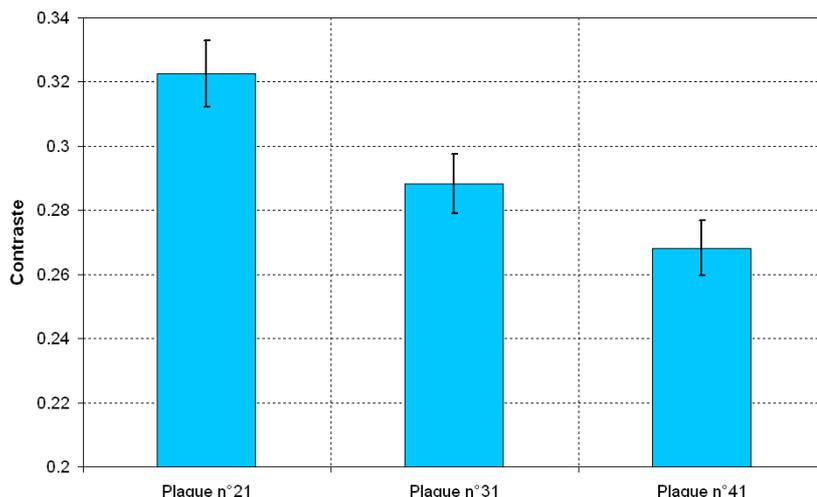


Figure II.16 : Contraste du speckle mesuré pour trois échantillons en plastique.

Les résultats sur le contraste varient dans le même sens que les résultats précédents obtenus pour les verres noirs : le contraste diminue quand le niveau de diffusion augmente, comme le montre la figure II.17.

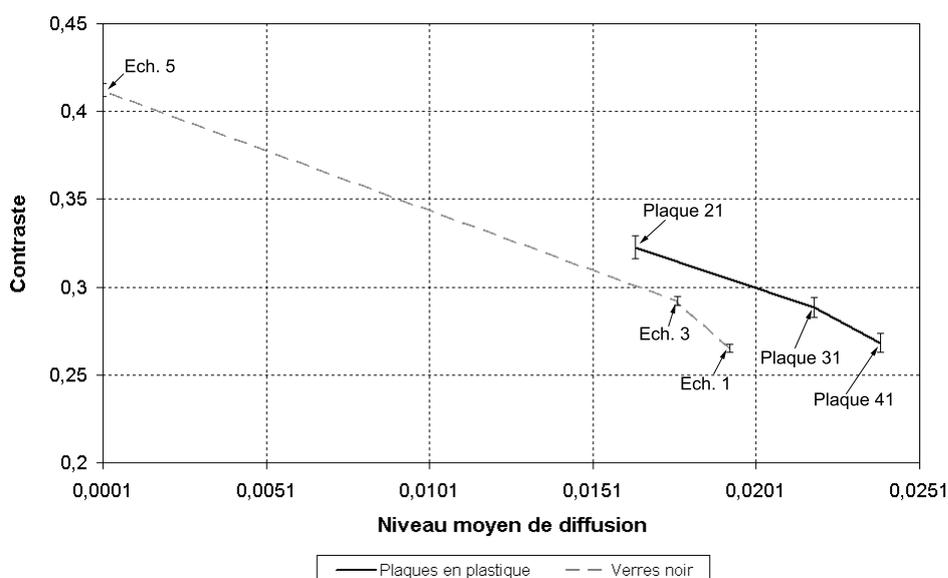


Figure II.17 : Contraste mesuré pour trois échantillons de plastique en fonction du niveau moyen de diffusion. La pente de la droite est de  $-7,04$ . Les résultats obtenus pour les échantillons de verre noir sont également rappelés (la pente de la droite est de  $-7,3$ ).

## II.2.4 Mesures d'échantillons diffusant en volume

Pour réaliser une étude similaire à celle présentée sur les échantillons dont la diffusion provient de la surface, des liquides dont la quantité de particules diffusantes est contrôlée, ont été choisis. Le liquide diffusant considéré est un mélange d'eau et d'un liquide turbide. Ce dernier est une émulsion composée de gouttelettes dispersées dans un milieu continu d'eau et d'alcool. Le mélange est placé dans une fiole parallélépipédique de verre poli afin de limiter la diffusion par les faces. Une

mesure avec la fiole remplie d'eau pure a d'abord été effectuée afin de quantifier la diffusion par la fiole de verre, la diffusion par les faces de la fiole est alors prépondérante. Puis des mesures avec différentes concentrations en liquide diffusant ont été réalisées. Elles sont représentées sur la figure II.18. La concentration est ici définie comme le rapport du volume de liquide diffusant sur le volume total, elle est donc sans unité.

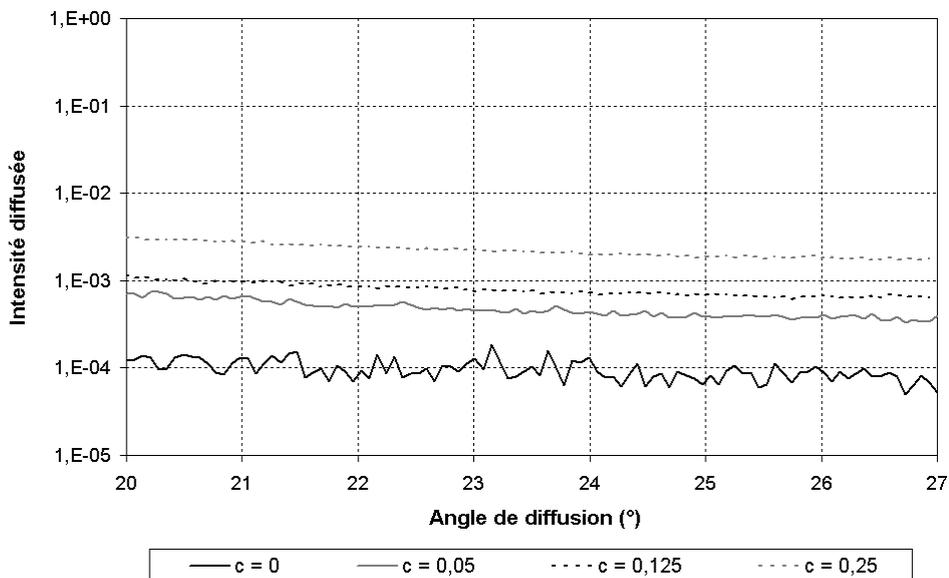


Figure II.18 : Mesures de l'intensité diffusée par des liquides de concentrations  $c$  en particules diffusantes différentes.

Comme précédemment on a déduit le contraste de ces mesures. Les résultats sont représentés sur la figure II.19. Le contraste obtenu pour une concentration nulle en liquide diffusant est de 0,21, il n'est pas représenté sur cette figure car il est relatif à une diffusion de surface. L'erreur commise sur la détermination du contraste pour ces mesures est moins bonne, de l'ordre de 6%. Ceci est dû au fait que pour ces liquides, les contrastes mesurés sont faibles. Dans ces conditions, une erreur sur un seul point de mesure suffit pour modifier la valeur globale. On remarque également qu'une erreur sur un point peut provenir du passage d'une particule dans le faisceau laser, différente de la distribution des particules à caractériser. Ce point est abordé en fin de chapitre.

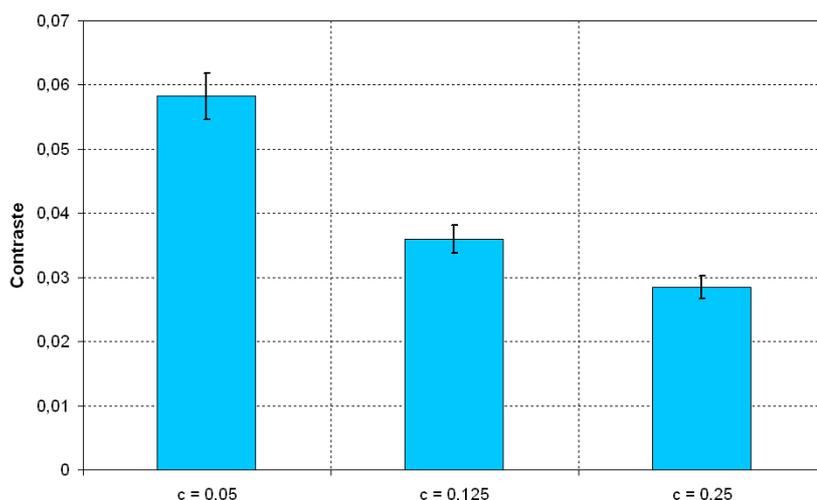


Figure II.19 : Contraste du speckle mesuré pour différentes concentrations en liquide diffusant.

Comme pour les échantillons diffusant en surface, le niveau de diffusion croît quand le contraste diminue, comme le montre la figure II.20. Ces résultats montrent que plus la concentration en liquide diffusant est grande, plus le contraste du speckle diminue.

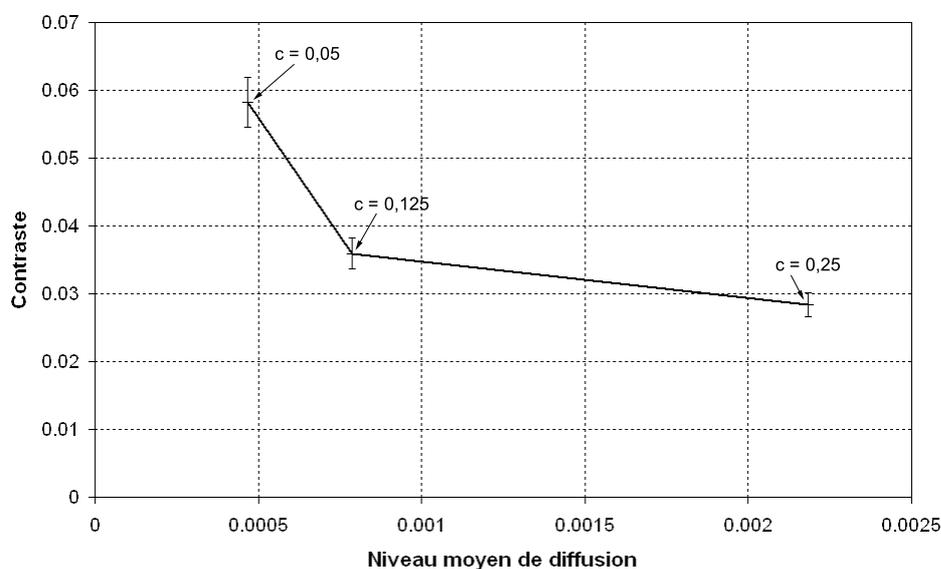


Figure II.20 : Contraste mesuré pour les volumes diffusants en fonction du niveau moyen de diffusion.

## II.2.5 Conclusion : séparation des diffusions de surface et de volume

La figure II.21 regroupe l'ensemble des résultats obtenus pour les échantillons de verre noir, de plastique et des liquides diffusants. Lorsque les valeurs du contraste des diffusions surfacique et volumique sont comparées, on constate

que celle-ci est toujours supérieure à 0,26 dans le cas d'une diffusion surfacique, alors qu'elle n'excède pas 0,06 pour une diffusion volumique. On note toutefois que pour la fiole de verre remplie d'eau pure, un contraste de 0,21 a été obtenu. Cette valeur est légèrement inférieure à celle obtenue pour les autres échantillons diffusant en surface. Mais pour cette mesure, la présence de particules dans l'eau peut brouiller le speckle et donc diminuer son contraste. L'erreur sur la détermination du contraste n'excède pas quelques pourcents dans tous les cas, et on peut en déduire que la notion de contraste permet d'identifier l'origine de la diffusion. Toutefois ces résultats ont été validés sur une plage particulière de niveaux de diffusion (de  $10^{-4}$  à  $2,5 \cdot 10^{-2}$ ), et mériteraient d'être généralisés grâce une étude complémentaire. Celle-ci n'a pu être réalisée compte tenu de la difficulté d'obtenir des échantillons adéquats.

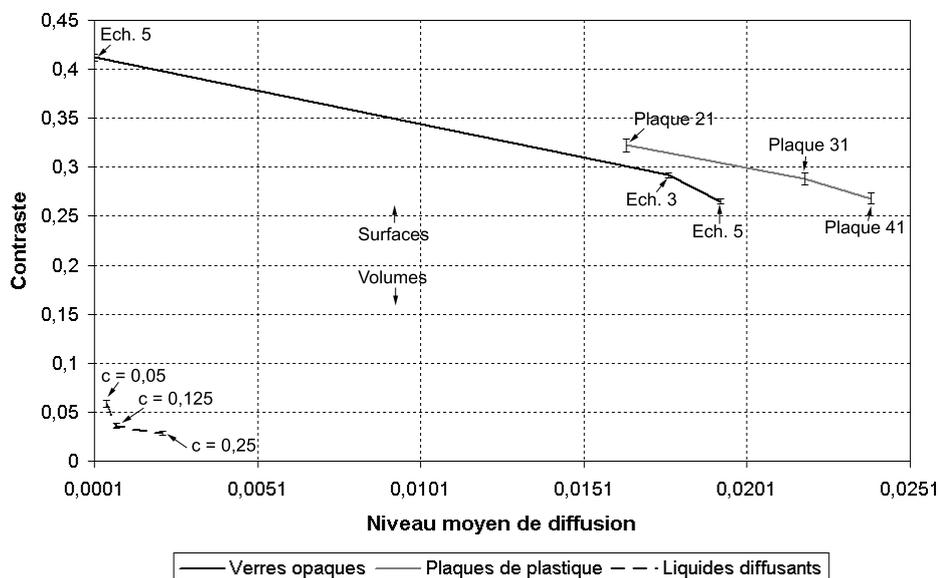


Figure II.21 : Bilan des contrastes mesurés pour différents échantillons diffusant en surface et en volume, en fonction du niveau moyen de diffusion.

Il faut donc rester vigilant quant à la plage de validité de ces résultats. À titre d'exemple, le contraste pour un échantillon lambertien métallique a été mesuré et représenté sur la figure II.22, pour comparaison au contraste obtenu pour les autres surfaces mesurées. Il est de 0,34 pour un niveau moyen de diffusion de 0,27.

Par ailleurs, on ne peut négliger le fait que, pour la diffusion de volume, le speckle mesuré pour les liquides diffusants est d'avantage moyenné que celui mesuré pour des solides, en raison du mouvement des particules. Pour compléter ces résultats, un échantillon diélectrique, solide et diffusant en volume, a été mesuré. Le contraste obtenu est de 0,16 et est indiqué sur la figure II.22. Il est bien supérieur à celui des liquides diffusants, mais toujours inférieur à ceux mesurés pour les surfaces. Enfin, le contraste mesuré pour un opalin est de 0,03, pour un échantillon de Zerodur 0,11 et pour une céramique diffusant en volume 0,10.

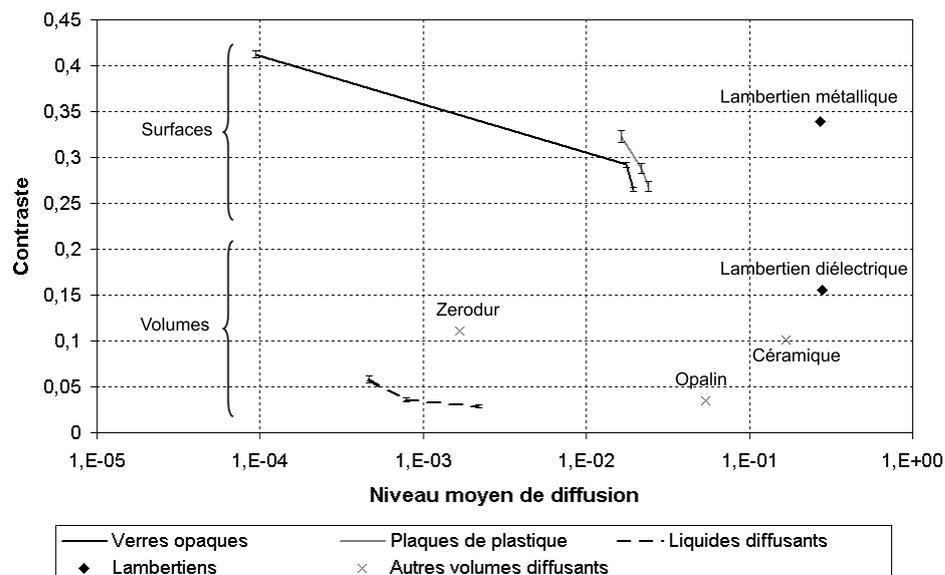


Figure II.22 : Contrastes précédents complétés par les résultats obtenus pour un lambertien métallique (diffusion de surface), un lambertien diélectrique (diffusion de volume) et pour un opalin, une céramique et un verre de Zerodur (diffusion de volume).

Dans tous les cas, on retiendra que tous les contrastes des volumes observés sont inférieurs à 0,16 alors que tous les contrastes des surfaces mesurées sont supérieurs à 0,26 [34].



# Chapitre III

## *Étude du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée*

---

### Sommaire du chapitre III

---

<b>III.1 Principe</b> . . . . .	<b>37</b>
III.1.1 Ellipsométrie spéculaire . . . . .	37
III.1.1.1 Ellipsomètre à annulation . . . . .	38
III.1.1.2 Ellipsomètre avec un élément tournant . . . . .	38
III.1.1.3 Ellipsomètre avec un modulateur de polarisation . . . . .	39
III.1.2 Ellipsométrie sur flux diffus . . . . .	40
III.1.2.1 Principes . . . . .	40
III.1.2.2 Description de l'instrument . . . . .	41
<b>III.2 Caractérisation par ellipsométrie de surfaces et de volumes diffusant</b> . . . . .	<b>42</b>
III.2.1 Rappels . . . . .	42
III.2.1.1 Détermination de l'origine de la diffusion . . . . .	42
III.2.1.2 Surfaces diffusantes . . . . .	45
III.2.2 Cas de volumes diffusants . . . . .	47
III.2.2.1 Liquides diffusants . . . . .	47
III.2.2.2 Application à la caractérisation de membranes poreuses . . . . .	48
III.2.3 Conclusion sur les mesures . . . . .	54
<b>III.3 Application à l'étude des coefficients d'intercorrélation dans les systèmes multicouches</b> . . . . .	<b>54</b>
III.3.1 Profils de surface des multicouches . . . . .	54
III.3.2 Calcul du déphasage polarimétrique . . . . .	55
III.3.3 Résultats des simulations numériques . . . . .	56
III.3.3.1 Couche unique de matériau haut indice . . . . .	57

III.3.3.2 Miroir composé de sept couches . . . . .	59
III.3.4 Conclusion . . . . .	61

---

Le chapitre précédent traite de la caractérisation de la microstructure de composants à partir de mesures d'intensité. Toutefois l'accès à des termes de phase devrait permettre de compléter ces informations, voire de mettre en évidence de nouveaux résultats. Pour éviter la complexité et le coût d'une expérience qui serait basée sur un interféromètre entre ondes diffusées et onde de référence, on a choisi de travailler sur des interférences entre les différentes composantes de polarisation de l'onde diffusée, se rapprochant ainsi des techniques d'ellipsométrie.

Ce chapitre complète donc le précédent par l'introduction d'un nouveau paramètre, qui est le déphasage polarimétrique de l'onde diffusée. Avec ce terme de phase mesuré dans le grain de speckle, les caractéristiques obtenues pour différents composants hétérogènes sont comparées afin d'identifier l'origine de la diffusion ou le niveau de diffusion.

La technique de mesure est tout d'abord rappelée, ainsi que les principaux résultats déjà obtenus pour identifier l'origine de la diffusion. Des mesures sur des volumes hétérogènes, en particulier sur des membranes poreuses, ont été réalisées pour compléter ces résultats. On verra également comment appliquer cette technique à l'étude des coefficients d'intercorrélation dans un système multicouche.

### III.1 PRINCIPE

L'ellipsométrie est une technique d'analyse non destructive. Elle consiste à mesurer le changement d'état de polarisation de la lumière après réflexion sur un objet [35, 36]. Généralement on distingue l'ellipsométrie angulaire à une seule longueur d'onde, de l'ellipsométrie spectroscopique qui effectue des mesures sur tout le spectre. De plus, l'ellipsométrie classique a été complétée ces dernières années par d'autres outils, comme l'ellipsométrie de Mueller [37] qui permet la caractérisation polarimétrique complète de l'échantillon.

#### III.1.1 Ellipsométrie spéculaire

Les grandeurs mesurées sont en général  $\Psi$  et  $\Delta$ , qui sont définies à partir des coefficients de réflexion de la lumière polarisée s et p, respectivement notés  $r_s$  et  $r_p$  :

$$\frac{r_s}{r_p} = \tan \Psi e^{i\Delta} \quad (\text{III.1})$$

où  $\Delta$  est la différence de phase entre les composantes s et p de l'onde, appelée déphasage polarimétrique. Dans la littérature, les paramètres ellipsométriques peuvent également être définis à partir du rapport  $\frac{r_p}{r_s}$ . On mesure l'état de polarisation du faisceau réfléchi pour tous les angles d'incidence  $i$ , soit les courbes  $\Psi(i)$  et  $\Delta(i)$ .

L'ellipsométrie est très utilisée pour la métrologie des couches minces optiques, c'est à dire la détermination des indices et des épaisseurs des couches [38, 39]. Son caractère non destructif en fait un outil idéal pour le contrôle in situ ou le contrôle en ligne. L'industrie microélectronique l'utilise pour mesurer les épaisseurs de couches minces, pour la caractérisation de la croissance, de la gravure des matériaux ou de la cinétique d'oxydation du silicium. De plus, l'utilisation sur

plusieurs gammes de longueur d'onde permet une caractérisation complète des matériaux [40]. L'ellipsométrie permet également de mesurer des contraintes et des déformations dans un matériau qui devient biréfringent sous contrainte [41]. Plusieurs techniques pour mesurer ces paramètres sont possibles.

### III.1.1.1 Ellipsomètre à annulation

Pour caractériser l'ellipse de polarisation, on annule le signal mesuré. Le principe de cette méthode est présenté sur la figure III.1.

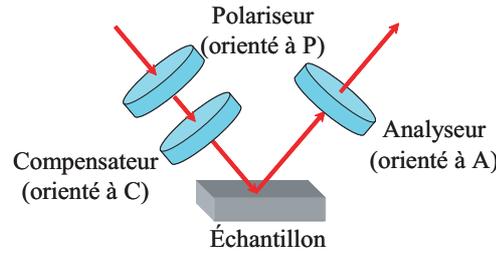


Figure III.1 : Principe d'un ellipsomètre à annulation.

Le polariseur crée une polarisation linéaire. Le compensateur transforme cette polarisation en une polarisation elliptique. On choisit, pour jouer le rôle du compensateur, une lame quart d'onde. Celle-ci doit être réglée pour obtenir après réflexion sur l'échantillon, une polarisation linéaire que l'on annule avec l'analyseur. Les paramètres ellipsométriques de l'échantillon sont alors donnés par [35] :

$$\tan \Psi e^{i\Delta} = -\tan A \frac{\tan C + i \tan (P - C)}{1 - i \tan C \tan (P - C)} \quad (\text{III.2})$$

où  $A$ ,  $P$  et  $C$  sont respectivement les angles de l'analyseur, du polariseur et du compensateur.

La mesure de ces angles donne directement les valeurs de  $\Psi$  et  $\Delta$ , mais il est essentiel d'en améliorer la précision en ne se limitant pas à une valeur d'annulation.

### III.1.1.2 Ellipsomètre avec un élément tournant

Cette méthode consiste à explorer différents états de polarisation grâce à une rotation des différents éléments du montage. Le principe d'un montage est présenté sur la figure III.2.

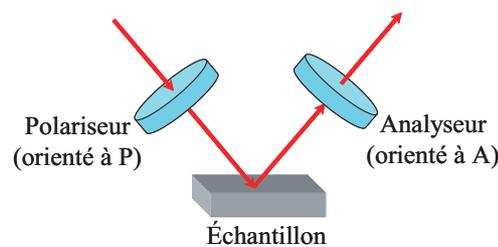


Figure III.2 : Principe d'un ellipsomètre avec un élément tournant.

On considère par exemple le cas où l'analyseur tourne. Dans ce cas l'intensité après l'analyseur peut se mettre sous la forme suivante :

$$I(A) = |E_0|^2 [ |r_s|^2 \cos^2 P \cos^2 A + |r_p|^2 \sin^2 P \sin^2 A + 2 |r_s| |r_p| \cos P \sin P \cos A \sin A \cos \Delta ] \quad (\text{III.3})$$

avec  $A$  et  $P$  les angles de l'analyseur et du polariseur. Soit :

$$I(A) = I_0 (1 + \alpha \cos 2A + \beta \sin 2A) \quad (\text{III.4})$$

avec :

$$I_0 = \frac{|E_0|^2 |r_p|^2}{2} \cos^2 P (1 + \tan^2 \Psi \tan^2 P) \quad (\text{III.5})$$

$$\alpha = \frac{1 - \tan^2 \Psi \tan^2 P}{1 + \tan^2 \Psi \tan^2 P} \quad (\text{III.6})$$

$$\beta = 2 \cos \Delta \frac{\tan \Psi \tan P}{1 + \tan^2 \Psi \tan^2 P}. \quad (\text{III.7})$$

L'enregistrement de la courbe  $I(A)$  permet de déterminer les coefficients  $\alpha$  et  $\beta$ , et donc de déterminer les paramètres  $\Psi$  et  $\Delta$  de l'échantillon.

Ce montage peut être facilement utilisé pour faire de l'ellipsométrie spectroscopique. On note, pour comparer avec le montage précédent, qu'il n'existe pas forcément de valeur d'annulation du signal en l'absence de compensateur.

### III.1.1.3 Ellipsomètre avec un modulateur de polarisation

Un modulateur de polarisation est introduit après le polariseur, comme illustré sur la figure III.3 [42]. Cet élément crée un retard harmonique  $\delta_M$  entre les deux composantes s et p de l'onde qui le traverse :

$$\delta_M(t) = \Delta_0 (G \sin(\Omega t) + \alpha_M) \quad (\text{III.8})$$

où  $G$  est le gain qui permet de régler l'amplitude de la modulation  $\Delta_0$ ,  $\Omega$  est la fréquence de modulation et  $\alpha_M$  est la biréfringence résiduelle du modulateur.

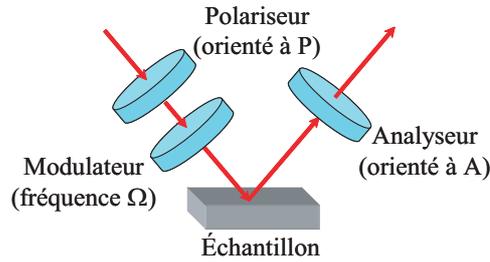


Figure III.3 : Principe d'un ellipsomètre avec un modulateur de polarisation.

L'intensité en sortie du système peut se décomposer en une série d'harmoniques :

$$\frac{I}{I_0} = I_c + I_\Omega \sin(\Omega t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega t) + \dots \quad (\text{III.9})$$

avec  $I_0$  l'intensité après le polariseur.

On se limite ici aux trois premiers termes de la série :

$$I_c = \frac{1}{4} [|r_s|^2 + |r_p|^2 + 2J_0(\Delta_0(G)) |r_s| |r_p| \cos(\Delta + \alpha_M)] \quad (\text{III.10})$$

$$I_\Omega = -|r_s| |r_p| J_1(\Delta_0(G)) \sin(\Delta + \alpha_M) \quad (\text{III.11})$$

$$I_{2\Omega} = |r_s| |r_p| J_2(\Delta_0(G)) \cos(\Delta + \alpha_M) \quad (\text{III.12})$$

où  $J_i$  est la fonction de Bessel d'ordre  $i$ .

La détection des deux harmoniques  $I_\Omega$  et  $I_{2\Omega}$  donne accès à la détermination des paramètres ellipsométriques  $|r_s r_p|$  et  $\Delta$  de l'échantillon mesuré. Ce montage peut également être utilisé pour des mesures sur un large domaine spectral, moyennant un étalonnage approprié.

### III.1.2 Ellipsométrie sur flux diffus

L'ellipsométrie est une technique qui a été largement exploitée pour l'étude des flux spéculaires. Elle a été améliorée grâce à des montages mettant en jeu des modulateurs de polarisation ou des polariseurs tournants, associés à un traitement du signal pertinent. Cette technique a également été appliquée à l'étude des flux diffusés, dans les directions spéculaires et plus rarement en dehors de ces directions [43].

#### III.1.2.1 Principes

Il est possible d'étudier les paramètres ellipsométriques sur le flux diffusé [44, 45, 46, 47, 48]. Dans ce cas les mesures se font en fonction de l'angle de diffusion pour un angle d'incidence donné. L'analyseur est alors placé sur le trajet de l'onde diffusée.

On doit alors prendre en compte le coefficient de diffusion  $\nu$  plutôt que le coefficient de réflexion  $r$ . Pour chaque polarisation, le coefficient de diffusion complexe s'écrit :

$$\nu_s = \nu_{ss} + \nu_{ps} \quad (\text{III.13})$$

$$\nu_p = \nu_{pp} + \nu_{sp} \quad (\text{III.14})$$

$$(\text{III.15})$$

avec :

$$\nu_{ss} = \sqrt{N_{ss}} e^{i\delta_{ss}} \quad (\text{III.16})$$

$$\nu_{pp} = \sqrt{N_{pp}} e^{i\delta_{pp}} \quad (\text{III.17})$$

$$\nu_{sp} = \sqrt{N_{sp}} e^{i\delta_{sp}} \quad (\text{III.18})$$

$$\nu_{ps} = \sqrt{N_{ps}} e^{i\delta_{ps}} \quad (\text{III.19})$$

où les indices  $uv$  désignent une polarisation  $v$  provenant d'une polarisation  $u$  incidente. On note ici la présence des composantes croisées  $\nu_{sp}$  et  $\nu_{ps}$  qui n'apparaissent pas pour la réflexion par un composant isotrope.

Par analogie avec le cas spéculaire, les paramètres ellipsométriques sont alors donnés par :

$$\tan \psi e^{i\delta} = \frac{\nu_s}{\nu_p}. \quad (\text{III.20})$$

Toutefois il sera plus pratique d'utiliser les notations suivantes :

$$\rho e^{i\delta} = \nu_s \bar{\nu}_p = (\nu_{ss} + \nu_{ps}) (\bar{\nu}_{pp} + \bar{\nu}_{sp}). \quad (\text{III.21})$$

Dans le cas où un modulateur de polarisation est utilisé et par analogie avec les équations obtenues dans le cas de l'ellipsométrie spéculaire, l'intensité en sortie du système peut s'écrire :

$$\frac{I}{I_0} = I_c + I_\Omega \sin(\Omega t) + I_{2\Omega} \cos(2\Omega t) \quad (\text{III.22})$$

avec  $I_0$  l'intensité après le polariseur, et :

$$I_c = \frac{1}{4} [|\nu_{ss} + \nu_{ps}|^2 + |\nu_{pp} + \nu_{sp}|^2 + 2\rho J_0(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \alpha_M)] \quad (\text{III.23})$$

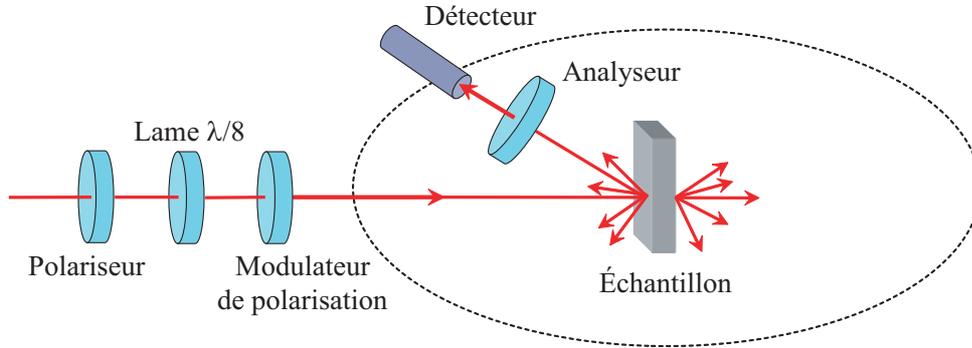
$$I_\Omega = -J_1(\Delta_0(G)) \rho \sin(\delta + \alpha_M) \quad (\text{III.24})$$

$$I_{2\Omega} = J_2(\Delta_0(G)) \rho \cos(\delta + \alpha_M). \quad (\text{III.25})$$

Comme dans le cas spéculaire, la mesure des deux harmoniques  $I_\Omega$  et  $I_{2\Omega}$  permet la détermination des paramètres  $\delta$  et  $\rho$ .

### III.1.2.2 Description de l'instrument

À partir du diffusomètre présenté au chapitre I sur la figure I.7, un ellipso-mètre utilisant un modulateur de polarisation a été développé [48]. Le principe du montage expérimental est présenté sur la figure III.4.



*Figure III.4 : Principe du dispositif expérimental.*

Une lame  $\lambda/8$  est introduite sur le montage pour faciliter l'étalonnage du système. Elle ajoute un déphasage  $\delta_L$  de  $45^\circ$  au faisceau incident. En effet, la première harmonique dépend du sinus du déphasage polarimétrique. Au voisinage d'une valeur nulle de ce déphasage, cette harmonique sera proche de zéro, et sa mesure sera donc entachée de bruit. La lame permet de moduler la polarisation autour de  $45^\circ$ , au lieu de  $0^\circ$ , et donc d'améliorer le rapport signal sur bruit au voisinage du déphasage polarimétrique nul. Le coefficient de transmission de la lame  $T_L$  est de 0,98. Les équations précédentes III.23, III.24 et III.25 deviennent alors :

$$I_c = \frac{T_L}{4} [|\nu_{ss} + \nu_{ps}|^2 + |\nu_{pp} + \nu_{sp}|^2 + 2\rho J_0(\Delta_0(G)) \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M)] \quad (\text{III.26})$$

$$I_\Omega = -J_1(\Delta_0(G)) T_L \rho \sin(\delta + \delta_L + \alpha_M) \quad (\text{III.27})$$

$$I_{2\Omega} = J_2(\Delta_0(G)) T_L \rho \cos(\delta + \delta_L + \alpha_M). \quad (\text{III.28})$$

Les polariseurs sont deux polaroïds entre verres traités antireflet. Ils sont montés sur des platines de rotation motorisées qui permettent une précision au centième de degré. Leur taux d'extinction mesuré est de  $6.10^{-4}$ .

Le modulateur de polarisation est un modulateur élasto-optique. Il est composé d'une lame en silice homosil montée entre deux électrodes qui permettent d'appliquer une tension aux bornes du barreau. On crée ainsi une biréfringence proportionnelle à la tension appliquée suivant deux directions orthogonales.

Le détecteur peut tourner autour de l'échantillon avec un pas angulaire minimal de l'ordre du centième de degré, ce qui permet d'accéder au déphasage polarimétrique du "grain" de speckle.

On pourra trouver le détail de la procédure d'étalonnage dans la référence [48].

## III.2 CARACTÉRISATION PAR ELLIPSOMÉTRIE DE SURFACES ET DE VOLUMES DIFFUSANT

Dans le chapitre précédent, les variations angulaires de l'intensité pour différents types d'échantillons rugueux ou hétérogènes ont été étudiées. Dans ce paragraphe cette caractérisation est complétée par la mesure du déphasage polarimétrique. Les variations angulaires du déphasage  $\delta$  pour différents échantillons sont donc étudiées. Rappelons tout d'abord certains résultats obtenus en références [48, 49, 50, 51].

### III.2.1 Rappels

#### III.2.1.1 Détermination de l'origine de la diffusion

On distinguera le cas des faibles diffusions, pour lesquelles la rugosité de surface est faible devant la longueur d'onde ou l'hétérogénéité relative d'indice est faible devant l'unité, du cas des fortes diffusions.

##### III.2.1.1.1 Cas des faibles diffusions

Dans le cas des composants optiques faiblement diffusants, les calculs numériques révèlent des signatures spécifiques pour le comportement angulaire du déphasage polarimétrique en incidence oblique. En effet, l'onde diffusée par une surface faiblement rugueuse éclairée en polarisation p change de signe à partir d'un angle  $\theta_b$ , alors que ce n'est pas le cas pour une diffusion volumique (comme cela a déjà été montré au paragraphe II.1.2 du chapitre II). Le déphasage polarimétrique présente donc un saut pour l'angle  $\theta_b$  donné par :

$$\sin \theta_b = \sqrt{\frac{n^2 (n^2 - \sin^2 i)}{n^2 + (n^4 - 1) \sin^2 i}}. \quad (\text{III.29})$$

La figure III.5 montre les variations théoriques du déphasage polarimétrique de deux échantillons d'indice de réfraction 1,50 éclairés sous une incidence de  $50^\circ$ . L'un de ces échantillons est faiblement rugueux (diffusion de surface), et l'autre faiblement hétérogène (diffusion de volume). Pour la diffusion de surface, le saut de phase a lieu pour un angle de diffusion de  $63,97^\circ$ . À l'inverse, le déphasage polarimétrique est constamment nul pour une diffusion volumique. Ces deux résultats

sont spécifiques aux faibles diffusions prédites par les théories au premier ordre. De plus ils sont confirmés par l'expérience et rappelés sur la figure III.5.

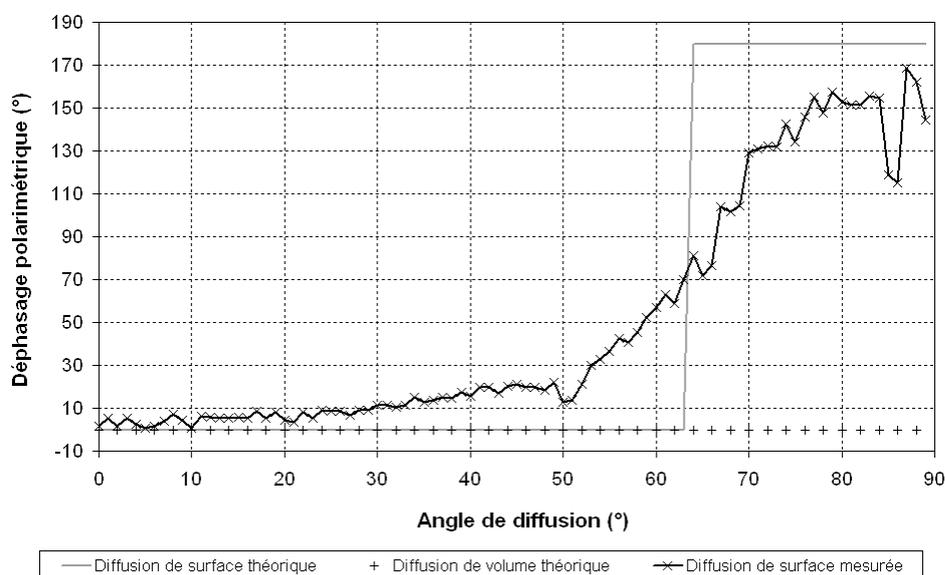


Figure III.5 : Déphasage polarimétrique calculé pour une surface et un volume faiblement diffusant, et mesuré pour une surface de verre noir poli, éclairé en incidence oblique (50°).

L'écart entre la mesure et la fonction en escalier est dû à la présence d'une couche de transition à la surface du composant ou à l'absorption. Dans tous les cas, la mesure donnée sur la figure III.5 indique clairement qu'il s'agit d'une diffusion surfacique.

### III.2.1.1.2 Cas des fortes diffusions

Dans le cas des échantillons fortement diffusant, le comportement du déphasage polarimétrique permet également de déterminer l'origine de la diffusion. Pour une diffusion d'origine surfacique, le déphasage polarimétrique varie faiblement autour d'une "enveloppe" (constante nulle en incidence normale et fonction en escalier en incidence oblique) donnée par la théorie du premier ordre. Par contre pour une diffusion d'origine volumique, le déphasage polarimétrique varie fortement entre  $-180^\circ$  et  $180^\circ$ . Un exemple de résultats expérimentaux est présenté sur la figure III.7. Deux échantillons étalon lambertiens ont été mesurés, l'un métallique diffusant en surface et l'autre diélectrique diffusant en volume. Les indicatrices en intensité sont très similaires, comme illustré en figure III.6. À l'inverse, les termes de phase identifient clairement l'origine de la diffusion (figure III.7).

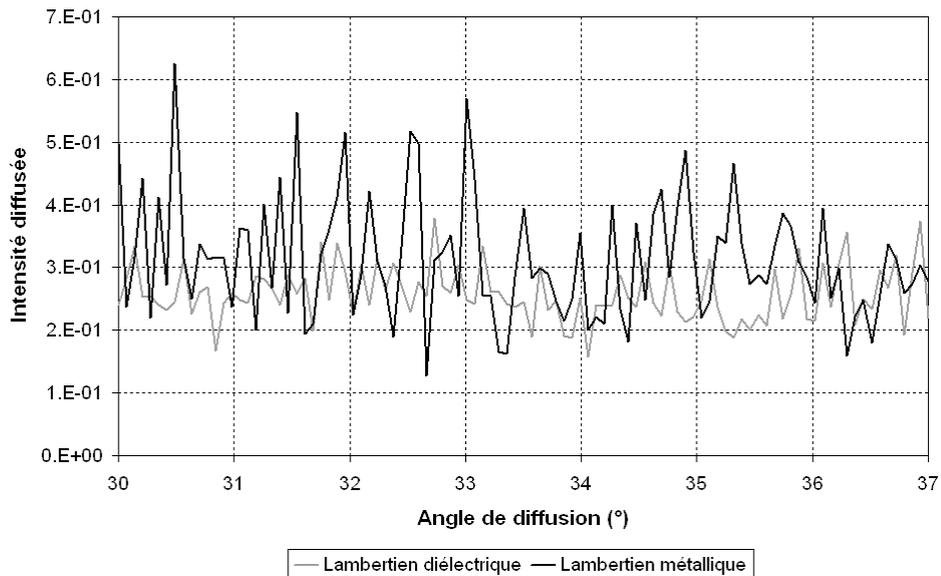


Figure III.6 : Intensités diffusées mesurées pour deux échantillons lambertiens métallique et diélectrique.

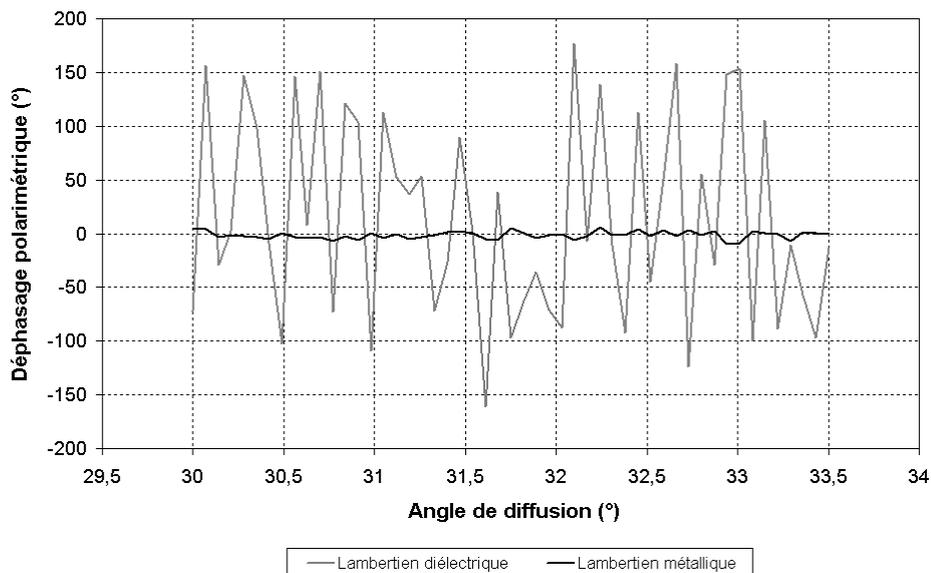


Figure III.7 : Variations angulaires du déphasage polarimétrique mesurées pour deux échantillons lambertiens métallique et diélectrique.

Ces résultats peuvent être résumés succinctement en les représentant sur la sphère de Poincaré, comme présentés sur la figure III.8. Pour une incidence d'éclairage normale, on constate que pour les composants faiblement diffusants, les variations angulaires des états de polarisation se situent quasiment sur l'équateur (a). Pour une surface "douce" ou fortement rugueuse, les différents états de polarisation restent confinés au voisinage de l'équateur (b). Mais pour un volume fortement diffusant, les états de polarisation sont distribués sur toute la sphère de Poincaré (c). Ces procédures donnent donc accès à une méthode directe pour identifier l'origine de la diffusion.

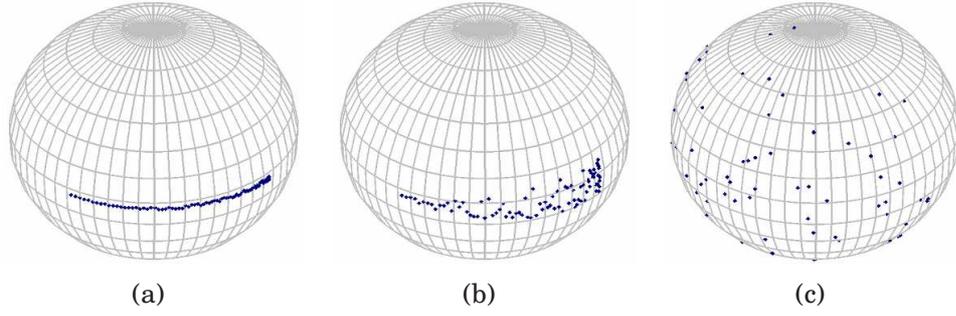


Figure III.8 : Représentation des états de polarisation sur la sphère de Poincaré pour une diffusion par une surface polie ou par un volume faiblement hétérogène (a), une surface fortement rugueuse (b) et par un volume très hétérogène (c) (quand l'angle de diffusion augmente on se déplace de droite à gauche sur la sphère).

### III.2.1.2 Surfaces diffusantes

Des résultats similaires à ceux réalisés dans le cas de l'étude de l'intensité du speckle sont présentés dans la référence [48]. Ils montrent que les variations angulaires du terme de phase donnent une information sur la rugosité de la surface. On considère, en effet, trois échantillons de verre noir (notés échantillons 7, 3 et 1) à différentes étapes de polissage. L'échantillon 7 a une rugosité de 13 nm, l'échantillon 3 de 365 nm et l'échantillon 1 de 928 nm. À partir des mesures de déphasage polarimétrique, on a extrait l'écart type des variations défini comme :

$$\sigma_\delta = \sqrt{\langle (\delta - \langle \delta \rangle)^2 \rangle} = \sqrt{\left( \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left( \delta_i - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \delta_i \right)^2 \right)} \quad (\text{III.30})$$

où  $\langle x \rangle$  désigne la valeur moyenne de la grandeur  $x$ . Les résultats sont donnés sur les figures III.9 et III.10.

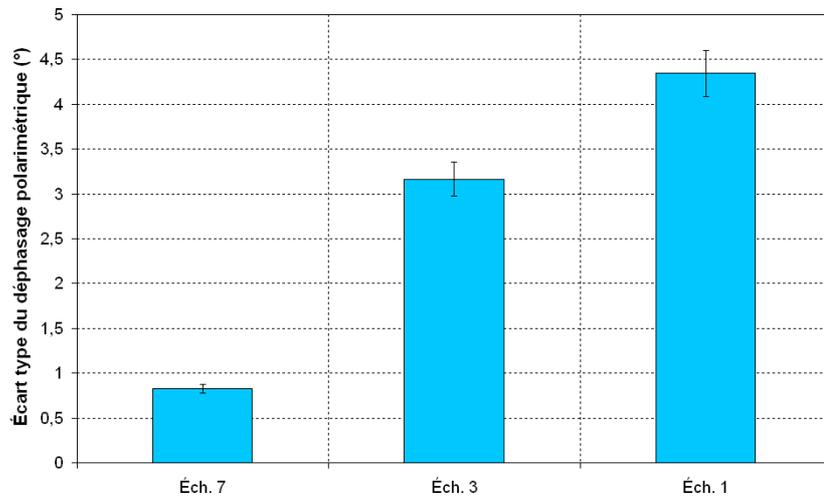


Figure III.9 : Écart type du déphasage polarimétrique pour trois échantillons de verre noir à différentes étapes de polissage. Les rugosités sont de 13 nm pour l'échantillon 7, 365 nm pour l'échantillon 3 et 928 nm pour l'échantillon 1.

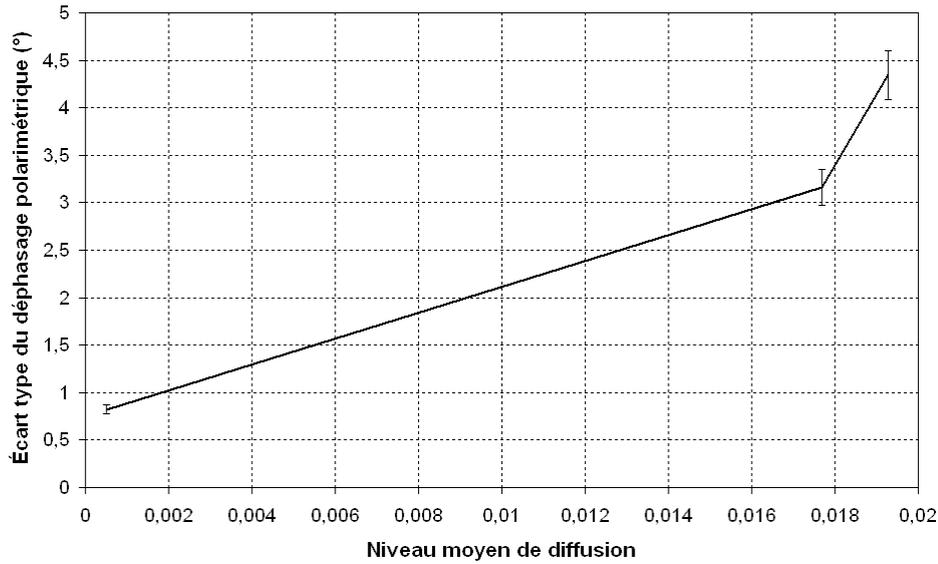


Figure III.10 : Écart type du déphasage polarimétrique issu des mesures sur des verres opaques rugueux, en fonction du niveau moyen de diffusion.

On constate que l'écart type du déphasage polarimétrique croît légèrement avec le niveau de diffusion. Toutefois les valeurs restent faibles, inférieures à  $5^\circ$ , même pour des rugosités allant jusqu'à  $1 \mu\text{m}$ . Comme cela a déjà été montré, il s'agit d'une signature de la diffusion de surface, par opposition à celle d'une diffusion de volume [49].

Des simulations numériques ont été effectuées avec la méthode différentielle. Pour ces calculs, des surfaces de rugosités différentes (et de pente moyenne constante de 15%) sont considérées. Le déphasage polarimétrique de ces échantillons est déterminé et comme pour les mesures son écart type est extrait. Les résultats sont présentés sur la figure III.11. Ils montrent que les variations du déphasage polarimétrique restent faibles et qu'elles croissent avec la rugosité et donc avec le niveau de diffusion. Toutefois pour aller plus loin, il faudrait étudier les variations en fonction de la pente des surfaces.

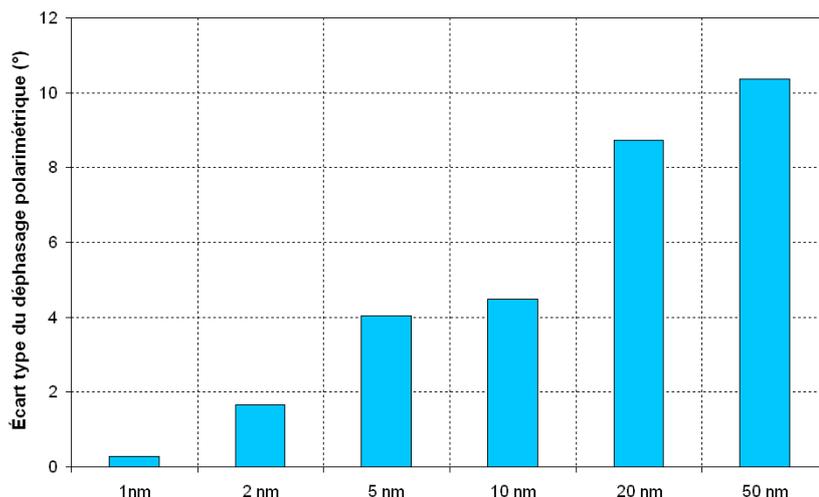


Figure III.11 : Écart type du déphasage polarimétrique calculé pour des surfaces de différentes rugosités.

### III.2.2 Cas de volumes diffusants

Ces études sont maintenant étendues à des structures diffusant en volume.

#### III.2.2.1 Liquides diffusants

On s'intéresse ici aux liquides diffusants de concentration contrôlée, dont le contraste de l'intensité a déjà été étudié au chapitre précédent. Les indicatrices de diffusion sont rappelées en figure III.12, pour des concentrations de 0,125, 0,25 et 0,5. Cette dernière est définie comme le rapport du volume du liquide turbide sur le volume total.

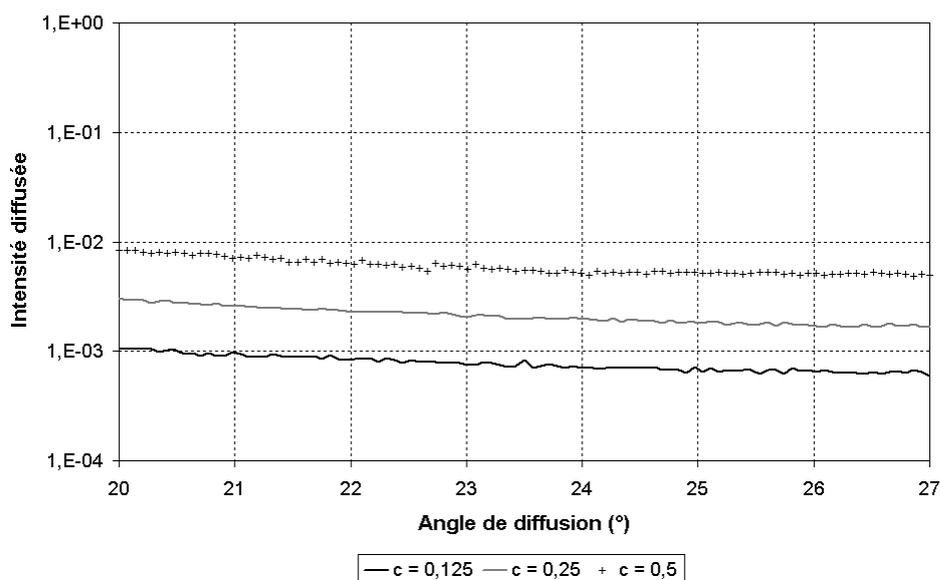


Figure III.12 : Intensité diffusée par des liquides diffusants de différentes concentrations.

Les déphasages polarimétriques ont été mesurés pour ces liquides et leurs écarts types ont été calculés en fonction de la concentration (cf figure III.13) et

du niveau de diffusion (cf figure III.14). Dans tous les cas, le déphasage est voisin de 0°, compte tenu des faibles niveaux de diffusion. On constate également un léger accroissement de l'écart type quand le niveau de diffusion augmente, mais ces variations sont faibles et difficilement exploitables.

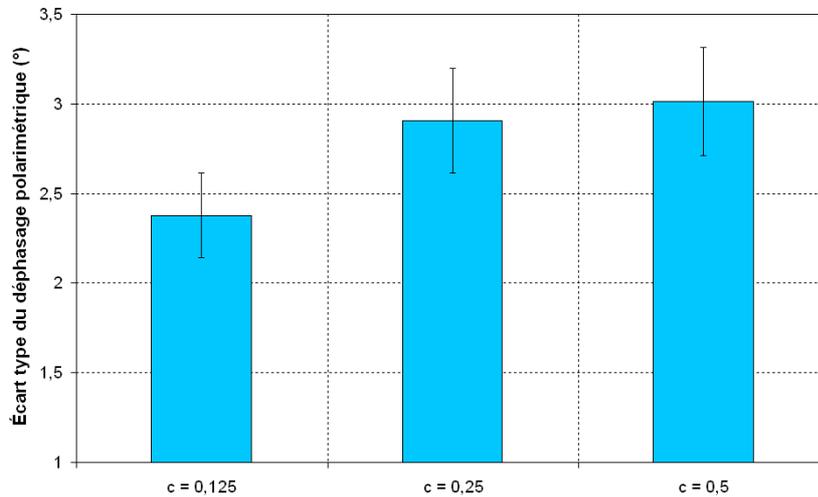


Figure III.13 : Écart type du déphasage polarimétrique mesuré pour trois concentrations différentes de liquides diffusants.

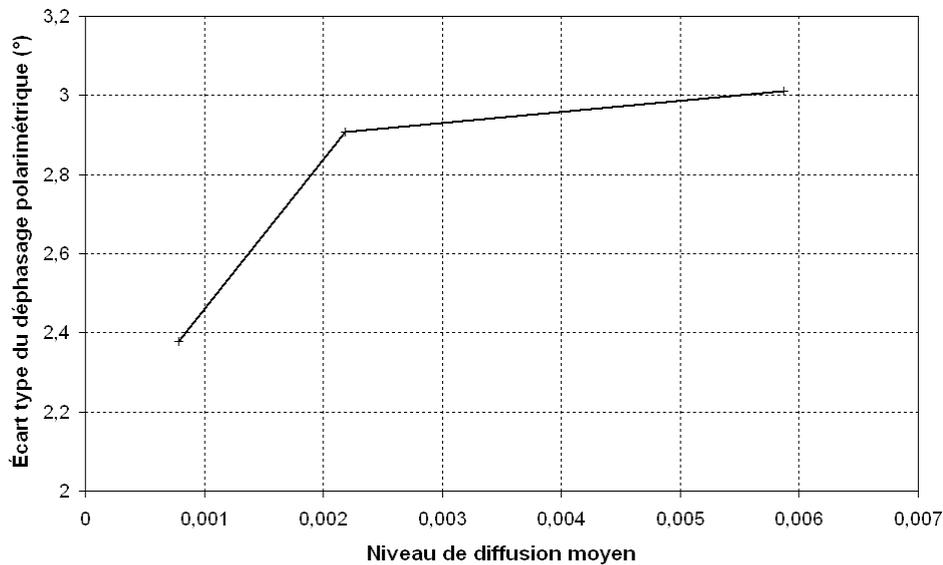


Figure III.14 : Écart type du déphasage polarimétrique issu des mesures sur les liquides diffusants, en fonction du niveau moyen de diffusion.

### III.2.2.2 Application à la caractérisation de membranes poreuses

Les résultats précédents ont été appliqués à la caractérisation des membranes poreuses utilisées pour la filtration, en collaboration avec le Laboratoire de Procédés Propres et Environnement d'Aix-en-Provence.

Les procédés de filtration membranaire, où aucun changement d'état ou ajout de tiers corps n'est requis, sont utilisés dans des domaines très variés comme la production d'eau potable, le traitement d'effluents, la dialyse, l'oxygénation du sang, la fabrication de médicaments ou la purification de produits alimentaires comme le lait, les jus de fruits ou le vin. Le fluide est introduit dans les canaux de la membrane, et on récupère le liquide filtré à l'extérieur. Un exemple de membranes est présenté sur la figure III.15 (a). Le flux que l'on souhaite filtrer, sous l'action d'une force motrice (par exemple une différence de pression), va passer à travers la membrane, les particules les plus grandes sont arrêtées (retentat) et les plus petites sont récupérées (perméat). Le principe est illustré sur la figure III.15 (b).

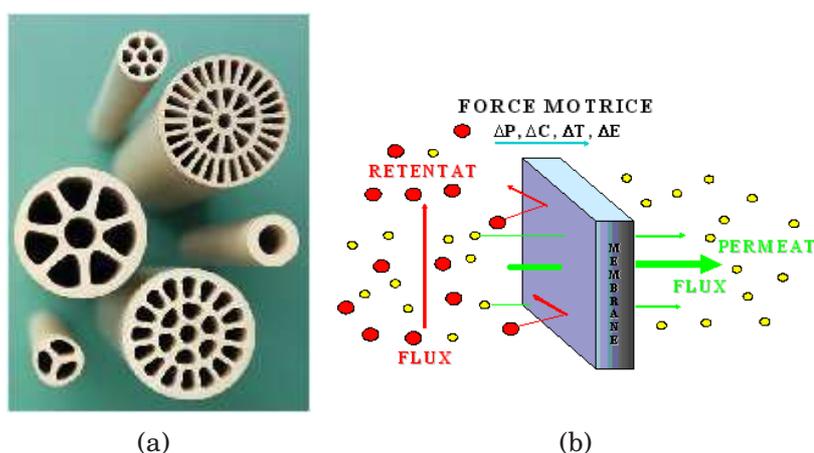


Figure III.15 : Photo de membranes (a) et principe de la filtration membranaire (b).

Une membrane est caractérisée par sa perméabilité et sa sélectivité qui dépendent de son épaisseur et des propriétés de ses pores. Le seuil de coupure d'une membrane est la masse molaire du plus petit composé modèle retenu à 90% par la membrane. Il est exprimé en Dalton Da ( $1 \text{ Da} = 1 \text{ g.mol}^{-1}$ ) lorsque des petites particules sont récupérées ou en  $\mu\text{m}$  si les particules sont plus grosses. Le seuil de coupure est principalement relié au diamètre des pores de la membrane. Selon la taille des particules que l'on souhaite filtrer, on choisira un seuil de coupure plus ou moins grand (cf figure III.16).

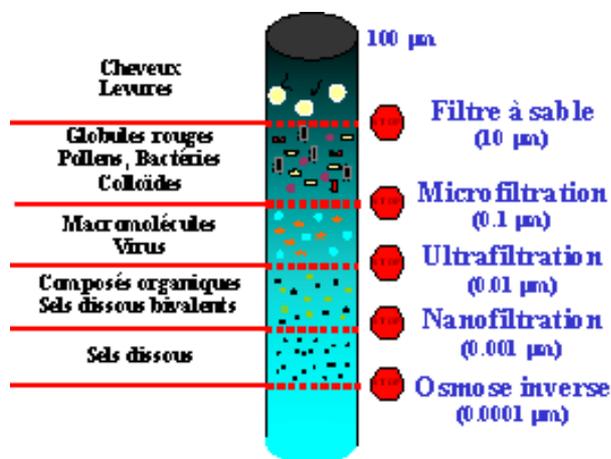


Figure III.16 : Filtration par des membranes.

L'inconvénient principal des procédés membranaires est le colmatage qui correspond à une accumulation de matière, soit à la surface de la membrane soit à l'intérieur de la matrice poreuse. Les notions de rugosité et de porosité sont donc, pour les membranes, des paramètres importants à caractériser. Par ailleurs il existe de nombreuses méthodes de détermination du seuil de coupure, mais avec de grandes disparités entre les constructeurs. L'objectif ici est d'obtenir des informations, tant sur la structure interne que sur les propriétés en surface [52]. Deux images d'une membrane (vues de dessus et de profil) par microscopie électronique à balayage sont présentées sur la figure III.17.

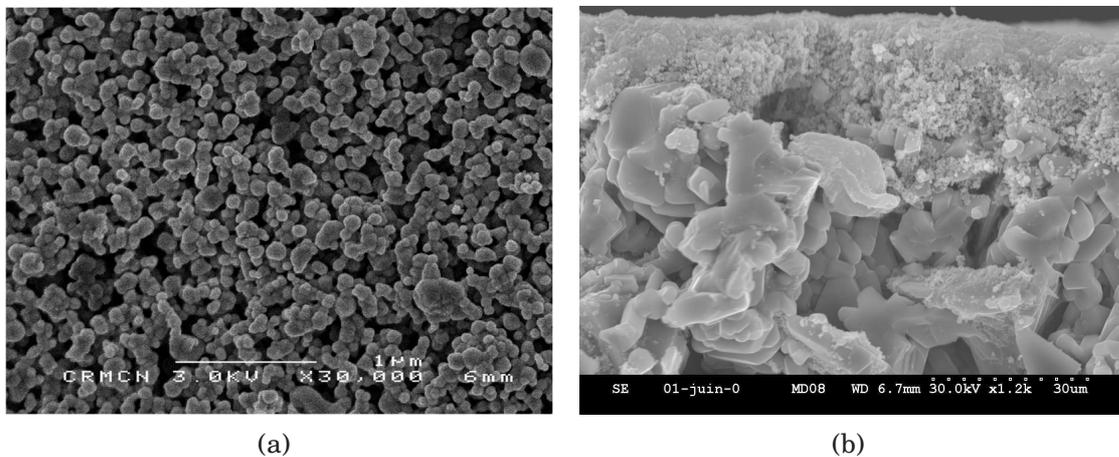


Figure III.17 : Images obtenues par microscopie électronique à balayage d'une membrane dont le seuil de coupure est de  $0,1 \mu\text{m}$  : vue de dessus (a) et vue de profil (b).

Le microscope électronique à balayage donne une information très riche, mais très localisée et nécessitant la destruction de la membrane. La caractérisation optique permet donc d'obtenir une information sans destruction.

Des mesures d'ellipsométrie ont été réalisées, dans ce but, sur différentes membranes. Quatre types de membranes, fabriquées dans les mêmes conditions, ont été étudiés. Les échantillons considérés diffusent la lumière de manière lambertienne, comme le montre la figure III.18, et ces mesures d'indicatrices de diffusion ne permettent pas une caractérisation immédiate des différentes membranes. Les mesures de déphasage polarimétrique sont présentées sur la figure III.19.

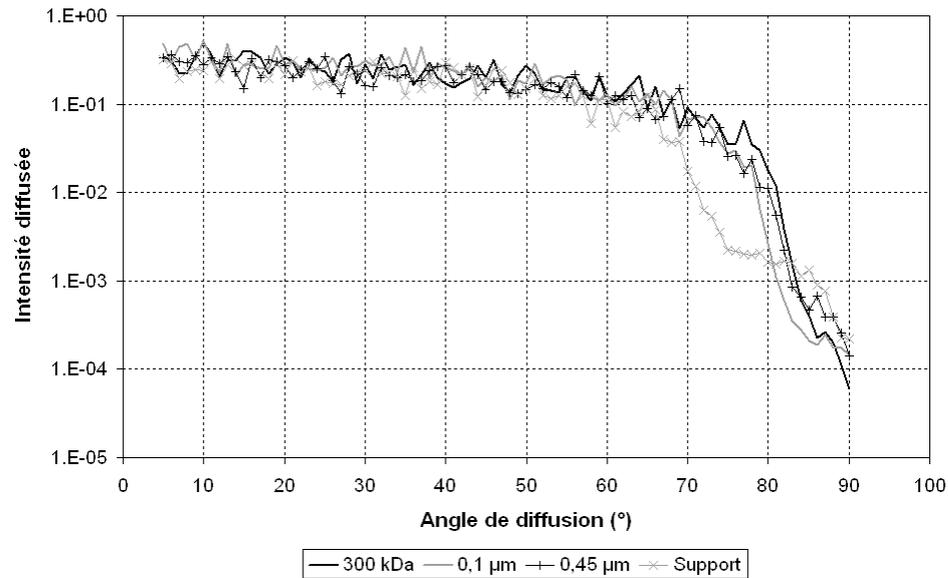


Figure III.18 : Intensité diffusée mesurée pour différentes membranes poreuses.

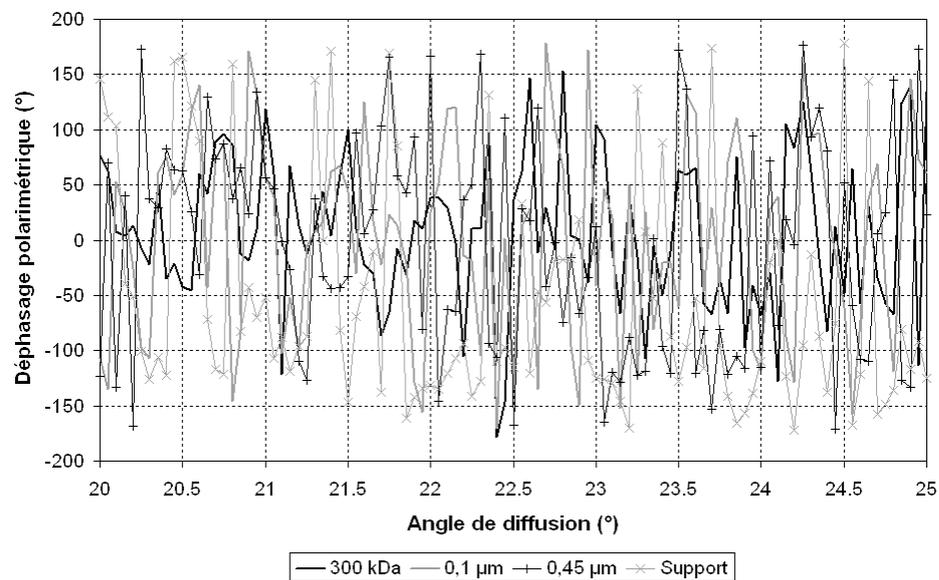


Figure III.19 : Déphasage polarimétrique mesuré pour différentes membranes.

L'écart type du déphasage polarimétrique a été extrait de ces mesures. Les résultats sont représentés sur la figure III.20.

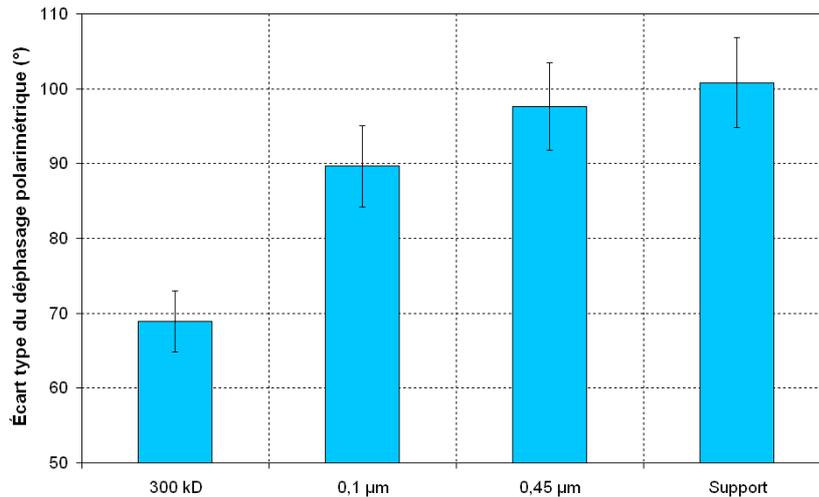


Figure III.20 : Écart type du déphasage polarimétrique pour différentes membranes.

On constate que les variations angulaires du déphasage polarimétrique sont d'autant plus grandes que la porosité de la membrane est grande.

Pour confirmer ces résultats, des simulations numériques ont été réalisées à l'aide de la méthode différentielle. Les membranes sont modélisées par un volume, de  $8 \mu\text{m}$  de largeur et de  $1 \mu\text{m}$  de profondeur, composé d'un mélange d'air, d'indice de réfraction 1, et de zircone  $\text{ZrO}_2$ , d'indice 2,2. Deux exemples sont donnés sur la figure III.21 : sur la figure (a), la taille des pores est de 40 nm et sur la figure (b), elle est égale à 400 nm.

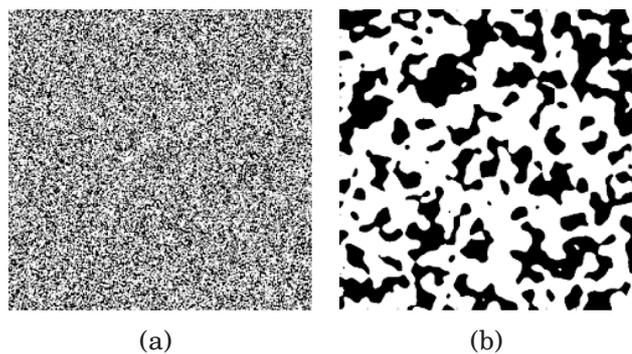


Figure III.21 : Modélisation de membranes poreuses dont la taille des pores est de 40 nm (a) et de 400 nm (b). Une zone carrée de  $2 \mu\text{m}$  est représentée.

Le déphasage polarimétrique est calculé pour différentes porosités. Un exemple de résultat pour des tailles de pores de 40 nm et de 400 nm est présenté sur la figure III.22.

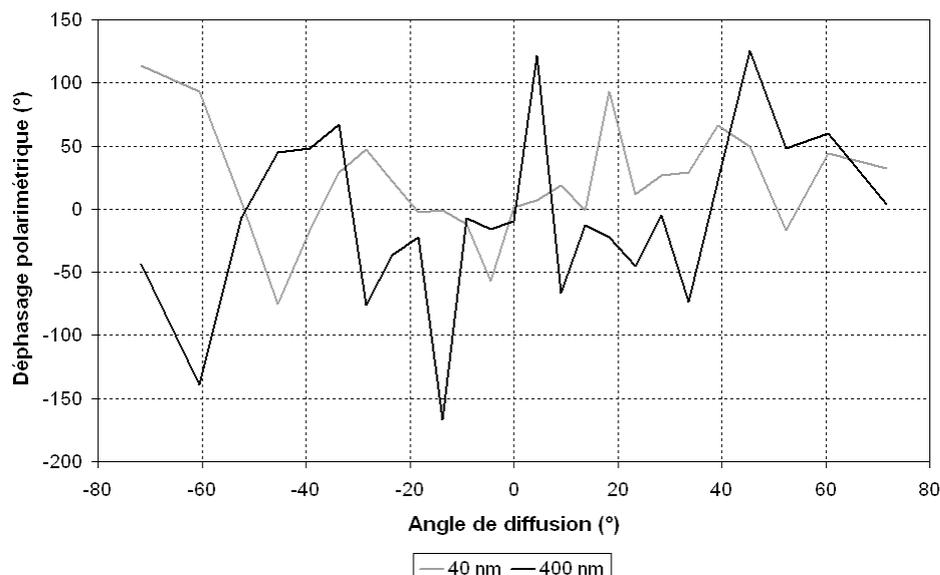


Figure III.22 : Simulations du déphasage polarimétrique pour une taille de pores de 40 nm et de 400 nm.

Comme pour les mesures, l'écart type du déphasage polarimétrique issu des simulations numériques est calculé pour des tailles de pores de 20 nm, 40 nm, 200 nm et 400 nm. Les résultats sont donnés sur la figure III.23.

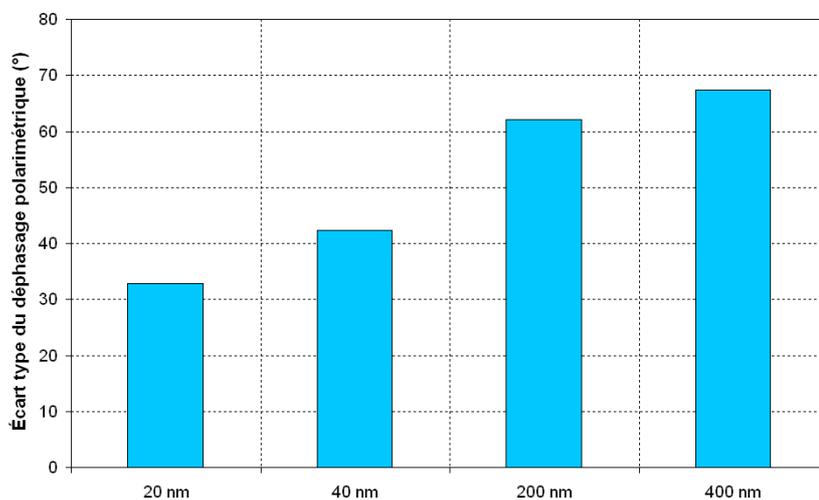


Figure III.23 : Écart type du déphasage polarimétrique simulé pour différentes tailles de pores.

Les calculs numériques confirment les résultats des mesures. En effet, l'écart type du déphasage polarimétrique croît avec la porosité de l'échantillon. Ils sont toutefois assez éloignés des conditions expérimentales, puisqu'on ne considère qu'une épaisseur de  $1 \mu\text{m}$  et qu'une longueur de  $8 \mu\text{m}$  alors que 2 mm de l'échantillon sont éclairés. Des tailles et des épaisseurs d'échantillon plus importantes conduiraient à des temps de calculs trop longs.

### III.2.3 Conclusion sur les mesures

Il a été montré que les variations angulaires du déphasage polarimétriques permettent d'identifier l'origine de la diffusion quelque soit l'échantillon étudié.

De plus, ces mesures ont mis en évidence que l'écart type du déphasage polarimétrique permet de caractériser la microstructure des échantillons. En effet, ce dernier varie avec la rugosité dans le cas d'une diffusion d'origine surfacique et avec les hétérogénéités dans le cas d'une diffusion par des volumes.

## III.3 APPLICATION À L'ÉTUDE DES COEFFICIENTS D'INTERCORRÉLATION DANS LES SYSTÈMES MULTICOUCHES

Les conditions de croissance des matériaux en couches minces sont l'une des clés pour l'obtention de performances irréprochables. En particulier les coefficients d'intercorrélation entre interfaces rugueuses régissent les phénomènes interférentiels des flux diffusés, que l'on peut exalter ou inhiber. Dans ce paragraphe, on montre comment la mesure du déphasage polarimétrique donne accès à une information fine sur la microstructure des filtres optiques.

### III.3.1 Profils de surface des multicouches

On souhaite utiliser le terme de phase  $\delta$  pour étudier le coefficient d'intercorrélation entre les différentes interfaces ou les différents volumes d'un système multicouche. On rappelle que les coefficients d'intercorrélation  $\alpha_{ij}$  sont définis par :

$$\gamma_{ij} = \alpha_{ij}\gamma_j = \frac{4\pi^2}{S}\tilde{h}_i\tilde{h}_j^* \text{ pour les surfaces} \quad (\text{III.31})$$

$$\gamma_{ij} = \alpha_{ij}\gamma_j = \frac{4\pi^2}{S}\tilde{p}_i\tilde{p}_j^* \text{ pour les volumes} \quad (\text{III.32})$$

avec  $\gamma_j$  le spectre de rugosité ou de permittivité de la couche  $j$ . Les coefficients  $\alpha_{ij}$  contrôlent le niveau d'interférence entre les ondes diffusées par les différentes interfaces ou volumes du composant. Ils sont donc liés à la cohérence mutuelle entre les différentes sources de diffusion. Par ailleurs cette cohérence mutuelle est régie par les phénomènes de croissance du composant multicouche, d'où un lien immédiat avec la caractérisation.

On considère tout d'abord un profil d'un échantillon de verre noir poli mesuré par profilométrie interférentielle. La mesure donne accès à une fenêtre de 300  $\mu\text{m}$  de côté avec un échantillonnage de 1024 x 1024 points. Une ligne du profil est représentée sur la figure [III.24](#).

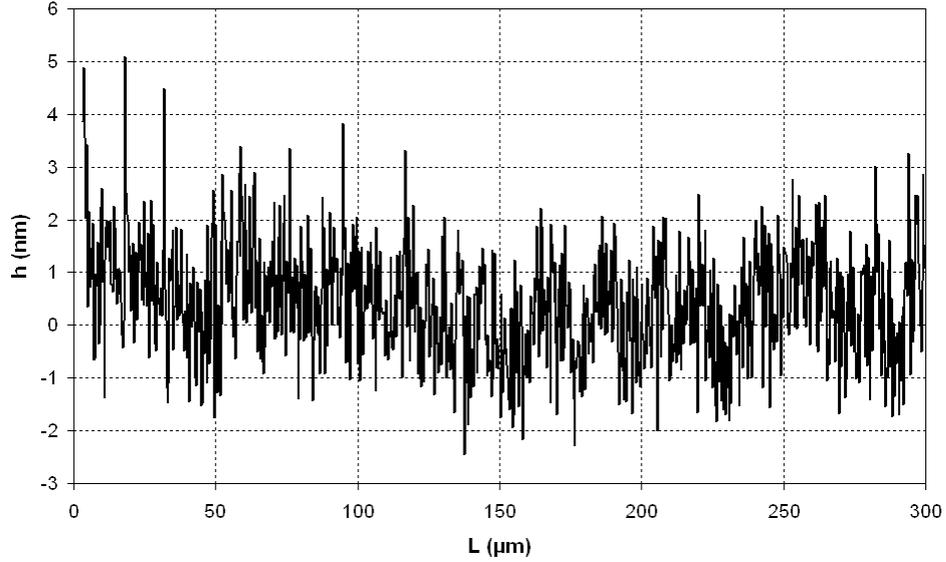


Figure III.24 : Profil mesuré au profilomètre interférentiel en lumière blanche pour un verre poli.

Ce profil est celui du substrat et est noté  $h_s$ . Les profils des différentes couches  $h_i$  sont construits à partir de celui-ci. On considère que chaque profil est parfaitement répliqué par les matériaux, compte tenu de la fenêtre fréquentielle mise en jeu [14]. Par ailleurs une composante aléatoire  $g$ , appelée abusivement grain s'ajoute à l'effet de réplification. Ainsi on peut écrire :

$$h_{p-1} = h_p + g = h_s + g \quad (\text{III.33})$$

$$h_{p-2} = h_{p-1} + g \dots \quad (\text{III.34})$$

Le grain  $g$  est modélisé par un bruit blanc normé, noté  $b$ , dont l'amplitude  $\epsilon_g$  peut varier.

$$g = \epsilon_g b. \quad (\text{III.35})$$

Une réalisation du bruit différente pour chaque couche mince est utilisée.

Pour simplifier, on considère ici que les interfaces sont rugueuses mais que l'on n'a pas d'hétérogénéités de volume. Les simulations numériques réalisées sont telles que la rugosité apportée par le grain vaut 1%, 10% ou 100% de la rugosité du substrat, soit :

$$\frac{R_g^2}{R_0^2} = \frac{\epsilon_g^2 R_b^2}{R_0^2} = 1\%, 10\%, 100\% \quad (\text{III.36})$$

avec  $R_g$  la rugosité du "grain", la rugosité du bruit blanc  $R_b = 0,3$ , celle du substrat  $R_0 = 30,5 \text{ \AA}$  et  $\epsilon_g$  choisi pour satisfaire l'égalité.

### III.3.2 Calcul du déphasage polarimétrique

Le déphasage polarimétrique est défini à partir du champ diffusé par :

$$\delta = \arg (E_s \bar{E}_p). \quad (\text{III.37})$$

Le champ diffusé par un système multicouche est la somme des champs diffusés par chaque couche. De plus, l'approximation du premier ordre permet d'écrire le champ comme le produit d'un terme  $C$  ne dépendant que des indices de réfraction, des conditions d'illumination et d'observation et d'un terme fonction de la microstructure du composant. Ainsi si on note  $\tilde{h}_i$  la transformée de Fourier du profil de la couche  $i$ , le champ diffusé par le multicouche pour chaque polarisation s'écrit :

$$E_s = \sum_i C_i^s \tilde{h}_i \quad (\text{III.38})$$

$$E_p = \sum_i C_i^p \tilde{h}_i \quad (\text{III.39})$$

et donc le déphasage polarimétrique est donné par :

$$\delta = \arg \left( \sum_{ij} C_i^s \bar{C}_j^p \tilde{h}_i \bar{\tilde{h}}_j \right). \quad (\text{III.40})$$

La relation III.40 montre que le déphasage polarimétrique est lié à la microstructure du multicouche, à travers les spectres des interfaces qui interviennent dans l'expression analytique. On peut donc s'attendre à observer des oscillations rapides du terme de phase dans le cas général. Cependant on peut s'intéresser au cas fréquemment rencontré dans l'expérience, où toutes les interfaces du multicouche sont identiques. Dans ces conditions, on obtient :

$$\delta = \arg \left[ \gamma_s \sum_{i,j} C_i^s \bar{C}_j^p \right] = \arg \left[ \sum_{i,j} C_i^s \bar{C}_j^p \right] \quad (\text{III.41})$$

avec  $\gamma_s = \gamma_i = \gamma_j$ .

Cette relation montre que pour un multicouche parfaitement corrélé, le terme de phase ne dépend plus de la microstructure des interfaces ; il présente en conséquence des variations lentes.

On va maintenant voir comment passer d'une situation extrême (interfaces corrélées) à l'autre (interfaces décorrélées), avec une attention particulière à la sensibilité du déphasage à toute décorrélation partielle.

### III.3.3 Résultats des simulations numériques

Pour les simulations numériques, on considère :

- une couche unique composée d'un matériau de haut indice et d'épaisseur optique  $\lambda/4$  ;
- un miroir composé de sept couches, alternativement de matériaux de haut et bas indices, et d'épaisseurs optiques  $\lambda/4$ .

La longueur d'onde d'éclairage est de 632,8 nm. Les couches bas indice sont composées de dioxyde de silicium et ont un indice de 1,48 ; les couches haut indice sont composées de dioxyde de titane et ont un indice de 2,25. Pour chaque empilement l'intensité diffusée et le déphasage polarimétrique sont calculés en incidence normale et oblique ( $56^\circ$ ).

### III.3.3.1 Couche unique de matériau haut indice

Sur les figures III.25 et III.26, les intensités diffusées par deux composants composés d'une couche déposée sur un substrat, éclairés en incidence normale et oblique ( $56^\circ$ ) sont représentées. Pour le premier, les rugosités du substrat et de la couche mince sont identiques. Pour le second, le rapport entre les rugosités du grain dû au dépôt de la couche et du substrat est de 100%. On constate que l'intensité diffusée par ces deux composants est différente, mais ne permet pas une discrimination nette des composants.

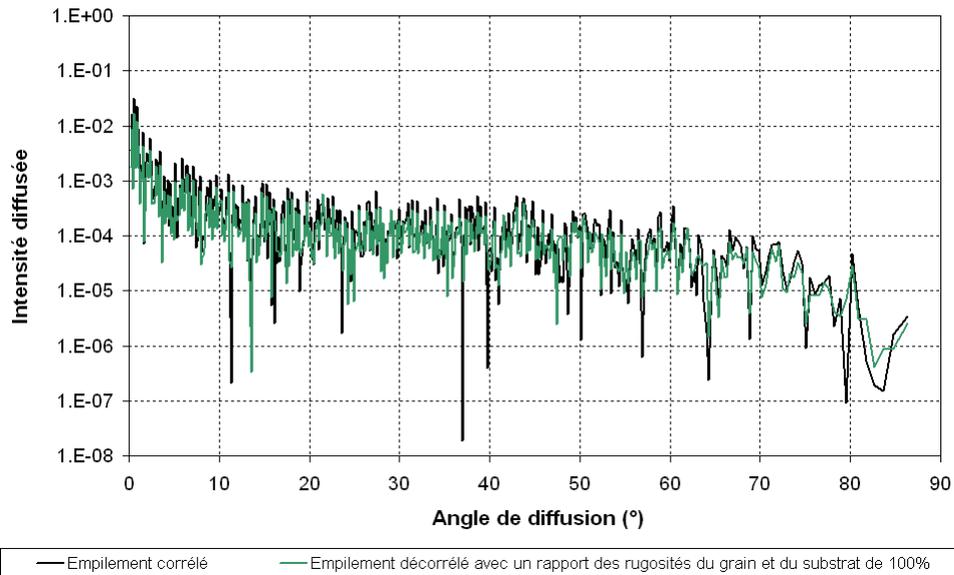


Figure III.25 : Intensité diffusée par une couche unique de haut indice éclairée en incidence normale, pour deux niveaux de corrélation différents.

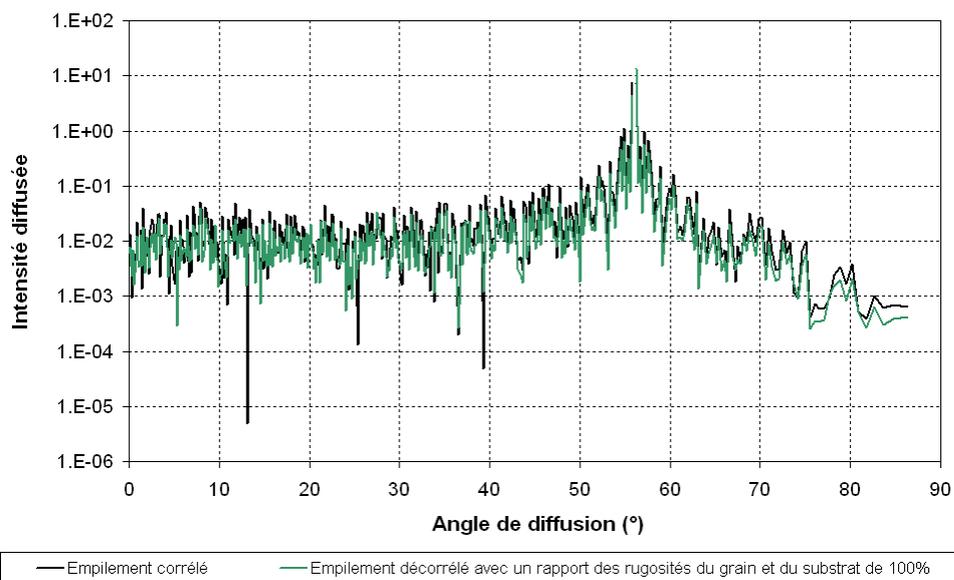


Figure III.26 : Intensité diffusée par une couche unique de haut indice éclairée en incidence oblique ( $56^\circ$ ), pour deux niveaux de corrélation différents.

Le déphasage polarimétrique a donc été calculé et les résultats, en incidence normale et oblique, sont donnés sur les figures III.27 et III.28, où différents niveaux de corrélation sont considérés.

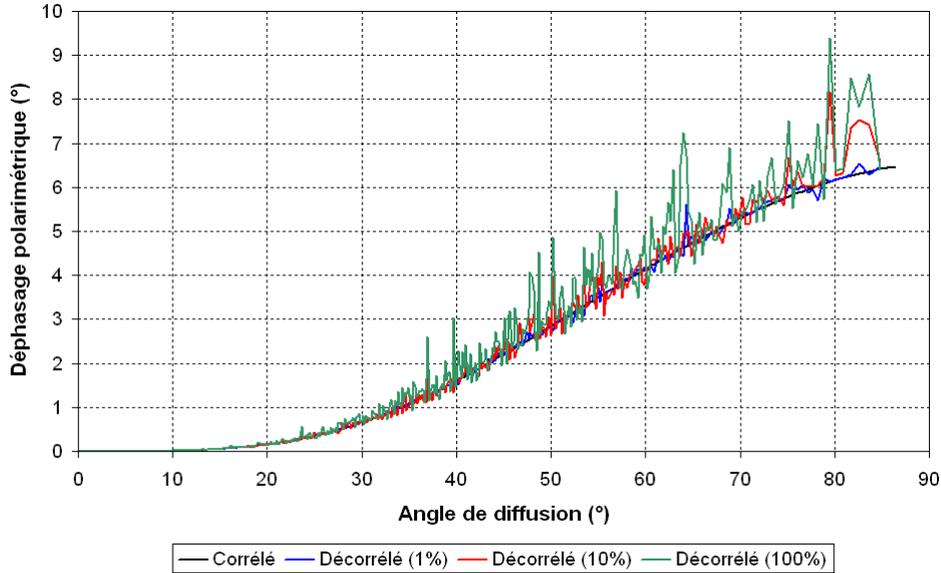


Figure III.27 : Déphasage polarimétrique pour une couche unique de haut indice éclairée en incidence normale, pour des niveaux de corrélation différents.

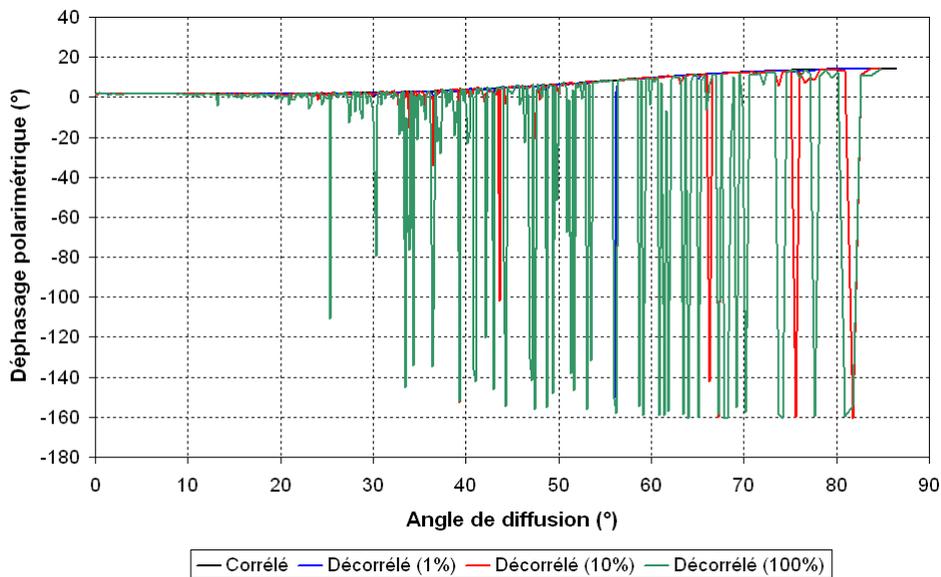


Figure III.28 : Déphasage polarimétrique pour une couche unique de haut indice éclairée en incidence oblique, pour des niveaux de corrélation différents.

On constate, comme prévu, que le déphasage polarimétrique est lisse pour une corrélation parfaite entre les interfaces. Par contre, quand la décorrélation croît, des oscillations apparaissent autour de la courbe obtenue pour une corrélation parfaite, avec une amplitude qui croît avec la décorrélation. On peut donc conclure

que contrairement à une mesure d'intensité, le terme de déphasage permet de détecter une faible décorrélation entre les interfaces. On remarque cependant que l'écart type des oscillations est faible en incidence normale, contrairement au cas de l'incidence oblique.

### III.3.3.2 Miroir composé de sept couches

Une étude similaire est présentée ici pour un miroir composé de sept couches. Les intensités diffusées par le composant lorsque les couches sont parfaitement corrélées, et lorsque le rapport des rugosités du grain et du substrat est de 100%, sont données sur la figure III.29 pour un éclairage en incidence normale et sur la figure III.30 pour une incidence de 56°. Comme précédemment, des différences sont observées mais elles ne permettent pas une caractérisation aisée de la décorrélation entre les interfaces.

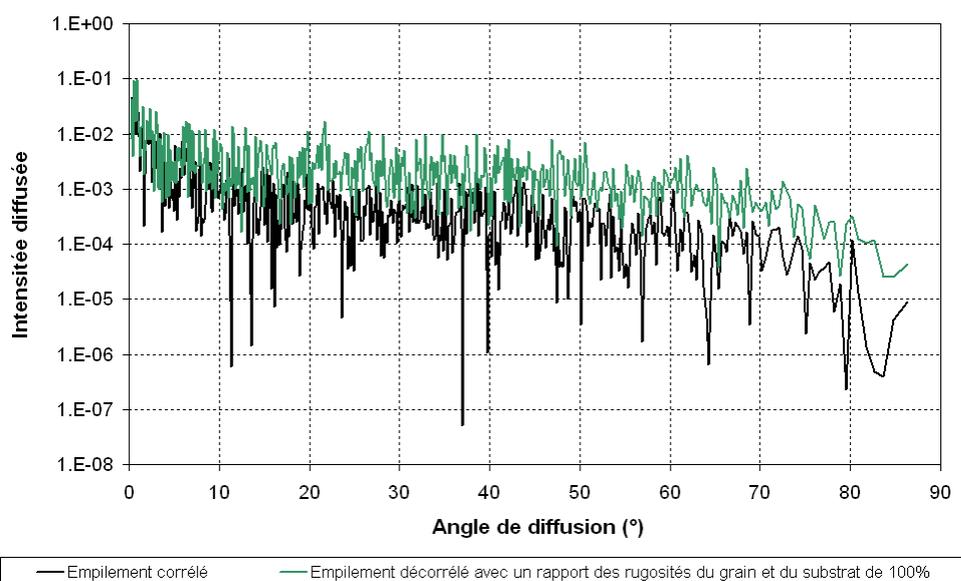


Figure III.29 : Intensité diffusée par un miroir composé de sept couches éclairé en incidence normale, pour des niveaux de corrélation différents.

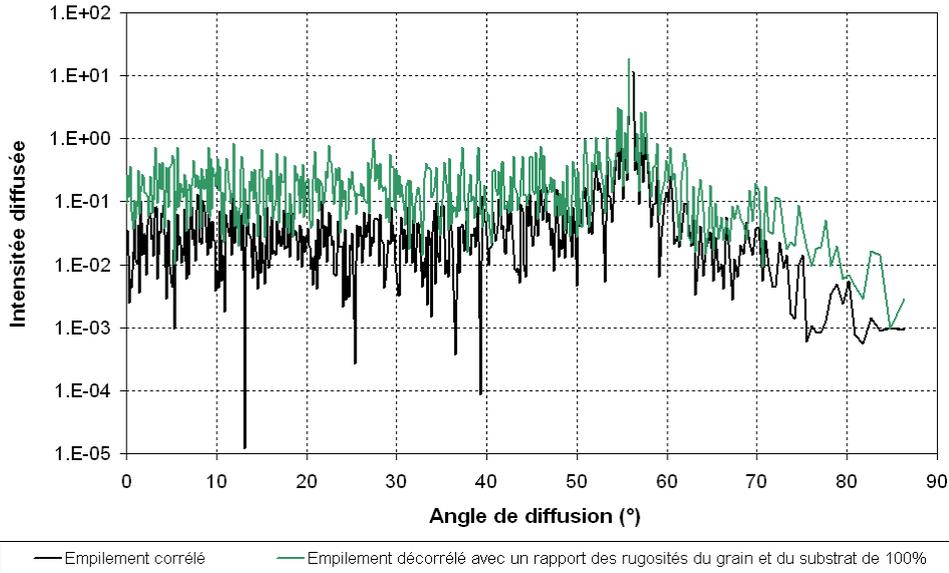


Figure III.30 : Intensité diffusée par un miroir composé de sept couches éclairé en incidence oblique, pour de niveaux de corrélation différents.

Les déphasages polarimétriques sont alors calculés pour différents niveaux de corrélation. Les résultats sont présentés sur les figures III.31 et III.32 et sont analogues à ceux présentés pour une couche unique.

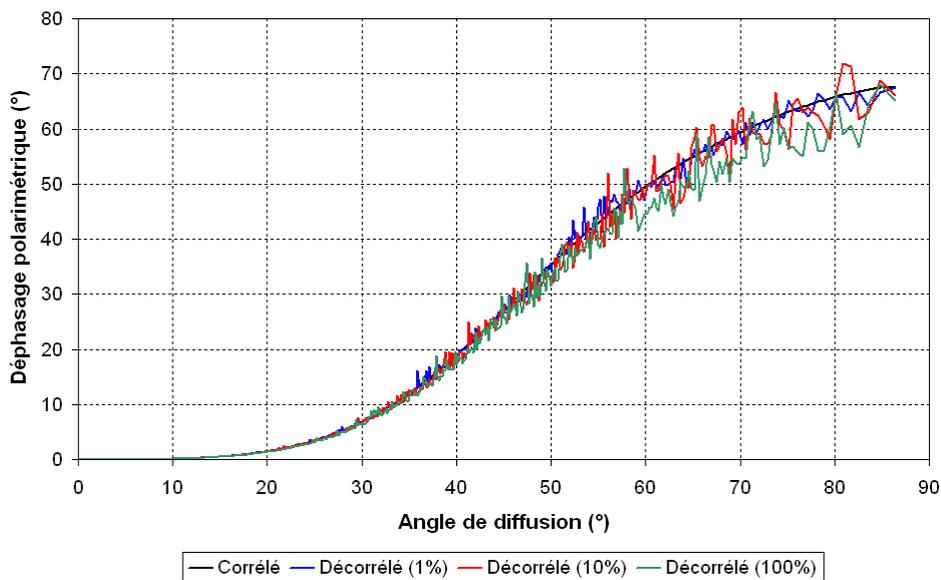


Figure III.31 : Déphasage polarimétrique pour un miroir composé de sept couches éclairé en incidence normale, pour des niveaux de corrélation différents.

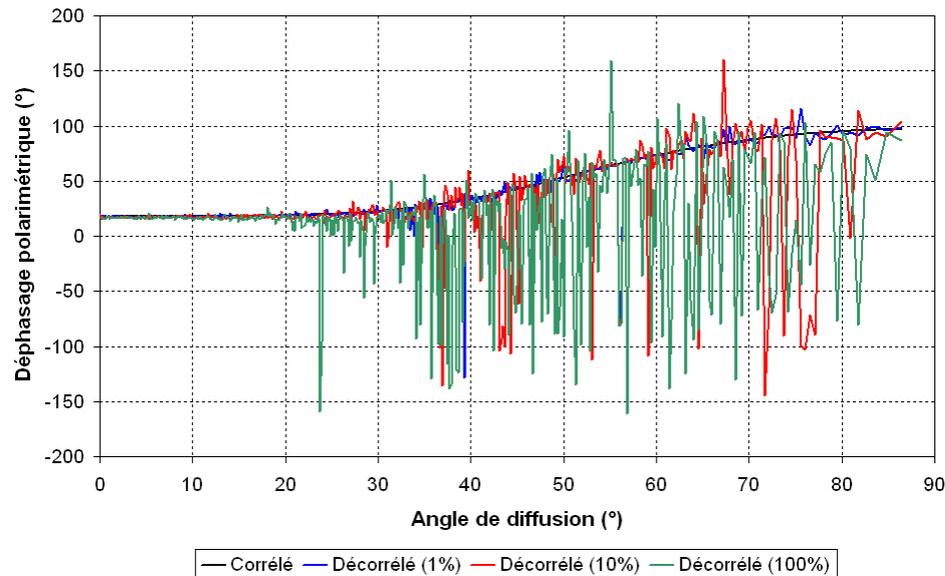


Figure III.32 : Déphasage polarimétrique pour un miroir composé de sept couches éclairé en incidence oblique, pour des niveaux de corrélation différents.

### III.3.4 Conclusion

Les résultats précédents montrent que le déphasage polarimétrique est lisse pour des empilements dont les couches sont parfaitement corrélées. Le déphasage commence à osciller à partir de faibles décorrélations, jusqu'à croître avec des amplitudes importantes pour les fortes décorrélations, comme le montre les figures III.33 et III.34 où sont représentés les états de polarisation sur la sphère de Poincaré pour les empilements précédents, éclairés avec une incidence de  $56^\circ$ , dans le cas où les interfaces sont corrélées et décorrélées avec un rapport des rugosités de 1% et de 100%.

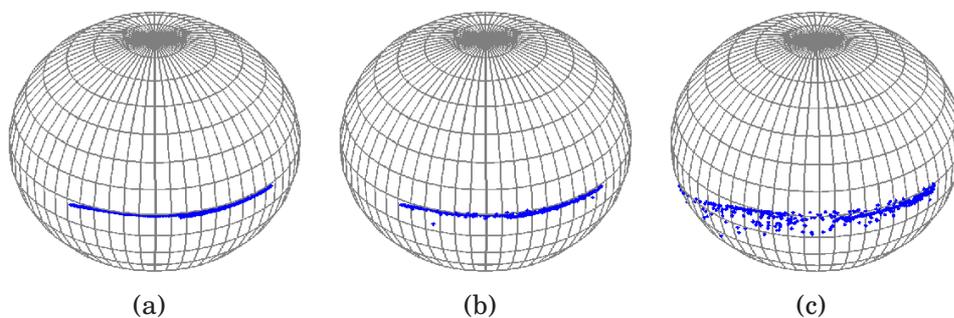


Figure III.33 : Représentation des états de polarisation sur la sphère de Poincaré pour une diffusion par une couche unique, déposée sur un substrat de verre et éclairée avec une incidence de  $56^\circ$ , pour des interfaces corrélées (a), pour des interfaces décorrélées avec un rapport des rugosités de 1% (b) et de 100% (c).

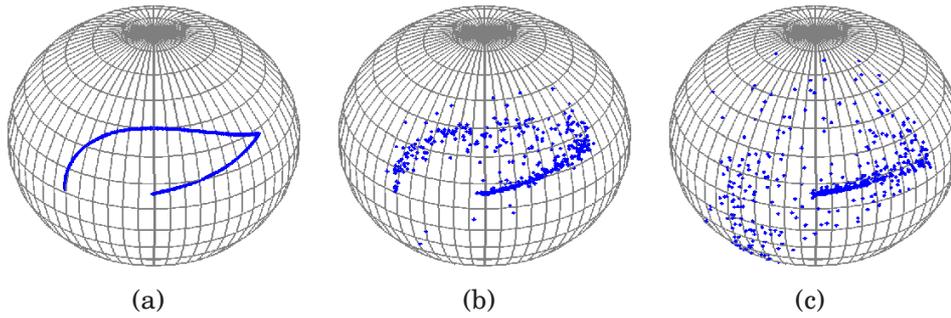


Figure III.34 : Représentation des états de polarisation sur la sphère de Poincaré pour une diffusion par un miroir composé de sept couches, déposés sur un substrat de verre et éclairés en incidence oblique ( $56^\circ$ ), pour des interfaces corrélées (a), pour des interfaces décorréliées avec un rapport des rugosités de 1% (b) et de 100% (c).

En effet, lorsque les interfaces sont corrélées, on a montré que le déphasage polarimétrique ne dépend pas de la microstructure des surfaces, il n'est fonction que des coefficients  $C$ . Or ces coefficients ne présentent pas de variations angulaires rapides et donc le déphasage polarimétrique est lisse. Par contre dans le cas d'une corrélation différente de l'unité, la topographie des interfaces intervient dans le calcul du déphasage polarimétrique. On en déduit donc qu'une faible décorrélation est responsable des oscillations observées. Plus précisément, ce sont les oscillations des spectres qui créent les oscillations du déphasage, en l'absence d'une corrélation parfaite.

On notera cependant que les effets d'intégration ou de convolution introduit par la mesure peuvent réduire la sensibilité du déphasage polarimétrique à la décorrélation.

# Chapitre IV

## *Annulation de la diffusion par interférences polarimétriques*

---

### Sommaire du chapitre IV

---

<b>IV.1 Principes élémentaires de l'annulation de la diffusion</b> . . . . .	<b>64</b>
IV.1.1 Cas général . . . . .	64
IV.1.2 Cas de la diffusion . . . . .	66
IV.1.3 Cas des objets faiblement diffusant . . . . .	67
<b>IV.2 Réalisation expérimentale</b> . . . . .	<b>70</b>
IV.2.1 Montage avec un déphaseur ajustable . . . . .	70
IV.2.2 Montage avec une lame quart d'onde . . . . .	72
IV.2.2.1 Lame quart d'onde placée avant l'échantillon . . . . .	73
IV.2.2.2 Lame quart d'onde placée après l'échantillon . . . . .	75
<b>IV.3 Applications numériques</b> . . . . .	<b>77</b>
IV.3.1 Diffusions surfacique et volumique par des substrats diélectriques . . . . .	77
IV.3.2 Diffusion par un composant multicouche . . . . .	79
IV.3.2.1 Diffusion surfacique et volumique par une couche mince unique . . . . .	79
IV.3.2.2 Diffusion surfacique et volumique par un miroir composé de sept couches . . . . .	81
<b>IV.4 Résultats expérimentaux</b> . . . . .	<b>82</b>
IV.4.1 Cas d'une surface rugueuse . . . . .	82
IV.4.2 Cas d'un liquide diffusant . . . . .	83
<b>IV.5 Sensibilité de l'annulation</b> . . . . .	<b>84</b>

---

Les chapitres précédents ont permis de montrer que la lumière diffusée était parfaitement polarisée dans le grain de speckle. Il est donc possible de l'annuler, comme dans le cas de flux spéculaires, à l'aide d'un montage élémentaire faisant intervenir des polariseurs et un retardateur. Toutefois pour la lumière diffusée, ces conditions dépendent de la microstructure de l'échantillon et des conditions d'observation. Par ailleurs, ces conditions peuvent varier rapidement avec l'angle de diffusion.

Dans ce chapitre, les conditions d'annulation de la diffusion pour différents types de composants et pour différents montages sont tout d'abord explicitées. Ces conditions sont différentes selon l'origine de la diffusion, ce qui permet une annulation sélective des flux diffusés. Dans ce chapitre, on s'intéresse particulièrement aux cas des faibles diffusions. Ainsi les conditions d'annulation varient lentement avec la direction d'observation et elles sont indépendantes de la microstructure des composants. Des résultats expérimentaux sont alors présentés pour des surfaces et des volumes diffusants, et révèlent un bon accord avec les prédictions théoriques.

## IV.1 PRINCIPES ÉLÉMENTAIRES DE L'ANNULATION DE LA DIFFUSION

### IV.1.1 Cas général

Comme on l'a vu pour l'ellipsomètre à annulation, il est toujours possible d'annuler une lumière polarisée. On considère donc une onde plane progressive et monochromatique, illustrée sur la figure IV.1.

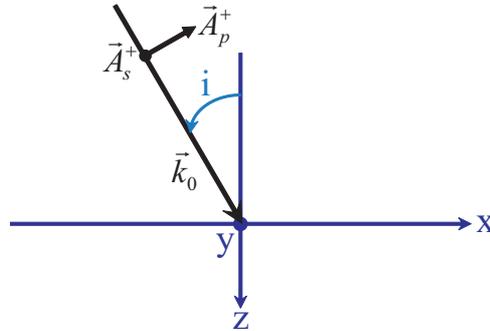


Figure IV.1 : Onde plane progressive polarisée.

Le champ peut s'écrire :

$$\vec{E}^+ = \left( \vec{A}_s^+ + \vec{A}_p^+ \right) e^{i\vec{k}_0 \vec{\rho}} \quad (\text{IV.1})$$

avec :

- $\vec{\rho} = (\vec{r}, z) = (x, y, z)$  le vecteur position ;
- $\vec{k}_0$  le vecteur d'onde, qui peut s'exprimer en fonction de l'angle d'incidence  $i_0$  et de l'indice du milieu  $n_0$  :

$$\vec{k}_0 = \frac{2\pi n_0}{\lambda} \begin{pmatrix} \sin i_0 \\ 0 \\ \cos i_0 \end{pmatrix} ; \quad (\text{IV.2})$$

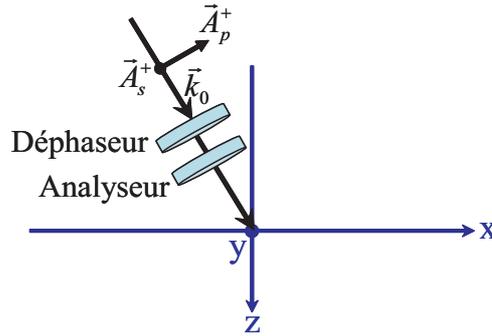
- $\vec{A}_s^+$  et  $\vec{A}_p^+$  les composantes s et p de l'onde qui s'écrivent, si  $\vec{s}$  et  $\vec{p}$  désignent les vecteurs unitaires des directions s et p :

$$\vec{A}_s^+ = |A_s^+| e^{i\eta_s} \vec{s} \quad (\text{IV.3})$$

$$\vec{A}_p^+ = |A_p^+| e^{i\eta_p} \vec{p}. \quad (\text{IV.4})$$

La polarisation est rectiligne si  $\Delta\eta = \eta_p - \eta_s = 0$ , et elliptique dans le cas général.

Un déphaseur puis un analyseur sont maintenant placés sur le faisceau, comme le montre la figure IV.2.



*Figure IV.2 : Schéma d'un déphaseur et d'un analyseur placés sur le faisceau.*

Après le déphaseur, le champ s'écrit :

$$\vec{A}^+ = \vec{A}_s^+ + \vec{A}_p^+ e^{i\Delta\eta^*} \quad (\text{IV.5})$$

avec  $\Delta\eta^* = \eta_p^* - \eta_s^*$  le déphasage introduit par le déphaseur. Après l'analyseur, le champ est projeté sur l'axe de l'analyseur qui fait un angle  $\psi$  avec la direction s. On obtient :

$$A''^+ = A_s^+ \cos \psi + A_p^+ \sin \psi e^{i\Delta\eta^*} \quad (\text{IV.6})$$

$$= \cos \psi [A_s^+ + A_p^+ \tan \psi e^{i\Delta\eta^*}]. \quad (\text{IV.7})$$

On note  $f$  la transformation définie par :

$$f(\vec{A}) = \cos \psi (A_s^+ + z A_p^+) \quad (\text{IV.8})$$

avec  $z$  le complexe arbitraire donné par :

$$z = \tan \psi e^{i\Delta\eta^*}. \quad (\text{IV.9})$$

$z$  décrit le plan complexe lorsque les paramètres de l'analyseur et du déphaseur varient. Le champ pourra donc être annulé si :

$$f(\vec{A}) = 0 \Leftrightarrow z = -\frac{A_s^+}{A_p^+} = -\left| \frac{A_s^+}{A_p^+} \right| e^{-i\Delta\eta}. \quad (\text{IV.10})$$

Les éléments optiques sont alors réglés à partir des équations :

$$\tan \psi = \left| \frac{A_s^+}{A_p^+} \right| > 0 \quad (\text{IV.11})$$

$$\Delta\eta^* = \pi + \arg \left( \frac{A_s^+}{A_p^+} \right) = \pi - \Delta\eta. \quad (\text{IV.12})$$

### IV.1.2 Cas de la diffusion

La méthode précédente est appliquée aux flux diffusés [53]. Le champ incident est décrit comme précédemment, il éclaire un échantillon d'indice moyen  $n_S$  (cf figure IV.3 (a)). On s'intéresse à une onde diffusée dans la direction  $(\theta, \phi)$ . Les composantes de polarisation de l'onde diffusée sont définies par rapport au plan contenant l'axe  $z$  et le vecteur d'onde diffusée (cf figure IV.3 (b)). Le champ diffusé s'écrit donc sous la forme :

$$\vec{A} = \left( \vec{A}_s + \vec{A}_p \right) e^{i\vec{k}\vec{\rho}}. \quad (\text{IV.13})$$

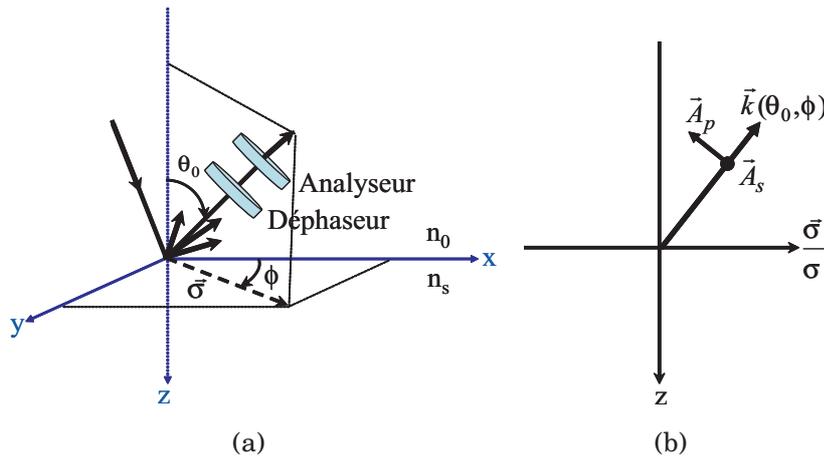


Figure IV.3 : Principe de l'annulation dans le cas de la diffusion (a) et composantes du champ (b).

On rappelle que la pulsation spatiale  $\vec{\sigma}$  est définie comme :

$$\vec{\sigma} = \frac{2\pi n_0}{\lambda} \sin \theta_0 \begin{pmatrix} \cos \phi \\ \sin \phi \end{pmatrix} \quad (\text{IV.14})$$

et que le vecteur d'onde du champ diffusé en réflexion s'écrit :

$$\vec{k}(\theta_0, \phi) = \begin{pmatrix} \vec{\sigma} \\ \sqrt{k_0^2 - \sigma^2} \end{pmatrix}. \quad (\text{IV.15})$$

En présence du déphaseur et de l'analyseur, on applique la transformation  $f$ . Comme précédemment, on peut annuler cette diffusion en réglant l'angle de l'analyseur  $\psi$  et le déphasage  $\Delta\eta^*$  pour obtenir :

$$z(\psi, \Delta\eta^*) = -\frac{A_s(\theta, \phi)}{A_p(\theta, \phi)}. \quad (\text{IV.16})$$

Cette condition est différente pour chaque angle de diffusion. Les solutions pour annuler la diffusion sont donc données pour chaque direction par les fonctions  $\psi(\theta, \phi)$  et  $\Delta\eta^*(\theta, \phi)$ . Dans le cas général, ces fonctions dépendent de la microstructure de l'objet diffusant qui n'est généralement pas connue. De plus, la complexité de la méthode va croître avec les dérivées  $\frac{\partial\psi(\theta, \phi)}{\partial\mu}$  et  $\frac{\partial\Delta\eta^*(\theta, \phi)}{\partial\mu}$ , avec  $\mu = \theta$  ou  $\phi$ . Toutefois dans le cas des théories perturbatives ou des échantillons faiblement diffusants, les résultats se simplifient comme montré dans la suite.

### IV.1.3 Cas des objets faiblement diffusant

Dans le cas des objets faiblement diffusant, les théories au premier ordre permettent d'écrire le champ diffusé comme le produit d'un terme  $C$  ne dépendant que des propriétés macroscopiques et des conditions expérimentales (polarisation, indices de réfraction...), et d'un terme lié à la transformée de Fourier du profil de surface pour une diffusion d'origine surfacique, ou du profil de permittivité pour une diffusion d'origine volumique [11, 12, 13]. Dans ce cas pour chaque polarisation, on a :

$$A_s^\pm(\theta, \phi) = A_{ss}^\pm(\theta, \phi) + A_{ps}^\pm(\theta, \phi) \quad (\text{IV.17})$$

$$A_p^\pm(\theta, \phi) = A_{pp}^\pm(\theta, \phi) + A_{sp}^\pm(\theta, \phi) \quad (\text{IV.18})$$

avec :

$$A_{ss}^\pm(\theta, \phi) = C_{ss}^\pm(\theta, \phi) g(\theta, \phi) A_s^\pm \quad (\text{IV.19})$$

$$A_{sp}^\pm(\theta, \phi) = C_{sp}^\pm(\theta, \phi) g(\theta, \phi) A_s^\pm \quad (\text{IV.20})$$

$$A_{ps}^\pm(\theta, \phi) = C_{ps}^\pm(\theta, \phi) g(\theta, \phi) A_p^\pm \quad (\text{IV.21})$$

$$A_{pp}^\pm(\theta, \phi) = C_{pp}^\pm(\theta, \phi) g(\theta, \phi) A_p^\pm \quad (\text{IV.22})$$

où  $g$  est la transformée de Fourier du profil de la surface, ou de la permittivité relative des inhomogénéités du volume et où les exposants + ou - désignent respectivement l'onde diffusée en transmission ou en réflexion.

Ces équations montrent que, dans la mesure où le terme de microstructure  $g$  peut être mis en facteur, dans le cas des substrats faiblement diffusant, les conditions d'annulation ne vont dépendre que des coefficients idéaux  $C(\theta, \phi)$ , et donc pas de la microstructure du composant :

$$\tan \psi(\theta, \phi) e^{i\Delta\eta^*(\theta, \phi)} = - \frac{C_{ss}^\pm(\theta, \phi) A_s^+ + C_{ps}^\pm(\theta, \phi) A_p^+}{C_{pp}^\pm(\theta, \phi) A_p^+ + C_{sp}^\pm(\theta, \phi) A_s^+} \quad (\text{IV.23})$$

$$= - \frac{C_{ss}^\pm(\theta, \phi) |A_s^+| e^{i\eta_s} + C_{ps}^\pm(\theta, \phi) |A_p^+| e^{i\eta_p}}{C_{pp}^\pm(\theta, \phi) |A_p^+| e^{i\eta_p} + C_{sp}^\pm(\theta, \phi) |A_s^+| e^{i\eta_s}}. \quad (\text{IV.24})$$

Ce résultat présente un intérêt notable puisque cela signifie que le réglage de l'analyseur et du déphaseur est indépendant de la topographie de surface ou des hétérogénéités de volume. On peut de plus s'attendre à des variations lentes de  $\psi(\theta, \phi)$  et de  $\Delta\eta^*(\theta, \phi)$ , comme montré par la suite.

On choisit ici d'avoir la même puissance incidente sur chaque polarisation, de sorte que  $|\vec{A}_s^+| = |\vec{A}_p^+|$ . La condition d'annulation s'écrit alors, avec  $\Delta\eta = \eta_p - \eta_s$  :

$$\tan \psi (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta^*(\theta, \phi)} = - \frac{C_{ss}^\pm (\theta, \phi) + C_{ps}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta}}{C_{pp}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta} + C_{sp}^\pm (\theta, \phi)}. \quad (\text{IV.25})$$

L'équation IV.25 nous permet de déduire deux conditions, une sur le module et l'autre sur l'argument :

$$\tan \psi (\theta, \phi) = \left| \frac{C_{ss}^\pm (\theta, \phi) + C_{ps}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta}}{C_{pp}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta} + C_{sp}^\pm (\theta, \phi)} \right| > 0 \quad (\text{IV.26})$$

$$\Delta\eta^* (\theta, \phi) = \pi + \text{Arg} \left[ \frac{C_{ss}^\pm (\theta, \phi) + C_{ps}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta}}{C_{pp}^\pm (\theta, \phi) e^{i\Delta\eta} + C_{sp}^\pm (\theta, \phi)} \right]. \quad (\text{IV.27})$$

Les deux équations IV.26 et IV.27 permettent ainsi de définir une condition d'annulation dans chaque direction de l'espace et pour chaque source de diffusion (notamment pour les diffusions surfacique et volumique).

On remarque également qu'en incidence normale ( $i_0 = 0$ ), les variables  $\theta$  et  $\phi$ , respectivement angle azimutal et angle polaire, se séparent [12] :

$$C_{ss} (\theta, \phi) = \cos \phi C_s (\theta) \quad (\text{IV.28})$$

$$C_{pp} (\theta, \phi) = \cos \phi C_p (\theta) \quad (\text{IV.29})$$

$$C_{ps} (\theta, \phi) = \sin \phi C_s (\theta) \quad (\text{IV.30})$$

$$C_{sp} (\theta, \phi) = \sin \phi C_p (\theta). \quad (\text{IV.31})$$

Dans ce cas, les conditions d'annulation se simplifient encore :

$$\tan \psi (\theta, \phi) = \left| \frac{C_s (\theta) [\cos \phi + \sin \phi e^{i\Delta\eta}]}{C_p (\theta) [\cos \phi e^{i\Delta\eta} + \sin \phi]} \right| \quad (\text{IV.32})$$

$$\Delta\eta^* (\theta, \phi) = \pi + \text{Arg} \left[ \frac{C_s (\theta) [\cos \phi + \sin \phi e^{i\Delta\eta}]}{C_p (\theta) [\cos \phi e^{i\Delta\eta} + \sin \phi]} \right]. \quad (\text{IV.33})$$

Enfin pour un éclairage incident polarisé rectiligne ( $\Delta\eta = 0$ ), on obtient :

$$\tan \psi (\theta, \phi) = \left| \frac{C_s (\theta)}{C_p (\theta)} \right| \quad (\text{IV.34})$$

$$\Delta\eta^* (\theta, \phi) = \pi + \text{Arg} \left[ \frac{C_s (\theta)}{C_p (\theta)} \right]. \quad (\text{IV.35})$$

Les conditions d'annulation, pour un éclairage polarisé rectiligne et en incidence normale, ne dépendent plus de l'angle polaire. On a donc un cône sur lequel l'annulation a lieu pour les mêmes conditions.

On note aussi que si le déphaseur avait été placé sur le faisceau incident, comme le montre la figure IV.4, l'équation IV.24 aurait été remplacée par :

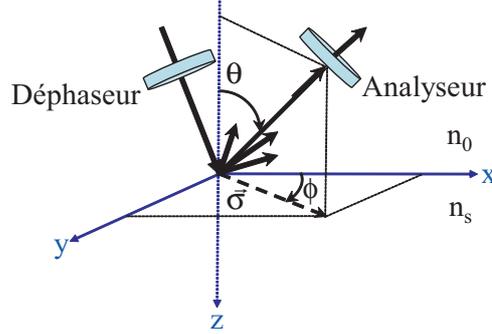
$$\tan \psi = - \frac{C_{ss} (\theta, \phi) + C_{ps} (\theta, \phi) e^{i\Delta\delta(\theta, \phi)}}{C_{pp} (\theta, \phi) e^{i\Delta\delta(\theta, \phi)} + C_{sp} (\theta, \phi)} \quad (\text{IV.36})$$

avec :

$$\Delta\delta(\theta, \phi) = \Delta\eta + \Delta\eta^*(\theta, \phi) \quad (\text{IV.37})$$

$\Delta\eta^*$  étant le déphasage introduit. On en déduit donc :

$$e^{i\Delta\delta(\theta, \phi)} = -\frac{C_{ss}(\theta, \phi) + C_{sp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi)}{C_{pp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi) + C_{ps}(\theta, \phi)}. \quad (\text{IV.38})$$



*Figure IV.4 : Schéma pour annuler la diffusion dans le cas où le déphaseur est placé sur le faisceau incident.*

Ce qui nous donne une condition sur le module et l'argument :

$$\Delta\delta(\theta, \phi) = \pi + \text{Arg} \left( \frac{C_{ss}(\theta, \phi) + C_{sp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi)}{C_{pp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi) + C_{ps}(\theta, \phi)} \right) \quad (\text{IV.39})$$

$$1 = \left| \frac{C_{ss}(\theta, \phi) + C_{sp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi)}{C_{pp}(\theta, \phi) \tan \psi(\theta, \phi) + C_{ps}(\theta, \phi)} \right|. \quad (\text{IV.40})$$

Ces deux équations ne permettent pas de définir les deux fonctions  $\psi(\theta, \phi)$  et  $\Delta\eta^*(\theta, \phi)$  indépendamment l'une de l'autre. On choisit donc de placer le déphaseur sur l'onde diffusée et pas sur le faisceau incident. Cependant lorsque l'on n'a pas de polarisations croisées, c'est à dire si  $C_{sp} = C_{ps} = 0$ , et pour un éclairage incident rectiligne, on retrouve les mêmes conditions d'annulation, que le déphaseur soit placé sur les faisceaux incident ou diffusé.

Pour la suite, un éclairage incident polarisé rectilignement à  $45^\circ$  sera utilisé et donc :

$$\Delta\eta = \eta_p - \eta_s = 0 \quad (\text{IV.41})$$

avec :

$$|A_s^+| = |A_p^+|. \quad (\text{IV.42})$$

De plus les mesures et les simulations numériques seront réalisées dans le plan d'incidence ( $\phi = 0$ ).

Il est important de noter que les valeurs d'annulation dépendent de coefficients liés à l'origine de la diffusion. Elles sont donc différentes pour des surfaces ou des volumes diffusants, ce qui permettra de les annuler sélectivement.

## IV.2 RÉALISATION EXPÉRIMENTALE

### IV.2.1 Montage avec un déphaseur ajustable

Le premier montage possible pour annuler la diffusion est issu directement de la théorie présentée au paragraphe IV.1.3. Il consiste à éclairer un échantillon par une lumière polarisée rectilignement à  $45^\circ$  (afin d'avoir  $|\vec{A}_s^+| = |\vec{A}_p^+|$  et  $\Delta\eta = 0$ ). Sur le trajet de l'onde diffusée, on place un déphaseur et un analyseur. Le champ résultant est imagé sur une caméra CCD. Ce dispositif est représenté sur la figure IV.5.

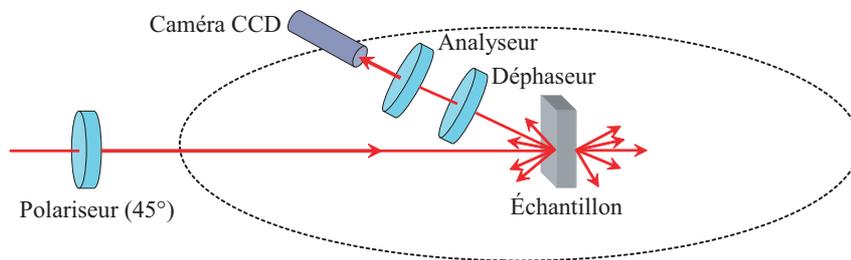


Figure IV.5 : Schéma du dispositif expérimental avec un déphaseur ajustable.

La caméra est une matrice CCD de  $1280 \times 1024$  pixels. Chaque pixel est un carré de côté  $5,2 \mu\text{m}$ . Elle permet une dynamique de 60 dB. Les images sont codées sur 8 bits, 256 niveaux de gris sont donc accessibles. Un objectif télécentrique permet d'imager l'échantillon. Cet objectif a un grandissement de 0,25 et permet donc d'imager une zone de  $26,6 \times 21,1 \text{ mm}^2$ . Le plan imagé sur la caméra CCD est à 160 mm de l'objectif. L'intérêt d'utiliser un objectif télécentrique est que la pupille d'entrée est rejetée à l'infini. Ainsi pour un angle de diffusion donné, quasiment seuls les champs diffusés avec cet angle sont imagés sur la caméra.

Pour le déphaseur, plusieurs choix sont possibles :

- une cellule de Pockels a tout d'abord été étudiée. L'effet Pockels a lieu dans des cristaux anisotropes. Sous l'effet d'un champ électrique, une biréfringence est induite dans le cristal. Cette biréfringence est proportionnelle au champ électrique appliqué et à la longueur du cristal. L'effet Pockels nécessite l'application de haute tension. Il est très utilisé pour la modulation électro-optique de la phase ou de l'intensité de la lumière, notamment pour les systèmes de communications.

La cellule considérée ici est un cristal de niobate de lithium ( $\text{LiNbO}_3$ ) de section carrée de 9 mm de côté et de 50 mm de longueur. La cellule est utilisée en configuration transversale, c'est à dire que le champ appliqué est perpendiculaire au faisceau lumineux traversant le cristal, comme le montre la figure IV.6.

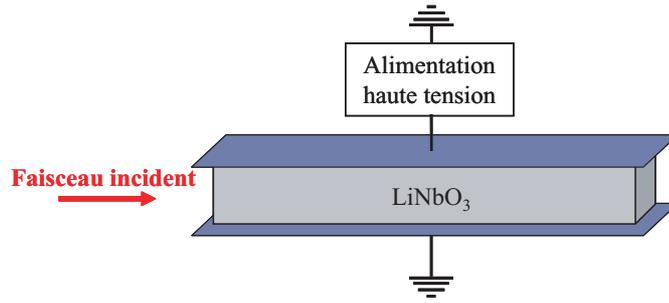


Figure IV.6 : Schéma d'une cellule à effet Pockels en configuration transversale.

La tension demi-onde pour laquelle on observe un déphasage du champ de  $\pi$  est théoriquement de 750 V. Pour une cellule de Pockels placée entre polariseur et analyseur croisés, l'intensité transmise, normée par l'intensité incidente, est donnée par la courbe théorique de la figure IV.7.

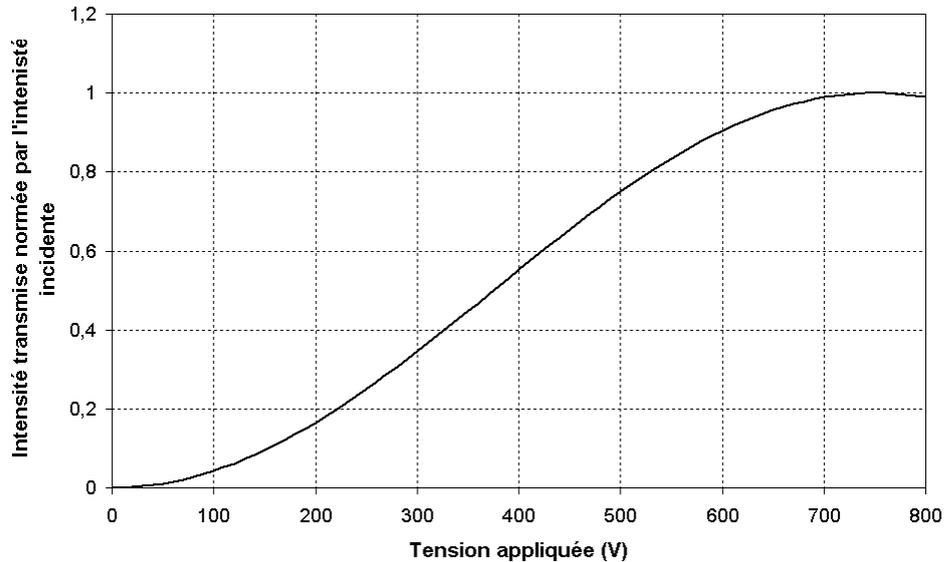


Figure IV.7 : Intensité transmise, normée par l'intensité incidente, par une cellule de Pockels placée entre polariseur et analyseur croisés.

Malheureusement les tests effectués sur cette cellule n'ont pas permis d'avoir accès à un déphasage s'étalant de 0 à  $\pi$ , de sorte que d'autres composants ont été considérés ;

- un retardateur à cristaux liquides a ensuite été étudié. Il est composé de cristaux liquides nématiques. Ces molécules ont une forme allongée et de part leur symétrie, elles constituent des milieux anisotropes uniaxes et possèdent une propriété de biréfringence. Cette dernière peut être contrôlée par l'application d'un champ électrique. Lorsqu'aucune tension n'est appliquée, les molécules sont parallèles à la surface et le déphasage introduit est maximum. Lorsqu'une tension est appliquée perpendiculairement à la surface, les molécules s'alignent sur le champ électrique et le déphasage diminue, comme illustré sur la figure IV.8.

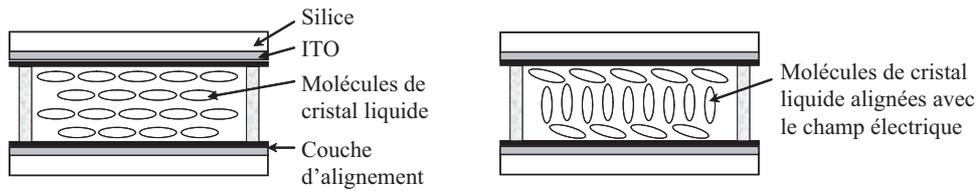


Figure IV.8 : Schéma d'une cellule à cristaux liquides nématiques : à gauche aucun champ n'est appliqué et à droite un champ est appliqué de manière à obtenir un retard minimum. La tension est appliquée entre deux électrodes transparentes d'ITO (Indium Tin Oxide). Les molécules de cristaux liquides et les électrodes sont maintenues entre deux lames de silice.

La courbe fournie par le constructeur donnant le retard introduit en fonction de la tension appliquée est donnée sur la figure IV.9, pour une longueur d'onde de 632,8 nm.

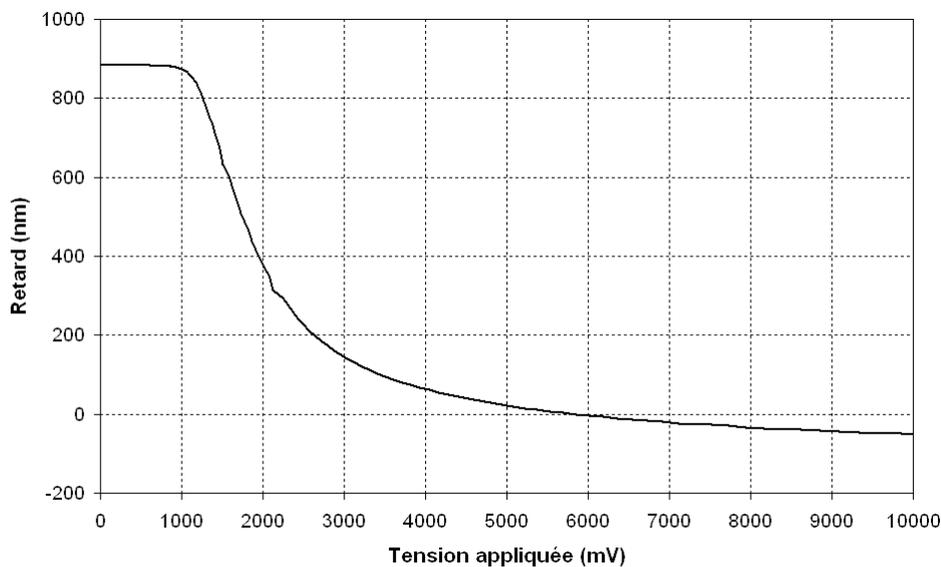


Figure IV.9 : Retard introduit par le retardateur à cristaux liquides en fonction de la tension appliquée.

Toutefois et comme pour la cellule de Pockels, les tests effectués sur ce retardateur n'ont pas donné satisfaction.

Pour le choix du déphaseur, il existe également des systèmes composés de deux lames quart d'onde et d'une lame demi-onde tournantes. La première lame quart d'onde transforme la polarisation elliptique en polarisation linéaire. La deuxième lame demi-onde fait tourner la polarisation linéaire. La dernière lame quart d'onde transforme la polarisation linéaire en une nouvelle polarisation elliptique que l'on peut contrôler. Ce système n'a pas été utilisé puisque pour cette application, on souhaite avant l'analyseur une polarisation linéaire afin de l'annuler. Une seule lame quart d'onde est donc suffisante. Un tel montage est décrit au paragraphe suivant.

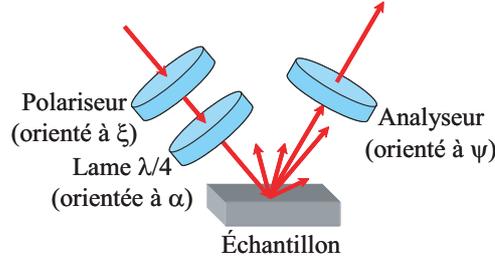
## IV.2.2 Montage avec une lame quart d'onde

Il est également possible de revenir au principe du compensateur pour annuler la diffusion, comme pour l'ellipsomètre à annulation dont le principe a été présenté

au paragraphe III.1.1.1 du chapitre III. On choisit comme compensateur une lame quart d'onde. Celle-ci peut être placée avant ou après l'échantillon.

#### IV.2.2.1 Lame quart d'onde placée avant l'échantillon

On considère le montage présenté sur la figure IV.10. Un polariseur et une lame quart d'onde, faisant respectivement un angle  $\xi$  et  $\alpha$  avec la direction  $\vec{s}$  sont placés sur le faisceau incident. Un analyseur, faisant un angle  $\psi$  avec la direction  $\vec{s}$ , est placé sur le flux diffusé.



*Figure IV.10 : Montage d'un ellipsomètre à annulation.*

La diffusion par l'échantillon est décrite pour chaque polarisation par un coefficient de diffusion complexe noté :

$$\nu_{ss} = \sqrt{N_{ss}} e^{i\delta_{ss}} \quad (\text{IV.43})$$

$$\nu_{pp} = \sqrt{N_{pp}} e^{i\delta_{pp}} \quad (\text{IV.44})$$

$$\nu_{sp} = \sqrt{N_{sp}} e^{i\delta_{sp}} \quad (\text{IV.45})$$

$$\nu_{ps} = \sqrt{N_{ps}} e^{i\delta_{ps}}. \quad (\text{IV.46})$$

On peut montrer que le champ après l'analyseur sera nul si :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}} e^{i\delta_{ss}} + \sqrt{N_{sp}} e^{i\delta_{sp}} \tan \psi}{\sqrt{N_{ps}} e^{i\delta_{ps}} + \sqrt{N_{pp}} e^{i\delta_{pp}} \tan \psi} = -\frac{\tan \alpha - i \tan(\alpha - \xi)}{1 + i \tan(\alpha - \xi) \tan \alpha}. \quad (\text{IV.47})$$

Dans le cas où il n'y a pas de polarisations croisées après diffusion, c'est à dire si  $\sqrt{N_{sp}} = \sqrt{N_{ps}} = 0$ , l'équation IV.47 s'écrit :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}} e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}} e^{i\delta_{pp}} \tan \psi} = -\frac{\tan \alpha - i \tan(\alpha - \xi)}{1 + i \tan(\alpha - \xi) \tan \alpha}. \quad (\text{IV.48})$$

Cette relation peut, comme pour le cas du montage avec le déphaseur, être décrite par une fonction  $f'$  définie par :

$$f'(\vec{A}) = A_{ss} + z' A_{pp} \quad (\text{IV.49})$$

où  $A_{ss}$  et  $A_{pp}$  sont les amplitudes complexes du champ et  $z'$  est le complexe défini par :

$$z' = \tan \psi \frac{\tan \alpha - i \tan(\alpha - \xi)}{1 + i \tan(\alpha - \xi) \tan \alpha}. \quad (\text{IV.50})$$

Le diffusion donc sera nulle si  $f'(\vec{A}) = 0$ .

Dans l'équation IV.47, on a trois paramètres pour satisfaire l'égalité avec les deux paramètres  $\sqrt{N_{ss}}/\sqrt{N_{pp}}$  et  $\delta_{ss} - \delta_{pp}$ . On peut donc fixer un des angles. Si  $\alpha = \frac{\pi}{4}$ , l'équation IV.47 se simplifie et on a :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}}} = -\tan\psi \frac{1 - i \tan\left(\frac{\pi}{4} - \xi\right)}{1 + i \tan\left(\frac{\pi}{4} - \xi\right)}, \quad (\text{IV.51})$$

d'où :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}}} = -\tan\psi e^{-2i\left(\frac{\pi}{4} - \xi\right)}, \quad (\text{IV.52})$$

qu'il est possible de relier aux paramètres ellipsométriques  $\rho$  et  $\delta$  (définis dans l'équation III.20) :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}}} = \rho e^{i\delta}. \quad (\text{IV.53})$$

Deux couples  $(\psi, \xi)$  satisfont alors les équations et sont solutions de :

$$\rho e^{i\delta} = \tan(\psi_1) e^{i\left(\frac{\pi}{2} + 2\xi_1\right)} \text{ ou } \rho e^{i\delta} = \tan(\pi - \psi_2) e^{i\left(-\frac{\pi}{2} + 2\xi_2\right)}. \quad (\text{IV.54})$$

Et ainsi quand on identifie les parties réelle et imaginaire :

$$\psi_1 = \arctan \rho \quad (\text{IV.55})$$

$$\xi_1 = \frac{\delta}{2} - \frac{\pi}{4} \quad (\text{IV.56})$$

ou

$$\psi_2 = \pi - \arctan \rho \quad (\text{IV.57})$$

$$\xi_2 = \frac{\delta}{2} + \frac{\pi}{4}. \quad (\text{IV.58})$$

Pour simplifier, dans la suite, uniquement le couple  $(\psi_1, \xi_1)$  sera considéré.

En fixant la lame quart d'onde à 45°, on peut donc utiliser la rotation des polariseur et analyseur pour éteindre la diffusion.

Dans le cas des composants faiblement diffusant, les angles du polariseur et de l'analyseur sont alors donnés par :

$$\psi = \arctan \left| \frac{C_{ss}^{\pm}(\theta, \phi)}{C_{pp}^{\pm}(\theta, \phi)} \right| \quad (\text{IV.59})$$

$$\xi = \frac{1}{2} \arg \left( \frac{C_{ss}^{\pm}(\theta, \phi)}{C_{pp}^{\pm}(\theta, \phi)} \right) - \frac{\pi}{4}. \quad (\text{IV.60})$$

### IV.2.2.2 lame quart d'onde placée après l'échantillon

On considère le montage présenté sur la figure IV.11. Dans ce cas, un polariseur est placé sur le faisceau incident et une lame quart d'onde et un analyseur sont placés sur le flux diffusé.

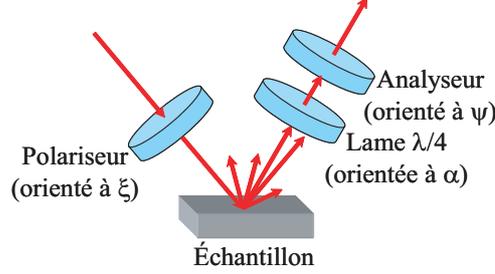


Figure IV.11 : Montage d'un ellipsomètre à annulation dans une autre configuration.

On peut montrer que dans ce cas le champ après l'analyseur sera nul si :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}} + \sqrt{N_{ps}}e^{i\delta_{ps}} \tan \xi}{\sqrt{N_{sp}}e^{i\delta_{sp}} + \sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}} \tan \xi} = -\frac{\tan \alpha - i \tan (\alpha - \psi)}{1 + i \tan \alpha \tan (\alpha - \psi)}. \quad (\text{IV.61})$$

Dans le cas où les termes de polarisations croisées sont nuls, c'est à dire si  $\sqrt{N_{sp}} = \sqrt{N_{ps}} = 0$ , l'équation IV.61 s'écrit :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}} \tan \xi} = -\frac{\tan \alpha - i \tan (\alpha - \psi)}{1 + i \tan (\alpha - \psi) \tan \alpha}. \quad (\text{IV.62})$$

Comme précédemment, cette relation peut être modélisée comme le zéro d'une fonction  $f''$  définie par :

$$f''(\vec{A}) = A_{ss} + z''A_{pp} \quad (\text{IV.63})$$

où  $A_{ss}$  et  $A_{pp}$  sont les amplitudes complexes du champ et  $z''$  est le complexe défini par :

$$z'' = \tan \xi \frac{\tan \alpha - i \tan (\alpha - \psi)}{1 + i \tan (\alpha - \psi) \tan \alpha}. \quad (\text{IV.64})$$

Comme précédemment, on peut fixer un des angles, et si  $\alpha = \frac{\pi}{4}$ , l'équation IV.61 se simplifie et s'écrit :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}}} = -\tan \xi \frac{1 - i \tan \left(\frac{\pi}{4} - \psi\right)}{1 + i \tan \left(\frac{\pi}{4} - \psi\right)}, \quad (\text{IV.65})$$

d'où :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{pp}}e^{i\delta_{pp}}} = -\tan \xi e^{-2i\left(\frac{\pi}{4} - \psi\right)} \quad (\text{IV.66})$$

$$= \tan \xi e^{i\left(\frac{\pi}{2} + 2\psi\right)}, \quad (\text{IV.67})$$

qu'il est possible d'écrire en fonction des paramètres ellipsométriques  $\rho$  et  $\delta$  définis par :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{ss}}}{\sqrt{N_{ss}}e^{i\delta_{pp}}} = \rho e^{i\delta}. \quad (\text{IV.68})$$

Comme pour le cas précédent deux couples  $(\xi, \psi)$  permettent d'annuler la diffusion :

$$\rho e^{i\delta} = \tan(\xi_1) e^{i(\frac{\pi}{2}+2\psi_1)} \text{ ou } \rho e^{i\delta} = \tan(\pi - \xi_2) e^{i(-\frac{\pi}{2}+2\psi_2)}. \quad (\text{IV.69})$$

Et en identifiant les parties réelles et imaginaires, les solutions sont données par :

$$\xi_1 = \arctan \rho \quad (\text{IV.70})$$

$$\psi_1 = \frac{\delta}{2} - \frac{\pi}{4} \quad (\text{IV.71})$$

ou

$$\xi_2 = \pi - \arctan \rho \quad (\text{IV.72})$$

$$\psi_2 = \frac{\delta}{2} + \frac{\pi}{4}. \quad (\text{IV.73})$$

Dans la suite pour simplifier, on ne considérera que le couple  $(\xi_1, \psi_1)$ .

Dans le cas des composants faiblement diffusant, les angles du polariseur et de l'analyseur sont donnés par :

$$\xi = \arctan \left| \frac{C_{ss}^{\pm}(\theta, \phi)}{C_{pp}^{\pm}(\theta, \phi)} \right| \quad (\text{IV.74})$$

$$\psi = \frac{1}{2} \arg \left( \frac{C_{ss}^{\pm}(\theta, \phi)}{C_{pp}^{\pm}(\theta, \phi)} \right) - \frac{\pi}{4}. \quad (\text{IV.75})$$

On remarque donc que lorsque la lame quart d'onde est placé après l'échantillon, on obtient des résultats symétriques de ceux obtenus lorsque celle-ci est placé avant l'échantillon. On remarque que, dans le cas du montage avec un déphaseur réglable, les résultats obtenus lorsque celui-ci est placé avant ou après l'échantillon ne sont pas symétriques. En effet, dans le cas de ce montage, le polariseur placé sur le faisceau incident est fixé à  $45^\circ$  afin d'obtenir la même intensité dans les deux directions de polarisation. Mais si on choisit un angle du polariseur quelconque, on obtient également des résultats symétriques dans lesquels les rôles du polariseur et de l'analyseur sont inversés.

Les résultats précédents sont valables lorsque la lame quart d'onde est orientée à  $45^\circ$  de la direction s. Il est cependant possible de choisir de ne pas fixer cette valeur. Les conditions d'annulation sont, en effet, données par les relations [IV.47](#) et [IV.61](#) dans lesquelles chaque angle est quelconque. Dans le cas où l'angle  $\alpha$  est fixé à  $45^\circ$ , les équations se simplifient et permettent une expression simple des paramètres ellipsométriques. On choisit donc d'étudier cette configuration particulière.

### IV.3 APPLICATIONS NUMÉRIQUES

À partir des équations précédentes, des simulations numériques ont permis d'évaluer les valeurs des paramètres annulant la diffusion de différents types d'échantillons et dans diverses conditions expérimentales.

Pour ces simulations, on considère tout d'abord des échantillons faiblement diffusant. De plus on se limite à l'observation dans le plan d'incidence ( $\phi = 0$ ) pour lequel on n'observe pas de polarisation croisée (c'est à dire  $A_{sp} = A_{ps} = 0$ ). Dans ce cas les conditions d'annulation s'écrivent :

- pour le montage avec un déphaseur et un analyseur :

$$\psi(\theta) = \arctan \left| \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right| \quad (\text{IV.76})$$

$$\Delta\eta^*(\theta) = \pi + \text{Arg} \left[ \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right] \quad (\text{IV.77})$$

$\psi$  étant l'angle de rotation de l'analyseur et  $\Delta\eta^*$  le déphasage introduit par le retardateur ;

- pour le montage avec une lame quart d'onde placée avant l'échantillon :

$$\psi = \arctan \left| \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right| \quad (\text{IV.78})$$

$$\xi = \frac{1}{2} \arg \left( \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right) - \frac{\pi}{4} \quad (\text{IV.79})$$

$\psi$  étant l'angle de rotation de l'analyseur,  $\xi$  celui du polariseur et la lame quart d'onde est orientée à  $45^\circ$  de la direction s ;

- pour le montage avec une lame quart d'onde placée après l'échantillon :

$$\xi = \arctan \left| \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right| \quad (\text{IV.80})$$

$$\psi = \frac{1}{2} \arg \left( \frac{C_{ss}(\theta)}{C_{pp}(\theta)} \right) - \frac{\pi}{4}. \quad (\text{IV.81})$$

Pour les simulations numériques on ne considère que le demi-plan réfléchi. Les exposants  $\pm$  sont donc omis pour alléger les notations.

Les conditions d'annulation s'expriment donc en fonction de  $\arctan |C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta)|$  et de  $\arg(C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta))$  quelle que soit la configuration expérimentale choisie. On calculera donc ces deux grandeurs pour une source monochromatique de longueur d'onde 632,8 nm.

#### IV.3.1 Diffusions surfacique et volumique par des substrats diélectriques

On considère deux échantillons d'indice de réfraction 1,50 à 632,8 nm. Le premier est rugueux et diffuse en surface, le second est hétérogène et diffuse en volume. Ces échantillons sont éclairés en incidence normale ou oblique ( $56^\circ$ ). Les valeurs de  $\arctan |C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta)|$  et de  $\arg(C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta))$  en fonction de l'angle de diffusion sont représentées respectivement sur les figures IV.12 et IV.13, pour des diffusions d'origine surfacique et volumique.

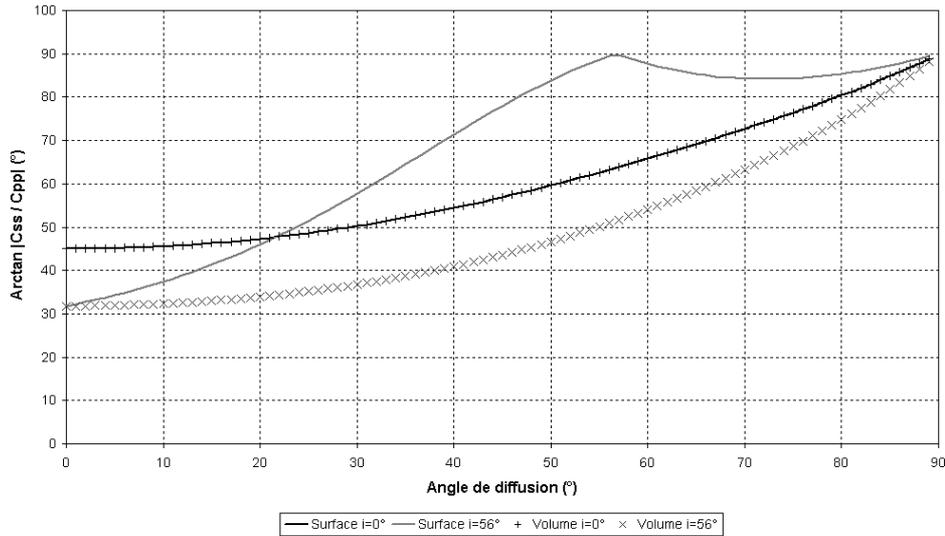


Figure IV.12 :  $\text{arctan } |C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta)|$  pour annuler une diffusion de surface ou de volume en incidence normale ou oblique.

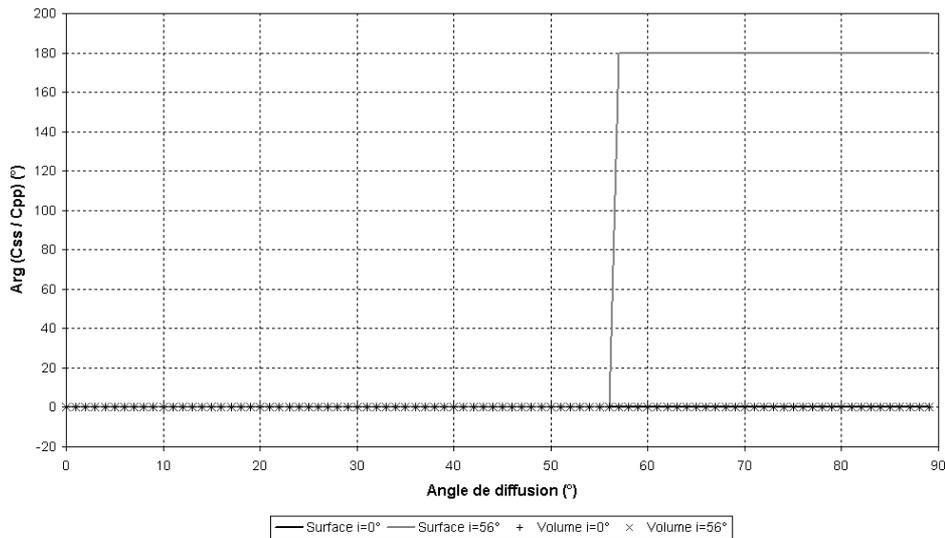


Figure IV.13 :  $\text{arg } (C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta))$  pour annuler une diffusion de surface ou de volume en incidence normale ou oblique.

On constate qu'en incidence normale, les diffusions de surface et de volume par des substrats ont les mêmes conditions d'annulation. Il n'est donc pas possible d'annuler ces deux sources de diffusion séparément. Par contre en incidence oblique, les conditions d'annulation sont différentes pour les deux échantillons, à la fois en module et en phase. Il sera donc possible de choisir d'annuler sélectivement l'une ou l'autre des deux sources de diffusion.

Pour l'incidence oblique, un angle de  $56^\circ$  a été choisi. Pour la suite, on utilisera toujours cette valeur. Cependant il est important de remarquer que l'annulation sélective n'est pas limitée à cette incidence et qu'elle est valable pour d'autres angles. Cette valeur a été choisie afin d'optimiser les différences entre les deux sources de diffusion.

### IV.3.2 Diffusion par un composant multicouche

Après avoir étudié les conditions pour annuler la diffusion par différents substrats, il est également intéressant de connaître l'effet du dépôt de couches minces optiques sur les conditions d'annulation.

On a montré que les conditions d'annulation dépendent des valeurs de  $\arctan |A_s(\theta)/A_p(\theta)|$  et de  $\arg(A_s(\theta)/A_p(\theta))$ . Dans le cas d'un empilement multicouche, le champ diffusé est la somme des champs diffusés par chaque couche, comme cela a été montré dans le chapitre I :

$$\frac{A_s(\theta)}{A_p(\theta)} = \frac{\sum_i A_i^s(\theta)}{\sum_i A_i^p(\theta)}. \quad (\text{IV.82})$$

De plus, dans le cadre de la théorie au premier ordre, la relation précédente peut également s'écrire sous la forme :

$$\frac{A_s(\theta)}{A_p(\theta)} = \frac{\sum_{i,j} C_{ij}^s \alpha_{ij} g_j}{\sum_{i,j} C_{ij}^p \alpha_{ij} g_j} \quad (\text{IV.83})$$

avec :

- $\alpha_{ij}$  le coefficient d'intercorrélation entre les couches  $i$  et  $j$  ;
- $g_j$  la transformée de Fourier de l'interface ou de la permittivité relative de la couche  $j$ , selon l'origine de la diffusion ;
- $C_{ij} = C_i C_j$ .

Dans le cas général, l'équation IV.83 montre que les conditions d'annulation dépendent de la microstructure du composant. Mais si les couches sont corrélées, c'est à dire si  $\alpha_{ij} = 1$ , les termes décrivant la microstructure du composant se simplifient. Les conditions d'annulation ne dépendent alors que des coefficients idéaux  $C$ . Dans ce paragraphe, on se limitera à ce cas.

#### IV.3.2.1 Diffusion surfacique et volumique par une couche mince unique

On considère tout d'abord un substrat d'indice 1,50 sur lequel une couche de  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , d'indice de réfraction 2,35 à 632,8 nm et d'épaisseur optique  $\lambda/2$ , a été déposée. Les figures IV.14 et IV.15 représentent les grandeurs permettant l'annulation de la diffusion pour des diffusions d'origine surfacique et volumique, en incidence normale et oblique ( $56^\circ$ ).

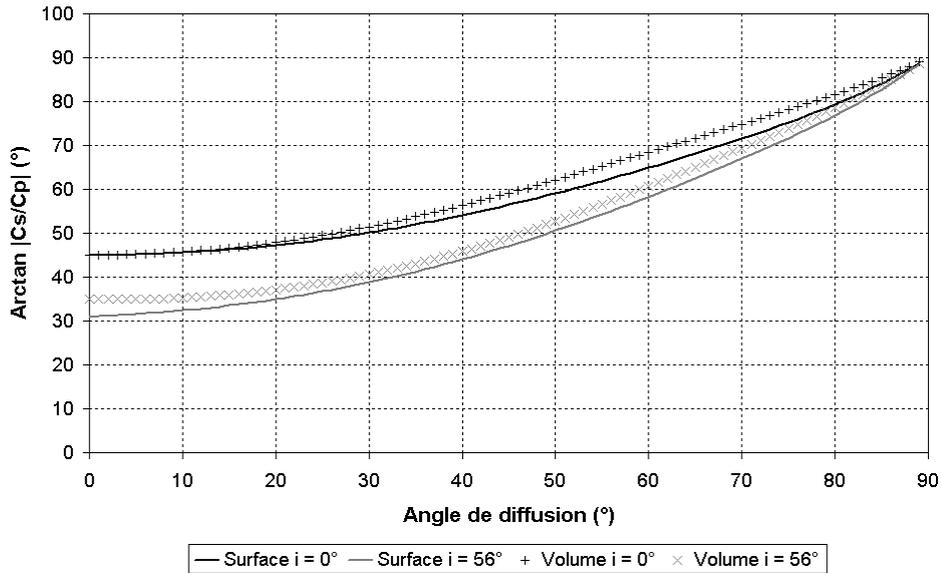


Figure IV.14 :  $\arctan |C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta)|$  pour une diffusion par une couche demi-onde de  $Ta_2O_5$ .

En incidence normale, l'angle donné par  $\arctan |C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta)|$  est peu modifié par le dépôt d'une couche mince de  $Ta_2O_5$ , que la diffusion provienne de la surface ou du volume. Par contre, en incidence oblique, il est différent de celui obtenu pour un substrat seul pour une diffusion par les interfaces, mais il reste proche pour une diffusion par les volumes.

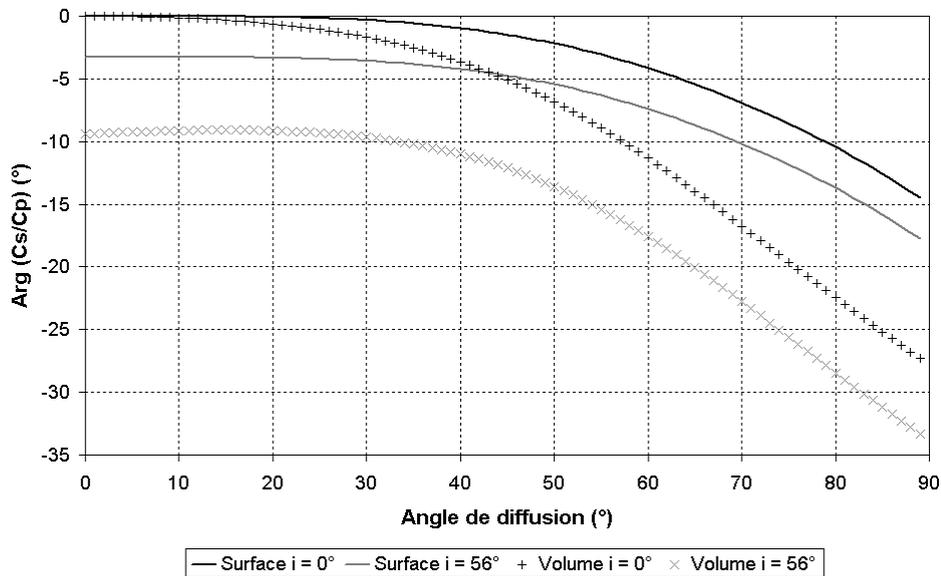


Figure IV.15 :  $\arg (C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta))$  pour une diffusion par une couche demi-onde de  $Ta_2O_5$ .

À l'inverse, l'angle donné par  $\arg (C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta))$  est modifié par le dépôt d'une couche mince quelle que soit l'origine de la diffusion. On en conclut que l'ajout d'une couche sur un substrat change les conditions pour annuler la diffusion par le composant.

### IV.3.2.2 Diffusion surfacique et volumique par un miroir composé de sept couches

On considère un miroir composé de sept couches, d'épaisseur optique  $\lambda/4$ , alternativement de dioxyde de titane et de dioxyde de silicium, déposé sur un substrat d'indice de réfraction moyen 1,50. Les figures IV.16 et IV.17 représentent les valeurs de  $\arctan |C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta)|$  et de  $\arg(C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta))$  en fonction de l'angle de diffusion, pour une incidence d'éclairement de  $0^\circ$  et de  $56^\circ$ .

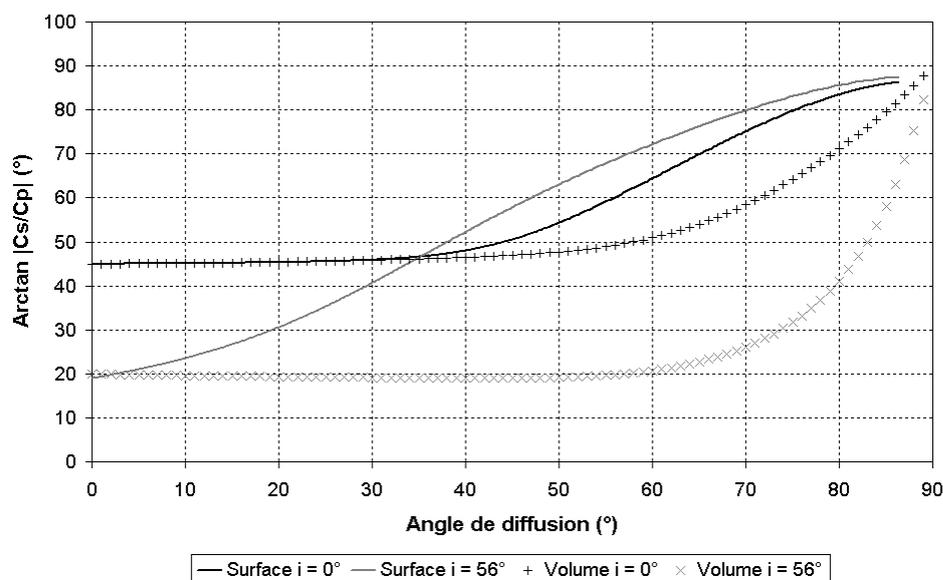


Figure IV.16 :  $\arctan |C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta)|$  pour une diffusion par les interfaces d'un miroir composé de sept couches.

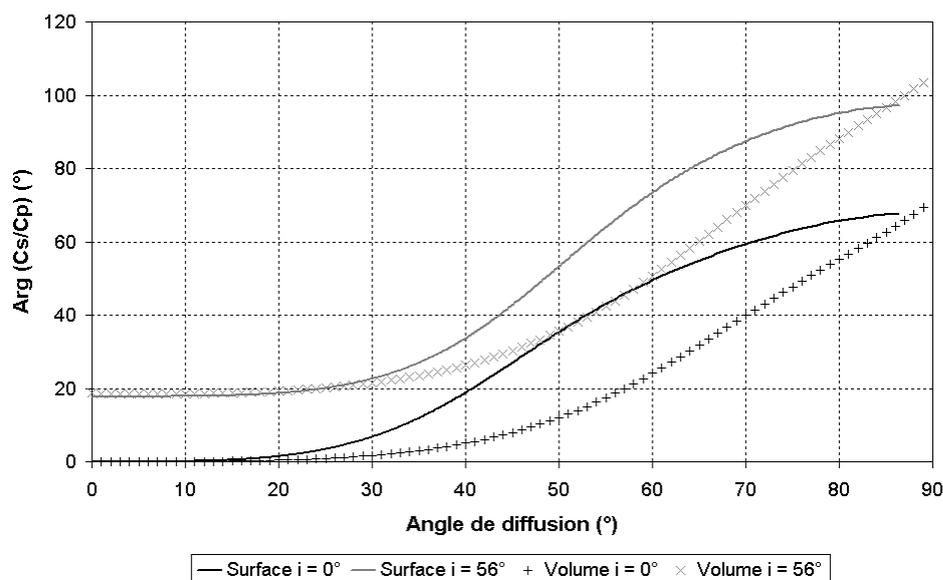


Figure IV.17 :  $\arg(C_{ss}(\theta) / C_{pp}(\theta))$  pour une diffusion par les interfaces d'un miroir composé de sept couches.

On rappelle que l'indice de réfraction, à 632,8 nm, du dioxyde de titane est de

2,25 et celui du dioxyde de silicium de 1,48. La diffusion provient des interfaces du composant pour une diffusion de surface ou des hétérogénéités d'indice pour une diffusion d'origine volumique.

Les conditions d'annulation pour un miroir composé de sept couches sont très différentes de celles du substrat nu quelle que soit l'incidence et l'origine de la diffusion. Pour étudier la diffusion par un composant multicouche, il faudra donc connaître l'empilement déposé pour prédire correctement les conditions d'annulation. De plus ces dernières dépendent de l'origine de la diffusion (surfactive ou volumique), ce qui permet de discriminer les différentes sources de diffusion.

## IV.4 RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Pour valider ces résultats théoriques [54, 55], le montage présenté sur la figure IV.5 a été réalisé. On rappelle que la source lumineuse est un laser HeNe de longueur d'onde 632,8 nm. Le polariseur crée une polarisation linéaire à 45°. La caméra CCD permet une dynamique de 256 niveaux de gris. Pour les mesures présentées ici, le temps d'exposition de la caméra est de 2 s. Toutes les images ont été réalisées dans les mêmes conditions et peuvent être directement comparées.

### IV.4.1 Cas d'une surface rugueuse

Afin de ne considérer que la diffusion d'origine surfactive, un verre opaque poli a été utilisé. Les paramètres du montage ont été choisis afin de maximiser ou minimiser la diffusion. Des résultats sont présentés sur les figures IV.18 et IV.19. Sur la figure IV.18, l'incidence d'éclairement est normale et l'angle d'observation est de 30°. L'image de gauche montre le maximum de diffusion avec un niveau moyen de gris de 66. Celle de droite montre le minimum de diffusion et le niveau moyen de gris (égal à 2) indique qu'on est dans le bruit de mesure. La dynamique entre maximum et minimum est donc supérieure à 33. Sur la figure IV.19, l'incidence d'éclairement est de 56° et l'angle d'observation de 65°. L'image de gauche montre le maximum de diffusion avec un niveau moyen de gris de 254 qui indique que les pixels sont saturés. Sur l'image de droite, on a un minimum de diffusion avec un niveau moyen de gris, de 2, en dessous du niveau de bruit de mesure. La dynamique entre le minimum et le maximum de diffusion est donc ici supérieure à 127.

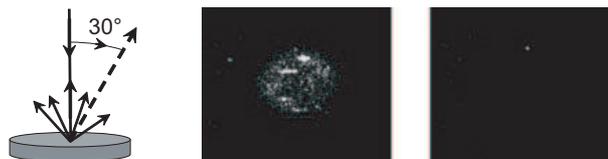


Figure IV.18 : Maximum et minimum de diffusion par une surface de verre noir éclairée en incidence normale et observée avec un angle de diffusion de 30°. Les niveaux moyens de gris sont de 66 sur l'image de gauche et de 2 sur l'image de droite (niveau de bruit).

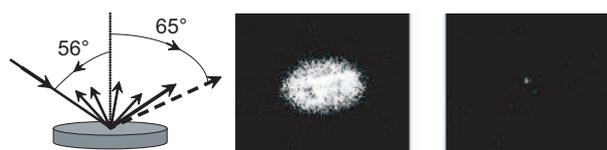


Figure IV.19 : Maximum et minimum de diffusion par une surface de verre noir éclairée en incidence oblique ( $56^\circ$ ) et observée avec un angle de diffusion de  $65^\circ$ . Les niveaux moyens de gris sont de 254 sur l'image de gauche (pixels saturés) et de 2 sur l'image de droite (niveau de bruit).

Le maximum de diffusion est plus élevé dans la configuration de mesure de la figure IV.19 ( $i = 56^\circ$ ) que dans celle de la figure IV.18 ( $i = 0^\circ$ ) parce que la caméra est placée dans une direction plus proche du spéculaire.

Les valeurs calculées des paramètres d'annulation sont données sur le tableau IV.1 et sont comparées aux valeurs mesurées. L'accord entre l'expérience et les simulations est bon puisque on observe un écart de  $2,8^\circ$  en incidence normale, et de  $0,4^\circ$  en incidence oblique, pour l'angle de l'analyseur. Ces écarts peuvent être dus à la précision de la mesure des angles et aux niveaux de détection qui ne permettent pas une grande précision au voisinage du minimum de diffusion. Lorsque la diffusion de la surface est minimale, on observe quelques points où la diffusion n'est pas annulée. Ce signal résiduel est dû à la présence de poussières ou de rayures qui ne sont pas décrits par la théorie au premier ordre.

Conditions expérimentales	Calculs		Mesures	
	Analyseur	Déphasage	Analyseur	Déphasage
$i = 0^\circ, \theta = 30^\circ$	$50,3^\circ$	$180^\circ$	$47,5^\circ$	$180^\circ$
$i = 56^\circ, \theta = 65^\circ$	$85,4^\circ$	$0^\circ$	$85,0^\circ$	$0^\circ$

Tableau IV.1 : Comparaison des paramètres d'annulation expérimentaux et théoriques.

## IV.4.2 Cas d'un liquide diffusant

Pour étudier l'annulation de la diffusion par un volume diffusant, un liquide turbide a été utilisé. Ce liquide est celui qui a été utilisé dans les deux chapitres précédents. Il est composé de gouttelettes diffusant la lumière, dont on peut contrôler la quantité et donc le niveau de diffusion. Le liquide est placé dans une cuve de verre dont les faces ont été polies afin de limiter la diffusion provenant de la surface. Des résultats, pour un éclairage en incidence normale et oblique ( $56^\circ$ ) et pour un angle d'observation de  $30^\circ$ , sont présentés sur les figures IV.20 et IV.21. Pour les images de gauche, les paramètres ont été réglés pour maximiser la diffusion du volume. Les niveaux de gris sont au delà du domaine accessible par la caméra (supérieur à 256). Sur l'image de droite de la figure IV.20, les paramètres sont ajustés pour minimiser la diffusion. Le niveau moyen de gris du volume, où l'on n'observe pas de bulles d'air (qui ont un niveau de gris moyen de 200), est de 52. La dynamique entre maximum et minimum est donc supérieure à 5. Sur l'image de droite de la figure IV.21, on a un minimum de la diffusion par le liquide avec un niveau moyen de gris de 37 et les bulles d'air de 184. On a donc une dynamique supérieure à 7.

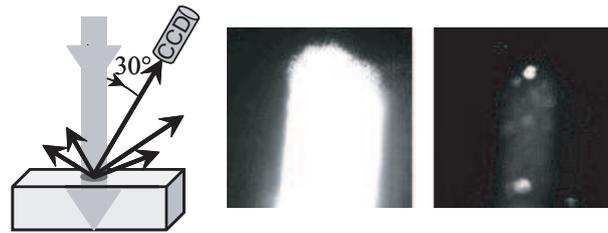


Figure IV.20 : Maximum et minimum de diffusion par un liquide diffusant éclairé en incidence normale et observé avec un angle de diffusion de  $30^\circ$ . Les niveaux moyens de gris sont de 254 sur l'image de gauche (pixels saturés) et de 52 sur l'image de droite.

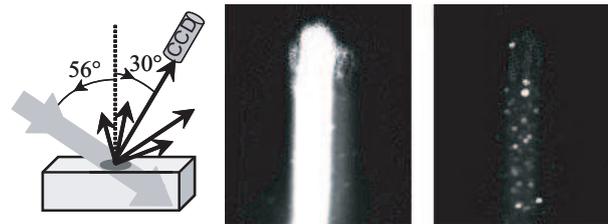


Figure IV.21 : Maximum et minimum de diffusion par un liquide diffusant éclairé en incidence oblique ( $30^\circ$ ) et observé avec un angle de diffusion de  $30^\circ$ . Les niveaux moyens de gris sont de 254 sur l'image de gauche (pixels saturés) et de 37 sur l'image de droite.

Les valeurs des paramètres d'annulation mesurés et calculés par la théorie du premier ordre, pour une indice de réfraction de 1,33, sont comparées sur le tableau IV.2. En incidence normale, on note un écart de  $2^\circ$  entre théorie et expérience. En incidence oblique, l'écart de  $7,4^\circ$  est plus importante. Cet écart peut être attribué au fait que la théorie du premier ordre n'est pas parfaitement valable, car l'indice des gouttelettes peut être éloigné de celui de la solution. On note en effet que les bulles d'air, dont l'indice est très différent de celui de la solution et donc qui ne suivent pas la théorie du premier ordre, ne s'annulent pas.

Conditions expérimentales	Calculs		Mesures	
	Analyseur	Déphasage	Analyseur	Déphasage
$i = 0^\circ, \theta = 30^\circ$	$51,0^\circ$	$180^\circ$	$53,0^\circ$	$180^\circ$
$i = 56^\circ, \theta = 30^\circ$	$40,1^\circ$	$180^\circ$	$47,5^\circ$	$180^\circ$

Tableau IV.2 : Comparaison des paramètres d'annulation expérimentaux et théoriques.

Ces résultats expérimentaux montrent que les conditions d'annulation existent et qu'elles sont différentes selon la source de diffusion.

## IV.5 SENSIBILITÉ DE L'ANNULATION

Les dynamiques précédentes n'ont pu être que minorées compte tenu de la dynamique de la caméra limitée à 256 niveaux de gris. Toutefois il faut également tenir compte de la sensibilité de la méthode aux paramètres d'annulation, c'est ce qui est étudié ici.

De plus, expérimentalement, on n'observe pas un zéro de diffusion mais un minimum. En effet, la dynamique entre minimum est maximum ne peut pas être supérieure au taux d'extinction des polariseurs, qui est de l'ordre  $6.10^{-4}$ .

On rappelle que le passage d'un champ  $\vec{A}$  à travers un déphaseur et un analyseur est décrit par une transformation  $f$ , définie par :

$$f(\vec{A}) = \cos \psi (A_s + zA_p) \quad (\text{IV.84})$$

avec  $z$  un complexe tel que :

$$z = \tan \psi e^{i\Delta\eta^*}. \quad (\text{IV.85})$$

La diffusion sera nulle si :

$$\tan \psi = \left| \frac{A_s}{A_p} \right| \quad (\text{IV.86})$$

$$\Delta\eta^* = \pi + \arg \left( \frac{A_s}{A_p} \right). \quad (\text{IV.87})$$

On peut déterminer la sensibilité de l'annulation en calculant la transformation  $f(\vec{A})$  au voisinage de l'annulation. Tout d'abord, on détermine  $f(\vec{A})$  lorsque les paramètres  $\psi$  et  $\Delta\eta^*$  sont égaux aux valeurs permettant l'annulation, soit  $\psi_0$  et  $\Delta\eta_0^*$ . Puis on calcule  $f(\vec{A})$  avec des valeurs de  $\psi$  ou de  $\Delta\eta^*$  proches, mais différentes, des valeurs permettant l'annulation de la diffusion, et on recalcule l'indicatrice de diffusion. Les résultats des simulations, pour un échantillon d'indice de réfraction 1,50 et de rugosité 1,12 nm éclairé en incidence normale par une source de longueur d'onde 632,8 nm, sont présentés sur les figures [IV.22](#) et [IV.23](#). On a considéré des écarts de  $1^\circ$ ,  $2^\circ$  et  $3^\circ$  des angles  $\psi$  et  $\Delta\eta^*$  aux angles théoriques permettant l'annulation. L'indicatrice de diffusion initiale a le plus haut niveau de pertes, et affiche une valeur de  $10^{-3}$  pour un angle de diffusion nul. On remarque ensuite la forte sensibilité de la méthode à l'angle du polariseur, puisque un écart de  $1^\circ$  ramène la courbe observée à deux décades en dessous du signal initial. Il en est de même pour le déphasage  $\Delta\eta^*$ .

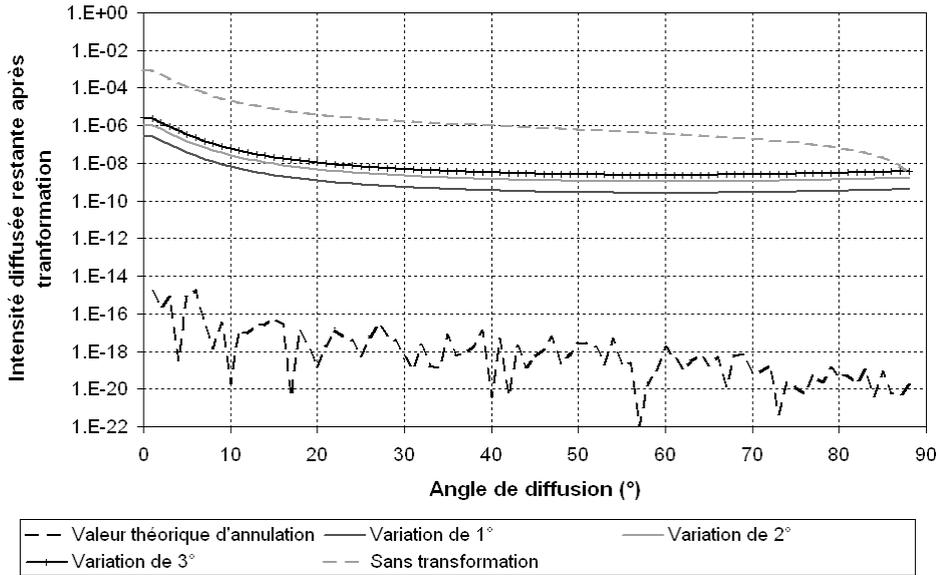


Figure IV.22 : Sensibilité de la méthode d'annulation à une variation de l'angle  $\psi$ .

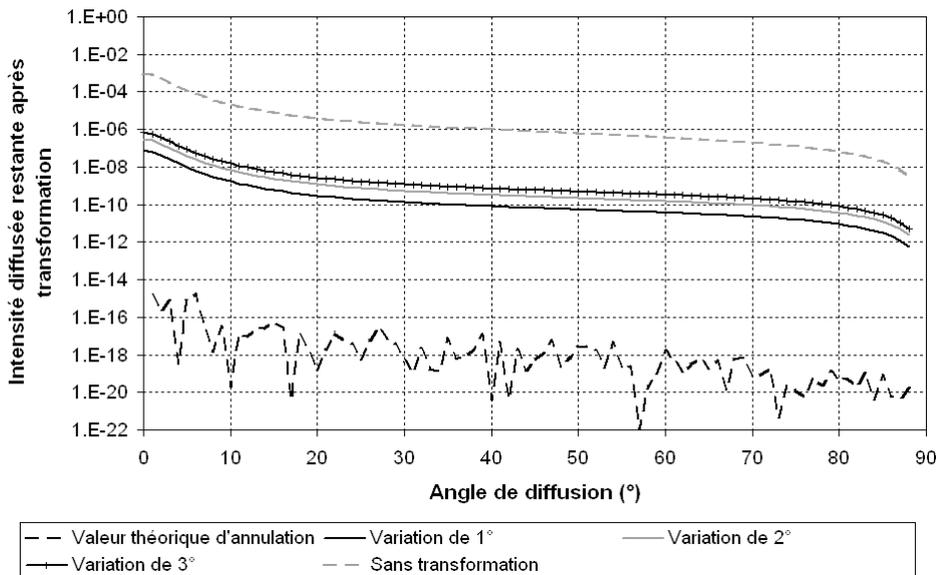


Figure IV.23 : Sensibilité de la méthode d'annulation à une variation de l'angle  $\Delta\eta^*$ .

Pour vérifier ces résultats numériques, on peut aussi exprimer ces variations de façon analytique. On considère ainsi la sensibilité de la méthode d'annulation à une variation de l'angle de l'analyseur  $\psi$ , le déphasage  $\Delta\eta^*$  est supposé constant. Lorsque l'angle  $\psi$  varie de  $d\psi$  autour de la valeur  $\psi_0$  permettant l'annulation, l'amplitude du champ après transformation par la fonction  $f$  est donnée par :

$$f(\psi_0 + d\psi) = f(\psi_0) + d\psi \frac{\partial f}{\partial \psi}(\psi_0) \quad (\text{IV.88})$$

avec :

$$f(\psi_0) = A_s \cos \psi_0 + A_p \sin \psi_0 e^{i\Delta\eta_0^*} = 0 \quad (\text{IV.89})$$

et :

$$\frac{\partial f}{\partial \psi}(\psi_0) = -A_s \sin \psi_0 + A_p \cos \psi_0 e^{i\Delta\eta_0^*} \quad (\text{IV.90})$$

$$= A_s \cos\left(\psi_0 + \frac{\pi}{2}\right) + A_p \sin\left(\psi_0 + \frac{\pi}{2}\right) e^{i\Delta\eta_0^*}. \quad (\text{IV.91})$$

Or le retardateur permet d'obtenir la polarisation rectiligne avant l'analyseur afin de l'annuler. Lorsque l'analyseur est réglé perpendiculairement à la position d'annulation, on obtient donc un signal maximum. L'amplitude du champ pour un angle de l'analyseur de  $\psi_0 + \pi/2$  correspond donc au maximum de diffusion, qu'on note ici  $f_{max}$ . On a donc :

$$\frac{\partial f}{\partial \psi}(\psi_0) = f_{max}. \quad (\text{IV.92})$$

Ainsi l'amplitude du champ au voisinage de la position d'annulation  $\psi_0$  s'écrit donc :

$$f(\psi_0 + d\psi) = f_{max} d\psi. \quad (\text{IV.93})$$

L'amplitude du champ pour un angle de l'analyseur de  $\psi_0 + d\psi$  est donc égal au champ maximal diffusé multiplié par l'angle  $d\psi$ .

On considère maintenant la sensibilité de la méthode à une variation du déphasage introduit par le déphaseur  $\Delta\eta^*$ , l'angle de l'analyseur est ici supposé constant. Lorsque l'angle  $\Delta\eta^*$  varie de  $d\Delta\eta^*$  autour de la valeur d'annulation  $\Delta\eta_0^*$ , l'amplitude du champ après passage à travers le système composé de l'analyseur et du déphaseur s'écrit :

$$f(\Delta\eta_0^* + d\Delta\eta^*) = f(\Delta\eta_0^*) + d\Delta\eta^* \frac{\partial f}{\partial \Delta\eta^*}(\Delta\eta_0^*) \quad (\text{IV.94})$$

avec :

$$f(\Delta\eta_0^*) = A_s \cos \psi_0 + A_p \sin \psi_0 e^{i\Delta\eta_0^*} = 0 \quad (\text{IV.95})$$

et :

$$\frac{\partial f}{\partial \Delta\eta^*}(\Delta\eta_0^*) = A_s \cos \psi_0 + A_p \sin \psi_0 e^{i\Delta\eta_0^*}. \quad (\text{IV.96})$$

Cette relation peut simplifier en utilisant l'équation [IV.95](#) :

$$\frac{\partial f}{\partial \Delta\eta^*}(\Delta\eta_0^*) = A_s \cos \psi_0 - iA_s \cos \psi_0 \quad (\text{IV.97})$$

$$= A_s \cos\left(\arctan\left|\frac{A_s}{A_p}\right|\right) (1 - i) \quad (\text{IV.98})$$

$$= \frac{A_s}{\sqrt{1 + \left|\frac{A_s}{A_p}\right|^2}} (1 - i) \quad (\text{IV.99})$$

$$= \frac{A_s |A_p|}{\sqrt{|A_p|^2 + |A_s|^2}} (1 - i). \quad (\text{IV.100})$$

Ainsi l'amplitude du champ au voisinage de la position d'annulation  $\Delta\eta_0^*$  s'écrit donc :

$$f(\Delta\eta_0^* + d\Delta\eta_0^*) = \frac{A_s |A_p|}{\sqrt{|A_p|^2 + |A_s|^2}} (1 - i) d\Delta\eta_0^*. \quad (\text{IV.101})$$

En incidence normale et pour un angle de diffusion nul, on a  $A_s = A_p = A$ . Dans ce cas, cette expression se simplifie et s'écrit :

$$f(\Delta\eta_0^* + d\Delta\eta_0^*) = \frac{A}{\sqrt{2}} (1 - i) d\Delta\eta_0^*. \quad (\text{IV.102})$$

Les parties réelle et imaginaire du champ sont donc égales au champ  $A$  multiplié par  $d\Delta\eta_0^*/\sqrt{2}$ .

Ces résultats confirment les calculs numériques obtenus sur les figures [IV.22](#) et [IV.23](#).

# Chapitre V

## *Annulation sélective de sources de diffusion*

---

### Sommaire du chapitre V

---

<b>V.1 Principes théoriques</b> . . . . .	<b>90</b>
V.1.1 Montage avec un déphaseur ajustable . . . . .	90
V.1.1.1 Annulation de l'objet 1 parmi deux objets . . . . .	92
V.1.1.2 Annulation de l'objet 2 parmi deux objets . . . . .	92
V.1.1.3 Annulation de l'interaction entre les deux objets . . . . .	93
V.1.2 Montage avec une lame quart d'onde . . . . .	93
V.1.2.1 Lame quart d'onde placée avant l'échantillon . . . . .	93
V.1.2.2 Lame quart d'onde placée après l'échantillon . . . . .	94
<b>V.2 Simulation du champ restant après annulation</b> . . . . .	<b>95</b>
V.2.1 Intensité diffusée avant et après annulation . . . . .	95
V.2.2 Efficacités . . . . .	97
<b>V.3 Exemples expérimentaux</b> . . . . .	<b>100</b>
V.3.1 Cas de deux surfaces . . . . .	100
V.3.2 Annulation d'une image par réflexion . . . . .	101
V.3.3 Annulation de la diffusion des interfaces d'un volume diffusant	104
<b>V.4 Isolation d'une interface dans un composant multicouche</b> . . . . .	<b>104</b>
V.4.1 Couche unique . . . . .	105
V.4.1.1 Incidence normale . . . . .	105
V.4.1.2 Incidence oblique . . . . .	107
V.4.2 Empilement composé de trois couches . . . . .	108
V.4.2.1 Incidence normale . . . . .	108
V.4.2.2 Incidence oblique . . . . .	110

---

Dans le chapitre précédent, on a montré qu'il était possible d'annuler les sources de diffusion. Les conditions d'annulation dépendent de la configuration expérimentale mais aussi de l'origine de la diffusion. En particulier dans le chapitre III, on a montré que le comportement polarimétrique des diffusions de surface et de volume est différent [56].

Dans ce chapitre, le problème de l'élimination sélective des sources de diffusion est abordé. Après avoir donné des conditions d'annulation sélective, le calcul numérique de l'intensité de l'objet à visualiser, après annulation de l'objet à éliminer, est réalisé.

Cette technique permet ainsi de visualiser séparément surface et volume ou un objet isolé dans une scène... Il est également possible d'isoler une interface ou un volume dans un composant multicouche. Des résultats expérimentaux sont présentés et valident les prédictions théoriques.

## V.1 PRINCIPES THÉORIQUES

### V.1.1 Montage avec un déphaseur ajustable

On rappelle qu'il est possible d'annuler le champ diffusé avec un déphaseur et un analyseur. Le passage à travers ces deux éléments est modélisé par une transformation  $f$  définie par :

$$f(\vec{A}) = \cos \psi (A_s + zA_p) \tag{V.1}$$

où  $z$  est un complexe arbitraire que l'on ajuste à l'aide du déphasage et de la rotation de l'analyseur :

$$z = \tan \psi e^{i\Delta\eta^*}. \tag{V.2}$$

Lorsque l'on a deux sources distinctes de diffusion (1 et 2), le champ diffusé peut se mettre sous la forme :

$$\vec{A} = \vec{A}_1 + \vec{A}_2 + \vec{A}_{12} \tag{V.3}$$

où  $\vec{A}_i$  est le champ diffusé par l'objet s'il était  $i$  seul, et  $\vec{A}_{12}$  caractérise l'interaction entre les deux objets, comme illustré sur la figure V.1.

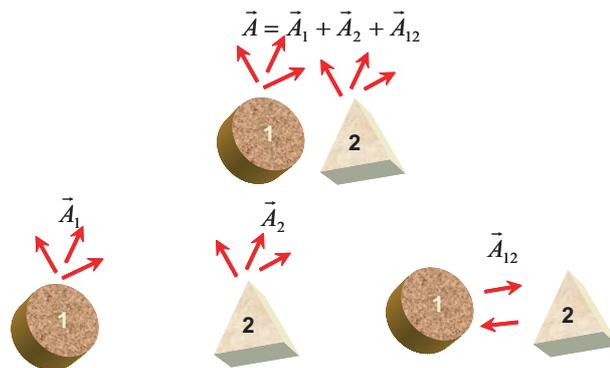


Figure V.1 : Cas de deux objets diffusants.

Après passage à travers le système composé de l'analyseur et du déphaseur, la transformation  $f$  étant linéaire, on a :

$$f(\vec{A}) = f(\vec{A}_1 + \vec{A}_2 + \vec{A}_{12}) = f(\vec{A}_1) + f(\vec{A}_2) + f(\vec{A}_{12}) \quad (\text{V.4})$$

avec :

$$f(\vec{A}_i) = \cos \psi (A_{is} + zA_{ip}) \quad (\text{V.5})$$

et :

$$z = \tan \psi e^{i\Delta\eta^*}. \quad (\text{V.6})$$

Il est donc possible d'ajuster le complexe  $z$  pour annuler sélectivement les différentes sources de diffusion. Ainsi on peut choisir d'annuler une source de diffusion, par exemple d'annuler la diffusion provenant de l'objet 1 et donc de conserver celle provenant de l'objet 2 et de l'interaction entre les deux objets, ou inversement.

Il est également possible d'annuler deux des sources. Par exemple, pour n'observer que la diffusion provenant de l'objet 2, on peut écrire la relation V.4 sous la forme :

$$f(\vec{A}) = f(\vec{A}_1 + \vec{A}_2 + \vec{A}_{12}) = f(\vec{A}_1 + \vec{A}_{12}) + f(\vec{A}_2) \quad (\text{V.7})$$

et donc choisir le complexe  $z$  qui permet d'annuler  $f(\vec{A}_1 + \vec{A}_{12})$ , c'est à dire tel que :

$$z = -\frac{A_{1s} + A_{12s}}{A_{1p} + A_{12p}}. \quad (\text{V.8})$$

On peut, de la même manière, ajuster le complexe  $z$  pour annuler le champ total diffusé, c'est à dire tel que :

$$z = -\frac{A_{1s} + A_{2s} + A_{12s}}{A_{1p} + A_{2p} + A_{12p}}. \quad (\text{V.9})$$

On note que lorsqu'on annule une ou plusieurs sources de diffusion pour observer les sources restantes, on observe la diffusion modifiée par la transformation  $f$ . Ainsi si on choisit d'annuler l'objet 2 et l'interaction entre les deux objets, il reste le champ provenant de l'objet 1 transformé par le passage à travers le déphaseur et l'analyseur, soit  $f(\vec{A}_1)$ .

Ce résultat peut être généralisé au cas de N objets diffusants. Le champ diffusé se met alors sous la forme :

$$\vec{A} = \sum_{i=1}^N \vec{A}_i + \vec{A}^* \quad (\text{V.10})$$

où  $\vec{A}_i$  est le champ diffusé par l'objet  $i$  s'il était seul, et  $\vec{A}^*$  est défini par la relation V.10 et caractérise des différentes interactions.

On applique la transformation  $f$  :

$$f(\vec{A}) = \sum_{i=1}^N f(\vec{A}_i) + f(\vec{A}^*). \quad (\text{V.11})$$

De la même manière que pour deux objets, on peut régler les paramètres pour annuler un des objets diffusants et n'observer que les autres objets et leurs interactions.

### V.1.1.1 Annulation de l'objet 1 parmi deux objets

Pour annuler l'objet 1,  $z$  est choisi tel que :

$$z = z_1 = -\frac{A_{1s}}{A_{1p}} = \tan \psi_1 e^{i\Delta\eta_1^*}. \quad (\text{V.12})$$

Après l'analyseur et le déphaseur, on aura :

$$f(z_1, \vec{A}) = f(z_1, \vec{A}_1) + f(z_1, \vec{A}_2) + f(z_1, \vec{A}_{12}) \quad (\text{V.13})$$

$$= f(z_1, \vec{A}_2) + f(z_1, \vec{A}_{12}) \quad (\text{V.14})$$

$$= \cos \psi_1 [(A_{2s} + z_1 A_{2p}) + (A_{12s} + z_1 A_{12p})]. \quad (\text{V.15})$$

### Cas particulier

Dans le cas d'échantillons fortement diffusant, les termes d'interaction doivent être pris en compte. Mais si on considère deux objets faiblement diffusants, leur interaction  $A_{12}$  peut être négligée. En effet dans le cas d'une diffusion au premier ordre, l'interaction entre les objets est du second ordre et peut être négligée devant les termes au premier ordre. On a ainsi :

$$f(z_1, \vec{A}) = f(z_1, \vec{A}_2) + f(z_1, \vec{A}_{12}) \approx f(z_1, \vec{A}_2) \quad (\text{V.16})$$

$$= \cos \psi_1 (A_{2s} + z_1 A_{2p}) \quad (\text{V.17})$$

$$= \cos \left( \arctan \left| \frac{A_{1s}}{A_{1p}} \right| \right) \left( A_{2s} - \frac{A_{1s}}{A_{1p}} A_{2p} \right). \quad (\text{V.18})$$

De sorte que le signal dominant est celui de l'objet 2.

### V.1.1.2 Annulation de l'objet 2 parmi deux objets

De la même manière que précédemment, on choisit  $z$  pour annuler l'objet 2 donc tel que :

$$z = z_2 = -\frac{A_{2s}}{A_{2p}} = \tan \psi_2 e^{i\Delta\eta_2^*}. \quad (\text{V.19})$$

Après passage à travers l'analyseur et le polariseur, on obtient alors :

$$f(z_2, \vec{A}) = f(z_2, \vec{A}_1) + f(z_2, \vec{A}_2) + f(z_2, \vec{A}_{12}) \quad (\text{V.20})$$

$$= f(z_2, \vec{A}_1) + f(z_2, \vec{A}_{12}) \quad (\text{V.21})$$

$$= \cos \psi_2 [(A_{1s} + z_2 A_{1p}) + (A_{12s} + z_2 A_{12p})]. \quad (\text{V.22})$$

### Cas particulier

Comme précédemment, on considère deux objets faiblement diffusants, leur interaction peut être négligée et :

$$f(z_2, \vec{A}) = f(z_2, \vec{A}_1) + f(z_2, \vec{A}_{12}) \approx f(z_2, \vec{A}_1) \quad (\text{V.23})$$

$$= \cos \psi_2 (A_{1s} + z_2 A_{1p}) \quad (\text{V.24})$$

$$= \cos \left( \arctan \left| \frac{A_{2s}}{A_{2p}} \right| \right) \left( A_{1s} - \frac{A_{2s}}{A_{2p}} A_{1p} \right). \quad (\text{V.25})$$

#### V.1.1.3 Annulation de l'interaction entre les deux objets

On peut également annuler l'interaction entre les deux objets 1 et 2. Pour cela,  $z$  est choisi tel que :

$$z = z_{12} = -\frac{A_{12s}}{A_{12p}} = \tan \psi_{12} e^{\Delta \eta_{12}^*}. \quad (\text{V.26})$$

Dans ce cas, après le système composé de l'analyseur et du déphaseur, on a :

$$f(z_{12}, \vec{A}) = f(z_{12}, \vec{A}_1) + f(z_{12}, \vec{A}_2) + f(z_{12}, \vec{A}_{12}) \quad (\text{V.27})$$

$$= f(z_{12}, \vec{A}_1) + f(z_{12}, \vec{A}_2) \quad (\text{V.28})$$

$$= \cos \psi_{12} [(A_{1s} + z_{12} A_{1p}) + (A_{2s} + z_{12} A_{2p})] \quad (\text{V.29})$$

$$= \cos \left( \arctan \left| \frac{A_{12s}}{A_{12p}} \right| \right) \left[ \left( A_{1s} - \frac{A_{12s}}{A_{12p}} A_{1p} \right) + \left( A_{2s} - \frac{A_{12s}}{A_{12p}} A_{2p} \right) \right]. \quad (\text{V.30})$$

## V.1.2 Montage avec une lame quart d'onde

### V.1.2.1 Lame quart d'onde placée avant l'échantillon

Comme précédemment, le champ diffusé par l'ensemble des deux sources de diffusion s'écrit sous la forme :

$$\vec{A} = \vec{A}_1 + \vec{A}_2 + \vec{A}_{12} \quad (\text{V.31})$$

où  $\vec{A}_i$  est le champ diffusé par la source  $i$  en l'absence de l'autre, et  $\vec{A}_{12}$  décrit l'interaction entre les deux sources de diffusion. Dans ce cas la matrice de Jones décrivant la diffusion sur ces deux sources de diffusion s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \sqrt{N_{ss}^1} e^{i\delta_{ss}^1} + \sqrt{N_{ss}^2} e^{i\delta_{ss}^2} + \sqrt{N_{ss}^{12}} e^{i\delta_{ss}^{12}} & \sqrt{N_{ps}^1} e^{i\delta_{ps}^1} + \sqrt{N_{ps}^2} e^{i\delta_{ps}^2} + \sqrt{N_{ps}^{12}} e^{i\delta_{ps}^{12}} \\ \sqrt{N_{sp}^1} e^{i\delta_{sp}^1} + \sqrt{N_{sp}^2} e^{i\delta_{sp}^2} + \sqrt{N_{sp}^{12}} e^{i\delta_{sp}^{12}} & \sqrt{N_{pp}^1} e^{i\delta_{pp}^1} + \sqrt{N_{pp}^2} e^{i\delta_{pp}^2} + \sqrt{N_{pp}^{12}} e^{i\delta_{pp}^{12}} \end{pmatrix} \quad (\text{V.32})$$

où les termes  $\sqrt{N_{uv}^i}$  et  $\delta_{uv}^i$  désignent respectivement les module et phase des coefficients de diffusion de chaque source  $i$  pour chaque polarisation  $uv$ .

Cette matrice de Jones peut donc s'écrire comme de la somme de trois matrices, chacune décrivant l'une des sources de diffusion 1, 2 ou l'interaction entre les deux sources. Grâce à cette linéarité, le champ après l'analyseur peut s'écrire sous la forme :

$$A' = A'_1 + A'_2 + A'_{12} \quad (\text{V.33})$$

avec, pour  $i = 1, 2$  ou  $12$  :

$$\begin{aligned} A'_i = & [(\cos^2 \alpha + i \sin^2 \alpha) \cos \xi + (\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \sin \xi] \sqrt{N_{ss}^i} e^{i\delta_{ss}^i} \cos \psi + \\ & [(\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \cos \xi + (\sin^2 \alpha + i \cos^2 \alpha) \sin \xi] \sqrt{N_{ps}^i} e^{i\delta_{ps}^i} \cos \psi + \\ & [(\cos^2 \alpha + i \sin^2 \alpha) \cos \xi + (\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \sin \xi] \sqrt{N_{sp}^i} e^{i\delta_{sp}^i} \sin \psi + \\ & [(\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \cos \xi + (\sin^2 \alpha + i \cos^2 \alpha) \sin \xi] \sqrt{N_{pp}^i} e^{i\delta_{pp}^i} \sin \psi. \end{aligned} \quad (\text{V.34})$$

On pourra donc trouver un triplet  $(\xi^i, \alpha^i, \psi^i)$  qui annulera seulement le terme  $A'_i$  tel que :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}^i} e^{i\delta_{ss}^i} + \sqrt{N_{sp}^i} e^{i\delta_{sp}^i} \tan \psi^i}{\sqrt{N_{ps}^i} e^{i\delta_{ps}^i} + \sqrt{N_{pp}^i} e^{i\delta_{pp}^i} \tan \psi^i} = -\frac{\tan \alpha^i - i \tan(\alpha^i - \xi^i)}{1 + i \tan(\alpha^i - \xi^i) \tan \alpha^i}. \quad (\text{V.35})$$

Comme pour le montage utilisant un déphaseur, il est possible d'annuler une ou plusieurs sources en choisissant le triplet  $(\xi, \alpha, \psi)$  qui convient. Par exemple, pour annuler les sources de diffusion 1 et 2 et observer l'interaction entre les deux objets, il faut régler les paramètres  $(\xi, \alpha, \psi)$  pour qu'il vérifie :

$$\frac{(\sqrt{N_{ss}^1} e^{i\delta_{ss}^1} + \sqrt{N_{ss}^2} e^{i\delta_{ss}^2}) + (\sqrt{N_{sp}^1} e^{i\delta_{sp}^1} + \sqrt{N_{sp}^2} e^{i\delta_{sp}^2}) \tan \psi}{(\sqrt{N_{ps}^1} e^{i\delta_{ps}^1} + \sqrt{N_{ps}^2} e^{i\delta_{ps}^2}) + (\sqrt{N_{pp}^1} e^{i\delta_{pp}^1} + \sqrt{N_{pp}^2} e^{i\delta_{pp}^2}) \tan \psi} = -\frac{\tan \alpha - i \tan(\alpha - \xi)}{1 + i \tan(\alpha - \xi) \tan \alpha}. \quad (\text{V.36})$$

### V.1.2.2 lame quart d'onde placée après l'échantillon

De la même manière que pour le cas où la lame quart d'onde est placé avant l'échantillon, le champ après l'analyseur peut être écrit sous la forme :

$$A' = A'_1 + A'_2 + A'_{12} \quad (\text{V.37})$$

avec, pour  $i = 1, 2$  ou  $12$  :

$$\begin{aligned} A'_i = & (\cos^2 \alpha + i \sin^2 \alpha) \left( \sqrt{N_{ss}^i} e^{i\delta_{ss}^i} \cos \xi + \sqrt{N_{ps}^i} e^{i\delta_{ps}^i} \sin \xi \right) \cos \psi \\ & (\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \left( \sqrt{N_{sp}^i} e^{i\delta_{sp}^i} \cos \xi + \sqrt{N_{pp}^i} e^{i\delta_{pp}^i} \sin \xi \right) \cos \psi \\ & (\cos \alpha \sin \alpha - i \cos \alpha \sin \alpha) \left( \sqrt{N_{ss}^i} e^{i\delta_{ss}^i} \cos \xi + \sqrt{N_{ps}^i} e^{i\delta_{ps}^i} \sin \xi \right) \sin \psi \\ & (\sin^2 \alpha + i \cos^2 \alpha) \left( \sqrt{N_{sp}^i} e^{i\delta_{sp}^i} \cos \xi + \sqrt{N_{pp}^i} e^{i\delta_{pp}^i} \sin \xi \right) \sin \psi. \end{aligned} \quad (\text{V.38})$$

On pourra donc trouver un triplet  $(\xi^i, \alpha^i, \psi^i)$  qui annulera seulement le terme  $A'_i$  tel que :

$$\frac{\sqrt{N_{ss}^i} e^{i\delta_{ss}^i} + \sqrt{N_{ps}^i} e^{i\delta_{ps}^i} \tan \xi^i}{\sqrt{N_{sp}^i} e^{i\delta_{sp}^i} + \sqrt{N_{pp}^i} e^{i\delta_{pp}^i} \tan \xi^i} = -\frac{\tan \alpha^i - i \tan(\alpha^i - \psi^i)}{1 + i \tan \alpha^i \tan(\alpha^i - \psi^i)}. \quad (\text{V.39})$$

De la même manière que pour le montage précédent, on peut annuler sélectivement une, deux ou toutes les sources de diffusion, en choisissant les positions des différents éléments  $(\xi, \alpha, \psi)$  qui conviennent.

## V.2 SIMULATION DU CHAMP RESTANT APRÈS ANNULATION

Pour les simulations numériques, on considère tout d'abord un échantillon diffusant à la fois en surface (source de diffusion 1) et en volume (source de diffusion 2). Comme on considère des échantillons faiblement rugueux et faiblement hétérogènes, l'interaction entre les deux origines de la diffusion est négligée. L'amplitude du champ diffusé  $\vec{A}$  est donc la somme de l'amplitude du champ diffusé par la surface  $\vec{A}_{surf}$  et de celle par le volume  $\vec{A}_{vol}$ . On considère le montage avec le déphaseur réglable. On choisit de régler les différents paramètres pour annuler :

– la diffusion d'origine surfacique avec :

$$z_{surf} = \tan \psi_{surf} e^{i\Delta\eta_{surf}^*} = -\frac{A_{surf_s}}{A_{surf_p}}; \quad (\text{V.40})$$

– la diffusion d'origine volumique avec :

$$z_{vol} = \tan \psi_{vol} e^{i\Delta\eta_{vol}^*} = -\frac{A_{vol_s}}{A_{vol_p}}. \quad (\text{V.41})$$

Le champ restant après annulation de la diffusion d'origine surfacique s'écrit, d'après l'équation V.18 :

$$f_{surf} \left( z_{surf}, \vec{A} \right) = \cos \psi_{surf} \left( A_{vol_s} + z_{surf} A_{vol_p} \right) \quad (\text{V.42})$$

$$= \cos \left( \arctan \left| \frac{A_{surf_s}}{A_{surf_p}} \right| \right) \left( A_{vol_s} - \frac{A_{surf_s}}{A_{surf_p}} A_{vol_p} \right) \quad (\text{V.43})$$

et le champ restant après annulation de la diffusion d'origine volumique s'écrit, d'après l'équation V.25 :

$$f_{vol} \left( z_{vol}, \vec{A} \right) = \cos \psi_{vol} \left( A_{surf_s} + z_{vol} A_{surf_p} \right) \quad (\text{V.44})$$

$$= \cos \left( \arctan \left| \frac{A_{vol_s}}{A_{vol_p}} \right| \right) \left( A_{surf_s} - \frac{A_{vol_s}}{A_{vol_p}} A_{surf_p} \right). \quad (\text{V.45})$$

Il faut donc calculer la diffusion par un substrat hétérogène et par une surface rugueuse, ainsi que les transformations requises.

### V.2.1 Intensité diffusée avant et après annulation

Tout d'abord l'intensité diffusée par chaque échantillon est calculée en incidence normale et oblique et est représentée sur la figure V.2. On choisit le cas où les diffusions de surface et de volume ont des niveaux voisins. Les échantillons ont un indice moyen de 1,50. Le premier est un substrat de rugosité 1,12 nm et le second hétérogène avec une variation relative d'indice de  $9,56 \cdot 10^{-3}$ .

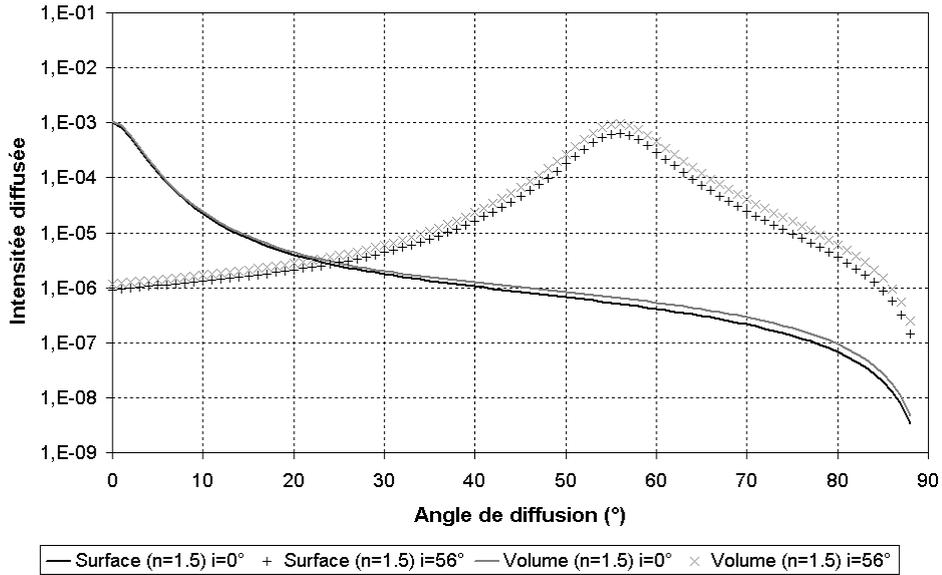


Figure V.2 : Intensité diffusée par deux échantillons diffusant en surface et en volume, éclairés en incidence normale et oblique ( $i=56^\circ$ ).

Puis les intensités restantes après annulation d'une des sources de diffusion sont calculées. Elles sont représentées sur les figures V.3 et V.4.

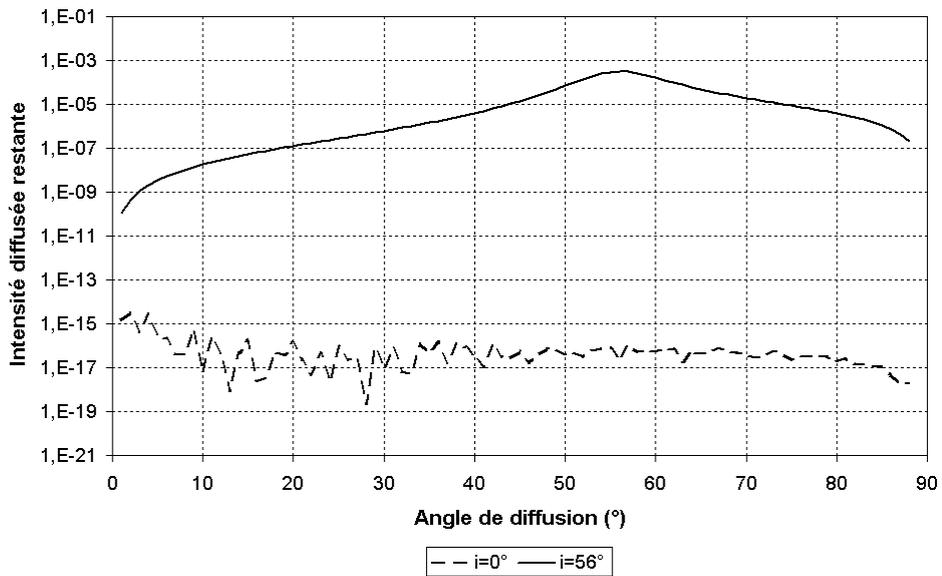


Figure V.3 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion surfacique.

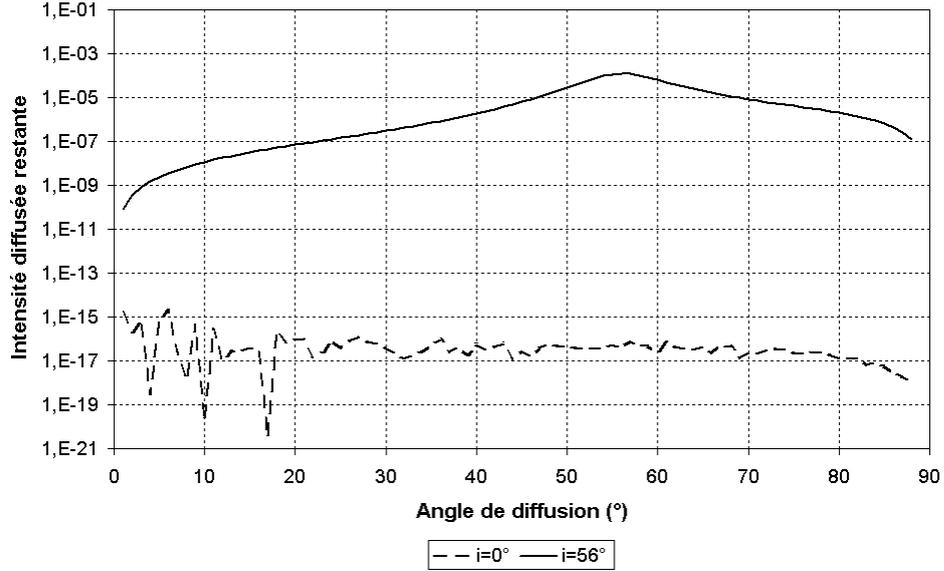


Figure V.4 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion volumique.

Dans le chapitre précédent au paragraphe IV.3.1, on a calculé les paramètres  $\arctan |C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta)|$  et  $\arg(C_{ss}(\theta)/C_{pp}(\theta))$  permettant d'annuler une diffusion par un substrat, d'indice de réfraction 1,50, faiblement rugueux ou peu hétérogène dans le volume. Ces résultats ont montré que les conditions d'annulation pour la surface et le volume sont identiques en incidence normale. Ceci est confirmé ici puisqu'en incidence normale, si on annule une des sources de diffusion, l'intensité restante est négligeable. Par contre en incidence oblique, on a montré que les conditions d'annulation sont différentes, excepté au voisinage de l'angle de diffusion nul pour lequel elles sont proches. On constate en effet qu'après annulation, l'intensité restante est facilement mesurable, sauf aux faibles angles de diffusion. Pour quantifier ces résultats, on va maintenant comparer les intensités diffusées avant et après la transformation  $f$ .

## V.2.2 Efficacités

Les derniers résultats ont montré qu'en annulant une des sources de diffusion, on modifie l'autre. Pour quantifier ce résultat, on calcule le rapport du champ diffusé avant et après réglage des différents éléments pour annuler une des sources de diffusion. On calcule le champ provenant de la source 1 après annulation de la source 2,  $f(z_2, \vec{A}_1)$ , et le champ provenant de la source 1 avant transformation  $\vec{A}_1$ . Puis les indicatrices de diffusion correspondantes sont déterminées, ainsi que la quantité :

$$\epsilon_1 = \frac{I_1 \text{ restant quand on annule 2}}{I_1 \text{ avant annulation de 2}}. \quad (\text{V.46})$$

On quantifie ainsi la modification due au système composé de l'analyseur et du déphaseur, de la source qu'on souhaite observer seule, on notera ce rapport "efficacité 1".

On quantifie également les erreurs dues au calcul numérique en calculant le rapport des intensités provenant d'une des sources avant et après annulation de

celle-ci. Ce rapport est théoriquement nul puisque le champ après annulation devrait être égal à zéro, les valeurs obtenues sont donc dues aux erreurs numériques. Les résultats sont présentés sur les figures V.5 et V.6 pour un éclairage en incidence nulle et de 56°.

Sur la figure V.5, la diffusion de la surface est annulée. On représente le bruit de calcul et le rapport des intensités provenant du volume restante après annulation et avant transformation :

$$\epsilon_{\text{volume}} = \frac{I_{\text{du au volume restant quand on annule la surface}}}{I_{\text{du au volume avant annulation de la surface}}} \tag{V.47}$$

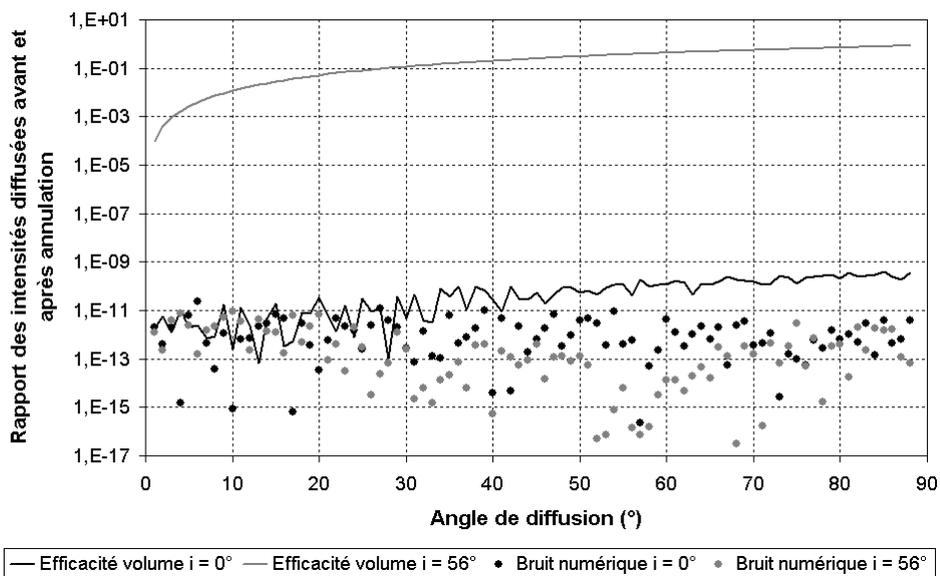


Figure V.5 : Efficacités quand on annule la diffusion de surface.

Sur la figure V.6, la diffusion volumique est annulée. On représente le bruit de calcul et le rapport des intensités provenant de la surface restante après annulation et avant transformation :

$$\epsilon_{\text{surface}} = \frac{I_{\text{du à la surface restant quand on annule le volume}}}{I_{\text{du à la surface avant annulation du volume}}} \tag{V.48}$$

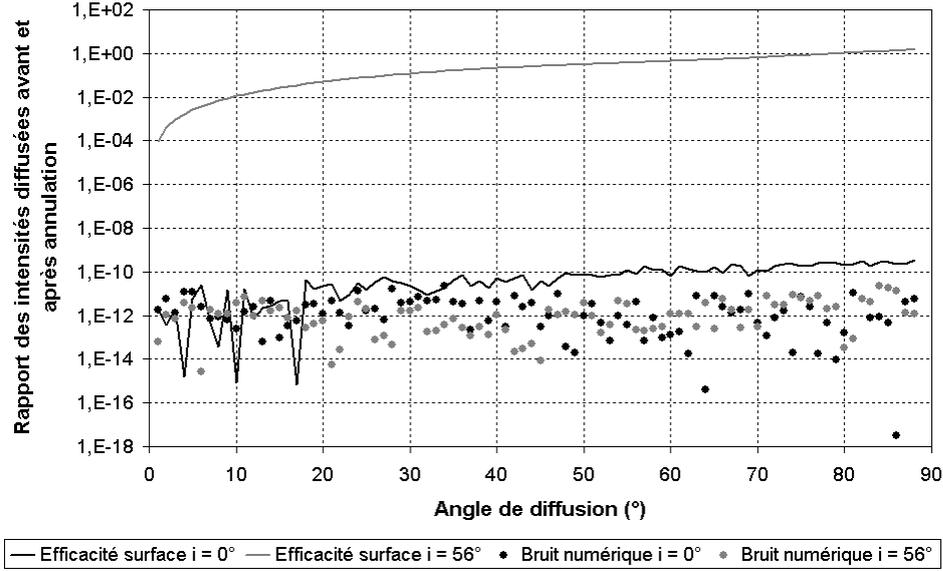


Figure V.6 : Efficacités quand on annule la diffusion de volume.

Les courbes représentées par des points fixent le niveau de bruit numérique. En incidence normale, on ne distingue pas d'intensité restante après annulation de l'autre source de diffusion, puisque les efficacités sont de l'ordre du bruit. Par contre en incidence oblique ( $56^\circ$ ), on constate que l'intensité transformée est de l'ordre de l'intensité avant annulation aux grands angles de diffusion. Ces résultats montrent donc qu'il est possible d'observer sélectivement les différentes sources de diffusion en incidence oblique, et que le contraste sera d'autant meilleur que l'observation se fait aux grands angles de diffusion.

On remarque que, dans le cadre de la théorie du premier ordre, les efficacités ne dépendent pas de la microstructure. En effet dans le cadre de la théorie du premier ordre, le champ diffusé peut s'écrire comme le produit d'un terme, noté  $C$ , ne dépendant que des conditions d'éclairement et d'observation et des indices par la transformée de Fourier du profil de la surface (pour une diffusion surfacique) ou de la variation relative de permittivité (pour une diffusion volumique), ce terme caractérisant la microstructure sera noté ici  $g$  :

$$A(\theta) = C(\theta)g(\theta). \quad (\text{V.49})$$

Le rapport des champs provenant de la source de diffusion 1 après annulation de la source 2 et avant transformation s'écrit donc :

$$\frac{f(z_2, \vec{A}_1)}{A_1} = \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{A_{2s}}{A_{2p}}\right|\right)\left(A_{1s} - \frac{A_{2s}}{A_{2p}}A_{1p}\right)}{A_{1s} + A_{1p}} \quad (\text{V.50})$$

$$= \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{C_{2s}g_2}{C_{2p}g_2}\right|\right)\left(C_{1s}g_1 - \frac{C_{2s}g_2}{C_{2p}g_2}C_{1p}g_1\right)}{C_{1s}g_1 + C_{1p}g_1} \quad (\text{V.51})$$

$$= \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{C_{2s}}{C_{2p}}\right|\right)\left(C_{1s} - \frac{C_{2s}}{C_{2p}}C_{1p}\right)}{C_{1s} + C_{1p}}. \quad (\text{V.52})$$

Le rapport des champs provenant de la source de diffusion 2 après annulation de cette source et avant transformation, quantifiant le bruit numérique, s'écrit donc :

$$\frac{f(z_2, \vec{A}_2)}{A_2} = \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{A_{2s}}{A_{2p}}\right|\right)\left(A_{2s} - \frac{A_{2s}}{A_{2p}}A_{2p}\right)}{A_{2s} + A_{2p}} \quad (\text{V.53})$$

$$= \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{C_{2s}g_2}{C_{2p}g_2}\right|\right)\left(C_{2s}g_2 - \frac{C_{2s}g_2}{C_{2p}g_2}C_{2p}g_2\right)}{C_{2s}g_2 + C_{2p}g_2} \quad (\text{V.54})$$

$$= \frac{\cos\left(\arctan\left|\frac{C_{2s}}{C_{2p}}\right|\right)\left(C_{2s} - \frac{C_{2s}}{C_{2p}}C_{2p}\right)}{C_{2s} + C_{2p}}. \quad (\text{V.55})$$

Ce dernier terme doit en théorie être nul, sa valeur n'est due qu'aux erreurs numériques. Il ne dépend évidemment pas de la microstructure.

### V.3 EXEMPLES EXPÉRIMENTAUX

Les résultats expérimentaux présentés ici sont effectués avec le montage décrit dans le paragraphe IV.2.1 sur la figure IV.5. La source utilisée est un laser HeNe, de longueur d'onde 632,8 nm. Les images acquises avec la caméra CCD ont été réalisées dans les mêmes conditions expérimentales, avec le même temps d'intégration. Elles sont donc comparables entre elles pour une même expérience.

#### V.3.1 Cas de deux surfaces

On considère un substrat de verre sur lequel un empilement a été déposé au centre. L'échantillon est alors éclairé à la fois sur le substrat de verre et sur l'empilement, comme illustré sur la figure V.7. Le substrat de verre correspond à la première source de diffusion et l'empilement diélectrique à la seconde. Les éléments du montage sont réglés pour minimiser une des sources de diffusion. Les résultats sont présentés sur la figure V.7.

- sur l'image de gauche, la diffusion est maximale. Le niveau moyen de gris de l'empilement multicouche est de 182 et celui du substrat de verre de 170. Le rapport des niveaux de diffusion des deux sources est de 1,02, ils sont donc quasiment identiques ;
- sur l'image du milieu la diffusion provenant du substrat de verre est annulée. En effet, le niveau moyen de diffusion du verre est de 10 alors que celui de l'empilement multicouche de 216. On a donc un rapport entre les deux sources de diffusion est de 21,6 ;
- sur l'image de droite, la diffusion provenant de l'empilement multicouche est minimisée. Le niveau moyen de gris de l'empilement, dans la zone où l'on n'observe pas de défauts, est de 84 et celui du substrat de verre est de 186. Le rapport entre les deux niveaux de diffusion des deux surfaces est alors de 0,45.

On parvient à annuler, avec une bonne dynamique (de l'ordre de 20), la diffusion provenant du substrat de verre mais la dynamique entre les minimum et maximum de diffusion de l'empilement est moins grande (de l'ordre de 2,5). En effet, on a vu au paragraphe IV, que les conditions d'annulation dépendent de la microstructure du composant sauf si les couches sont corrélées. Si les couches sont décorréées, les paramètres d'annulation peuvent varier rapidement avec l'angle de diffusion et donc ne pas permettre une annulation sur tout le domaine angulaire. De plus, on constate que l'empilement présente plus de défauts que le substrat. Ces derniers, n'étant pas du premier ordre, ne sont pas annulés avec le multicouche.

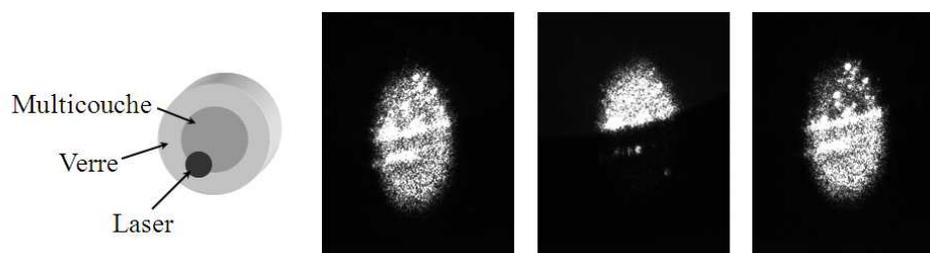


Figure V.7 : Annulation de la diffusion par l'empilement multicouche puis par le substrat de verre, éclairé avec une incidence de  $56^\circ$  et observé avec un angle de diffusion de  $30^\circ$ .

### V.3.2 Annulation d'une image par réflexion

Dans cet exemple, une fiole de verre est remplie d'un liquide diffusant et est éclairée par une source laser. On observe alors la trace du faisceau laser à l'intérieur du liquide diffusant. La seconde face de la fiole de verre réfléchit une partie de la lumière incidente et on observe donc également une image par réflexion de la trace du faisceau dans le liquide diffusant, comme illustré sur la figure V.8. La diffusion par le liquide est la première source de diffusion, l'image de cette diffusion par la fiole de verre est la seconde. Il est alors possible d'annuler les sources de diffusion indépendamment l'une de l'autre.

Sur la figure V.8, la première photographie montre les deux sources de diffusion lorsque la diffusion est maximale, le niveau moyen de gris pour les deux sources est 254 (la caméra est saturée). La deuxième photographie présente ce que l'on obtient lorsqu'on cherche à minimiser la diffusion par le liquide, le niveau moyen de gris est de 10, soit une dynamique entre les minimum et maximum de diffusion supérieure à 25. Dans ce cas, on constate que son image par réflexion n'est pas minimale, son niveau moyen de gris est de 77. Sur la dernière photographie, on a annulé la diffusion provenant de l'image par réflexion qui a alors un niveau moyen de gris de 7, soit une dynamique supérieure à 36, et dans ce cas la diffusion par le liquide n'est pas minimale, son niveau moyen de gris est de 130.

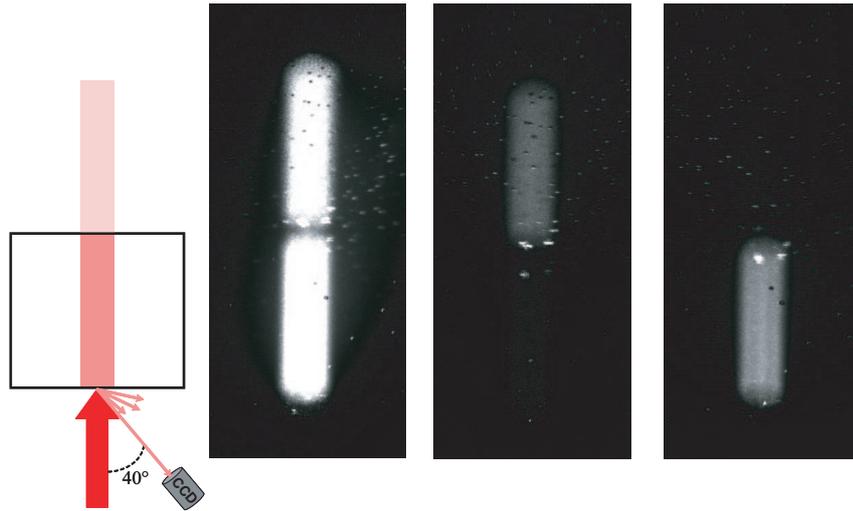


Figure V.8 : Annulation de la diffusion par un liquide diffusant ou de son image par réflexion.

La réflexion par le verre modifie les conditions d'annulation. En effet, si on note  $A_1$  l'amplitude du champ diffusé par le liquide turbide, alors celle de l'image par réflexion sur la face arrière de la fiole est proportionnelle à  $A_2 = rA_1$ , où  $r$  est le coefficient de réflexion de la fiole de verre. Les conditions d'annulation du liquide diffusant sont donc obtenues pour :

$$z_1 = -\frac{A_{1s}}{A_{1p}}, \quad (\text{V.56})$$

alors que celles de l'image par réflexion sont données par :

$$z_2 = -\frac{A_{2s}}{A_{2p}} = -\frac{r_s A_{1s}}{r_p A_{1p}} \quad (\text{V.57})$$

avec  $r_s$  et  $r_p$  les coefficients de réflexion du verre en polarisation s et p.

Sur la figure V.9, on représente la différence entre la position de l'analyseur pour annuler la diffusion par le liquide turbide et celle pour l'annulation de son image par réflexion. Sur la figure V.10, la différence entre les valeurs du déphasage pour l'annulation des deux sources est représentée.

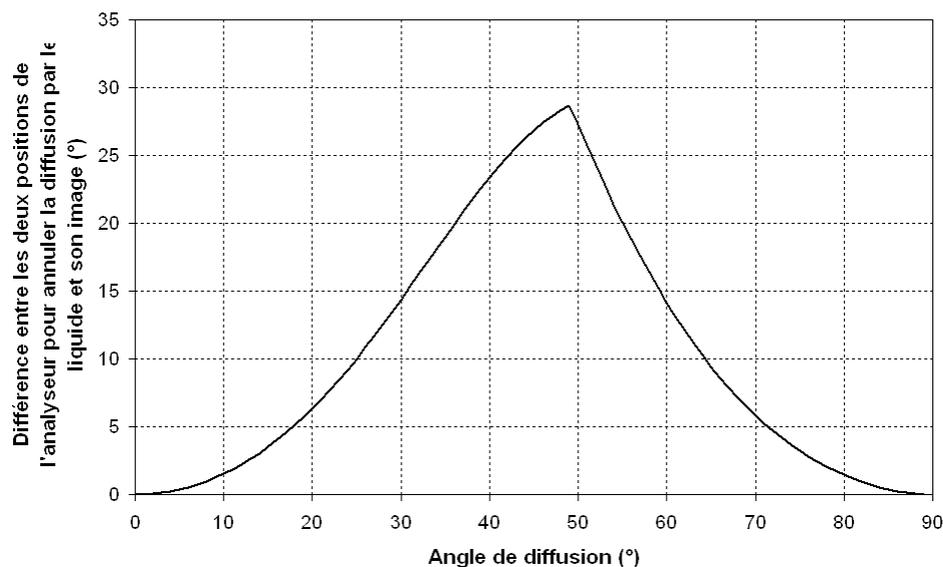


Figure V.9 : Différence entre la position de l'analyseur pour l'annulation de la diffusion par le liquide diffusant et par son image par réflexion.

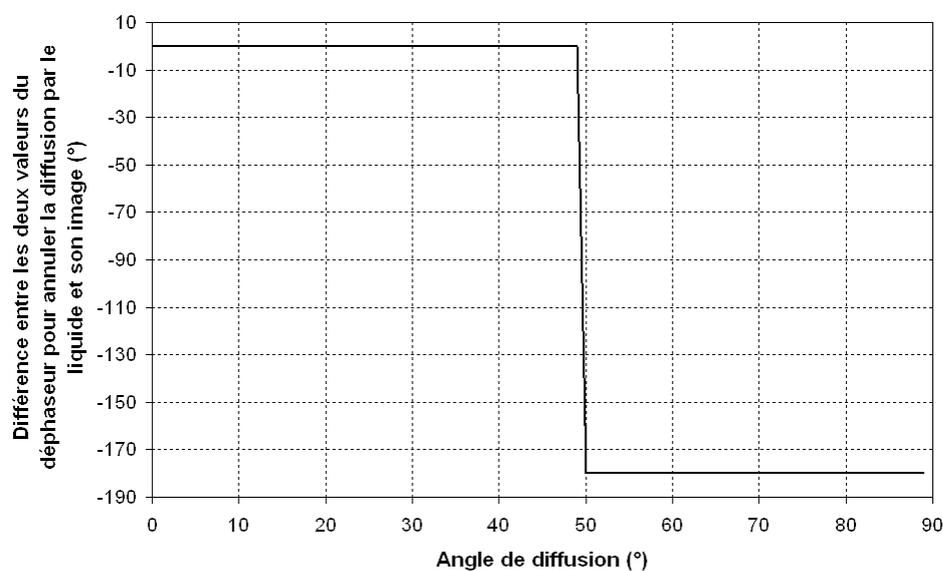


Figure V.10 : Différence entre les valeurs de déphasage pour l'annulation de la diffusion par le liquide diffusant et par son image par réflexion.

La différence entre les positions de l'analyseur pour lesquelles les images présentées sur la figure V.8 ont été mesurées est de  $24,5^\circ$  avec un angle de diffusion de  $40^\circ$ . La valeur théorique étant de  $23,4^\circ$ , on a un bon accord entre les résultats théoriques et expérimentaux. Le déphasage introduit est le même dans les deux cas.

### V.3.3 Annulation de la diffusion des interfaces d'un volume diffusant

On s'intéresse ici au cas où les diffusions de surface et de volume sont présentes simultanément. Pour cela un verre de Zerodur diffusant en volume est considéré. On observe la diffusion par le volume de l'échantillon et la diffusion par ses deux faces, comme le montre la figure V.11.

Sur l'image de gauche, la position de l'analyseur et le déphasage ont été choisis pour maximiser la diffusion par les faces du substrat. Sur l'image de droite, les paramètres sont choisis pour minimiser la diffusion de surface. On observe une diminution importante de la diffusion par les faces de l'échantillon, mais peu de changement de la diffusion par le volume. En effet, le niveau moyen de gris pour la diffusion de surfaces est de 248 (la caméra est saturée sur de nombreux pixels) et celle du volume de 54 sur l'image de gauche, et il est de 86 pour la diffusion par les faces et de 48 pour la diffusion volumique sur l'image de droite. La dynamique entre les minimum et maximum de diffusion pour la surface est donc supérieure à 2,9 alors qu'elle n'est que de 1,1 pour le volume.

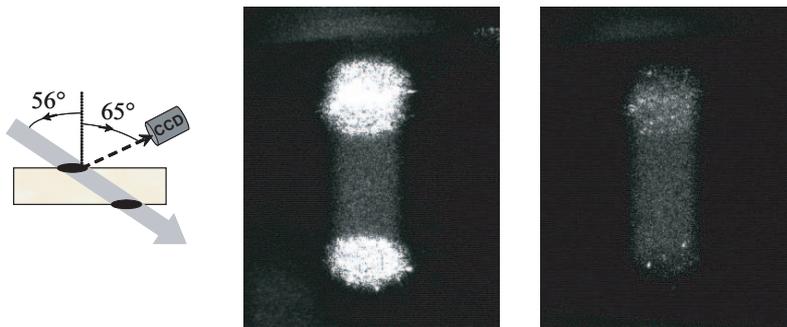


Figure V.11 : Maximum et minimum de diffusion des interfaces d'un échantillon de Zerodur, éclairé avec une incidence de  $56^\circ$  et observé avec un angle de  $65^\circ$ .

Ces résultats montrent la possibilité d'annuler la diffusion de surface indépendamment de la diffusion de volume. Le résultat inverse n'a pas été obtenu, le verre de Zerodur n'étant pas décrit par la théorie du premier ordre. Il est en effet difficile d'obtenir un échantillon à la fois diffusant en surface et en volume au premier ordre, sans que l'un prédomine sur l'autre.

### V.4 ISOLATION D'UNE INTERFACE DANS UN COMPOSANT MULTICOUCHE

On considère un substrat sur lequel il a été déposé  $N$  couches minces. Le champ diffusé par ce composant est la somme des champs diffusés par chaque interface :

$$\vec{E}^d = \sum_{i=1}^N \vec{E}_i^d. \quad (\text{V.58})$$

Il est donc possible de considérer chaque interface comme une source de diffusion et d'appliquer la transformation  $f$ , comme montré au paragraphe V.1.1, pour

annuler le champ provenant de chaque interface tout en conservant ceux provenant des autres.

Ainsi des simulations numériques ont été réalisées pour prévoir les conditions d'annulation de chaque interface.

## V.4.1 Couche unique

Une couche unique de  $\text{TiO}_2$  d'épaisseur optique  $\lambda/4$  déposée sur un substrat de verre d'indice 1,50 est tout d'abord considérée. Le composant est éclairé par une source monochromatique de longueur d'onde 632,8 nm en incidence normale et oblique ( $56^\circ$ ).

### V.4.1.1 Incidence normale

Sur les figures V.12 et V.13 sont représentées les conditions pour annuler le champ diffusé par chacune des deux interfaces, lorsque le composant est éclairé en incidence normale.

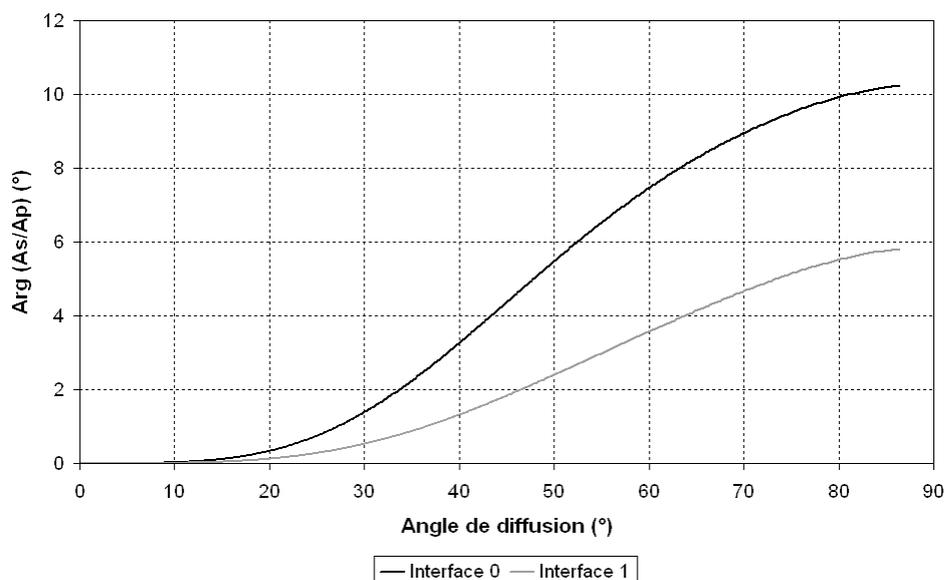


Figure V.12 :  $\arg(A_s/A_p)$  pour chaque interface.

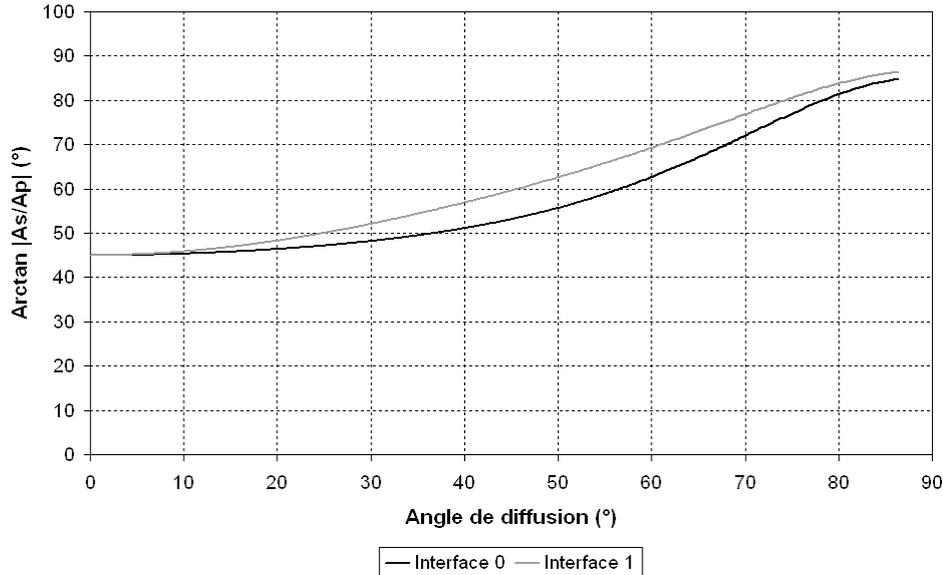


Figure V.13 :  $\arctan |A_s/A_p|$  pour chaque interface.

Les conditions d'annulation de chaque couche sont proches aux faibles angles de diffusion, puis sont différentes aux grands angles. Il sera donc possible d'annuler la contribution de chacune des interfaces aux grands angles de diffusion.

La figure V.14 montre l'intensité diffusée restante après annulation du champ diffusé par une des interfaces.

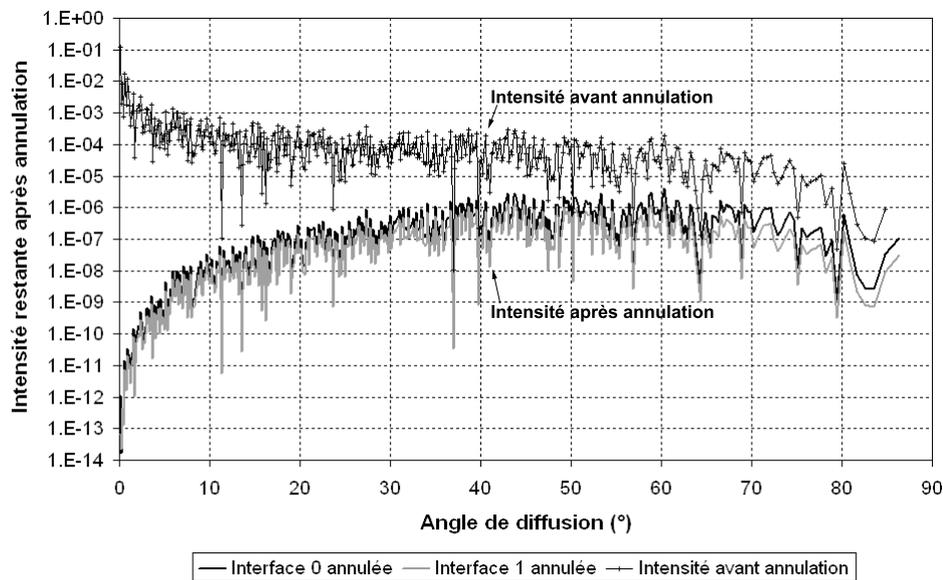


Figure V.14 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion par une des interfaces.

L'intensité restante après annulation de la diffusion par une des interfaces augmente avec l'angle de diffusion. En effet, on a vu qu'aux faibles angles de diffusion les conditions d'annulation sont très proches, la diffusion provenant des deux interfaces s'annule quasiment simultanément. Par contre aux grands angles de

diffusion, il est possible d'observer la diffusion par une des interfaces après annulation de l'autre.

#### V.4.1.2 Incidence oblique

Sur les figures V.15 et V.16 sont représentées les conditions pour annuler le champ diffusé par chaque interface, lorsque le composant est éclairé en incidence oblique.

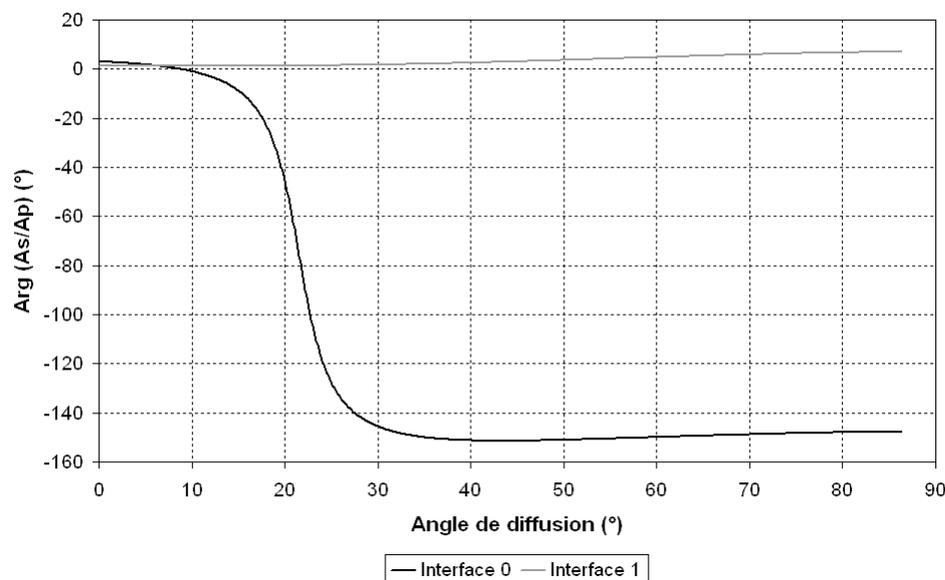


Figure V.15 :  $\arg(A_s/A_p)$  pour chaque interface.

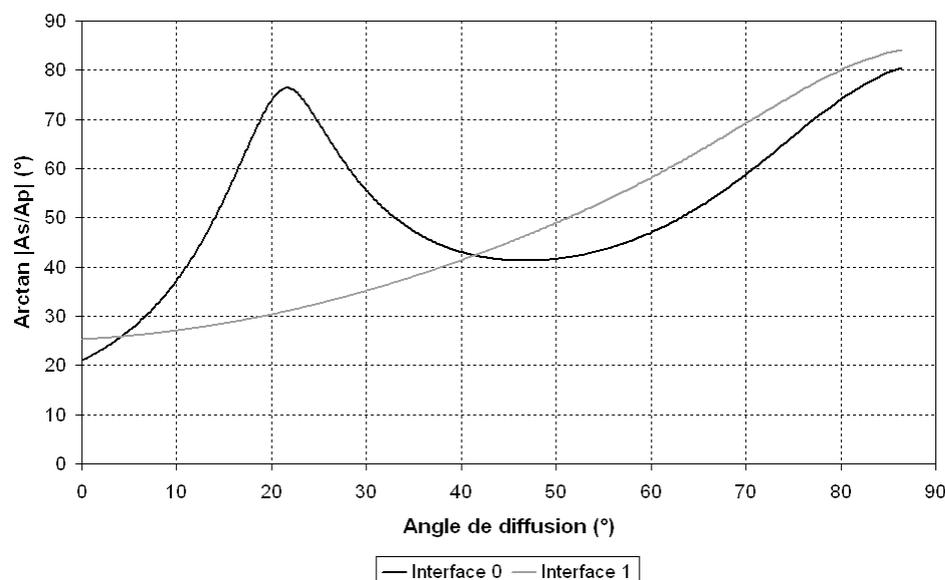


Figure V.16 :  $\arctan|A_s/A_p|$  pour chaque interface.

Les conditions pour annuler l'une ou l'autre des interfaces sont très différentes sauf aux petits angles de diffusion (inférieurs à 10°). Il est donc possible d'observer une des interfaces en annulant l'autre.

La figure V.17 montre l'intensité diffusée restante après annulation du champ diffusé par une des interfaces.

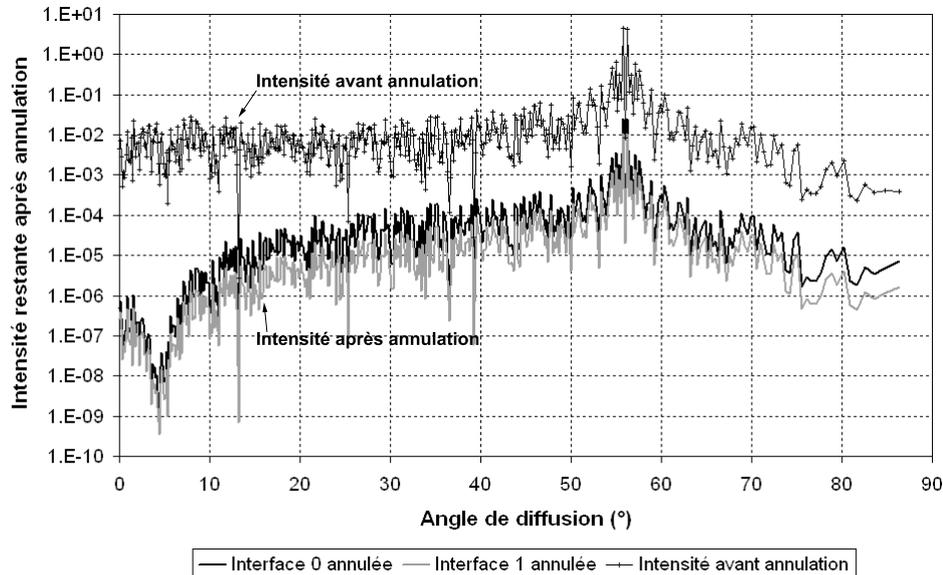


Figure V.17 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion par une des interfaces.

Ces résultats confirment qu'il est possible d'observer chacune des interfaces seule. En effet, les niveaux de diffusion après annulation d'une des sources de diffusion sont importants, pour des angles de diffusion supérieurs à 10°. De plus, on en conclut qu'il est préférable de se placer en incidence oblique pour observer la diffusion de chaque interface puisque les niveaux de diffusion restant après annulation sont plus élevés qu'en incidence normale.

## V.4.2 Empilement composé de trois couches

Une empilement composé de trois couches alternativement de  $\text{TiO}_2$  d'épaisseur optique  $\lambda/2$  et de  $\text{SiO}_2$  est déposé sur un substrat de verre d'indice 1,50. Le composant est éclairé par une source monochromatique de longueur d'onde 632,8 nm en incidence normale et oblique (56°).

### V.4.2.1 Incidence normale

Sur les figures V.18 et V.19 sont représentées les conditions pour annuler le champ diffusé par chaque interface, lorsque le composant est éclairé en incidence normale.

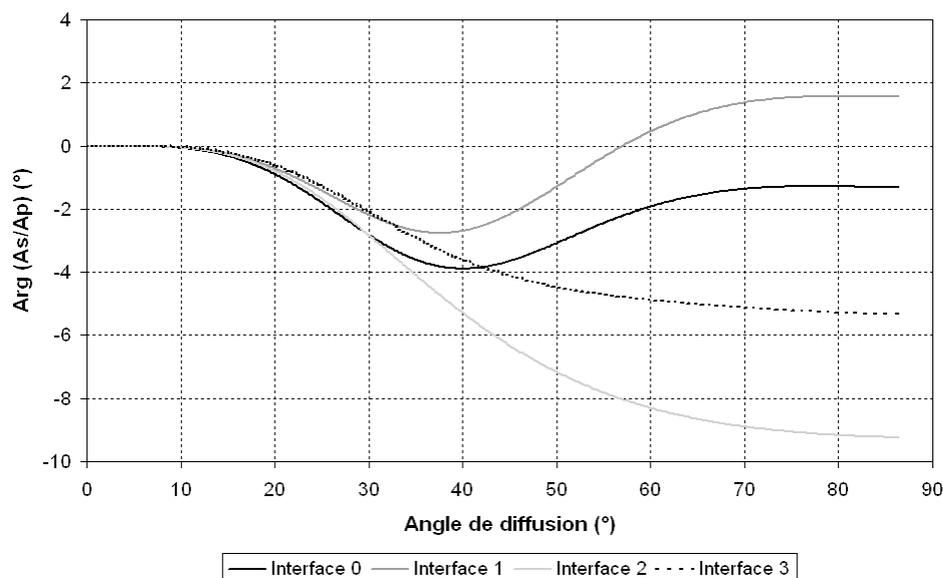


Figure V.18 : Déphasage polarimétrique pour chaque interface.

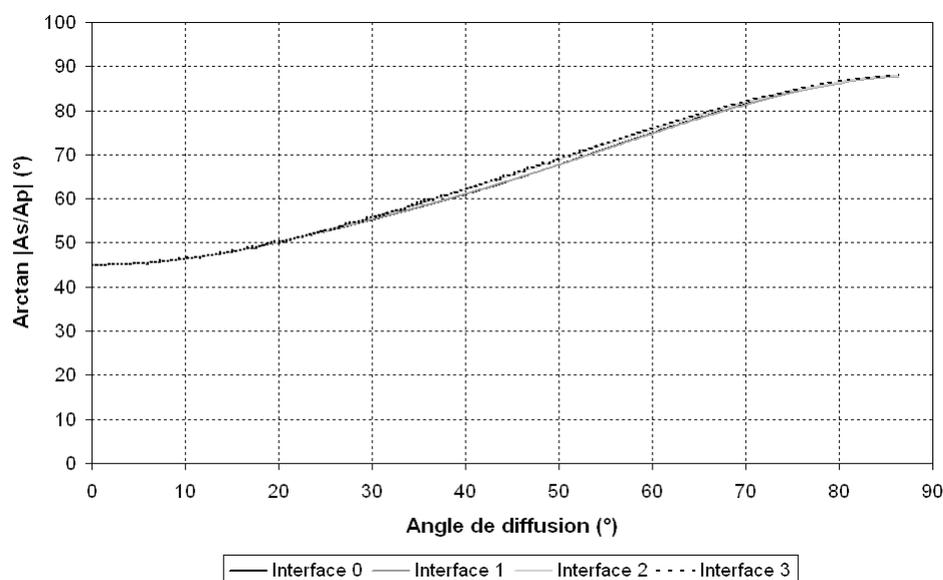


Figure V.19 :  $\arctan |A_s/A_p|$  pour chaque interface.

En incidence normale, comme pour la couche unique, les conditions d'annulation de chaque interface de cet empilement sont très proches, en particulier aux petits angles de diffusion. Il sera donc difficile de les distinguer.

La figure V.20 montre l'intensité diffusée restante après annulation du champ diffusé par une des interfaces.

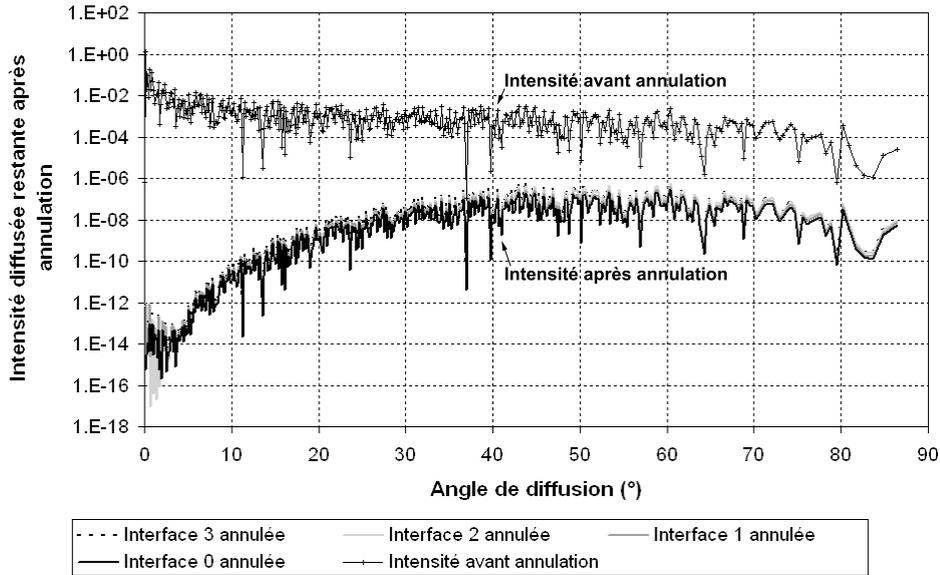


Figure V.20 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion par une des interfaces.

On constate que l'intensité diffusée après annulation d'une des interfaces est faible.

#### V.4.2.2 Incidence oblique

Sur les figures V.21 et V.22 sont représentées les conditions pour annuler le champ diffusé par chaque interface, lorsque le composant est éclairé en incidence oblique.

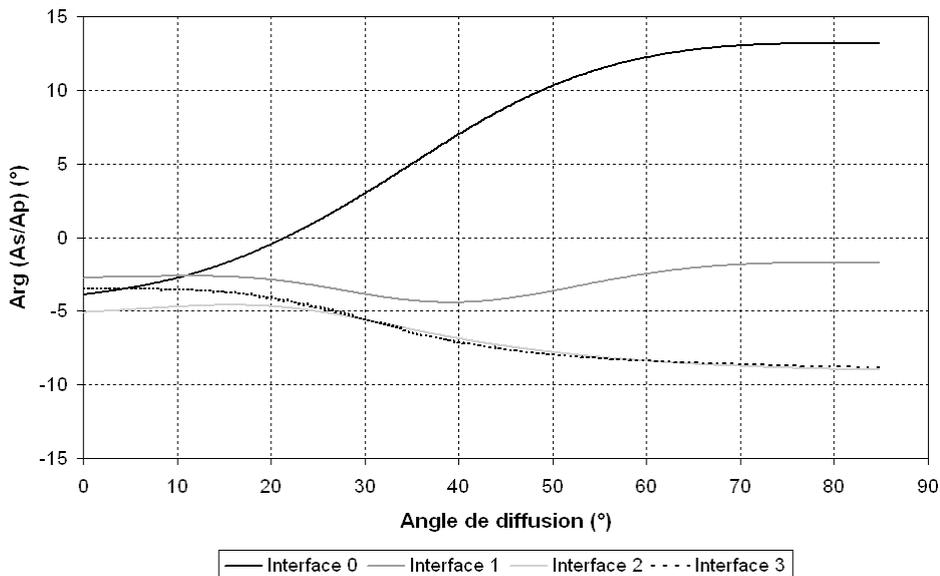


Figure V.21 : Déphasage polarimétrique pour chaque interface.

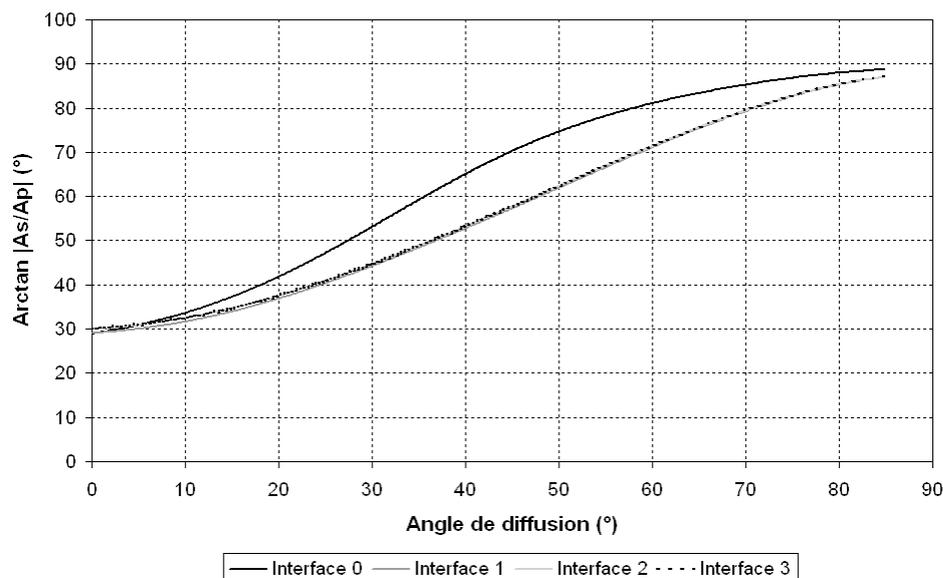


Figure V.22 :  $\arctan |A_s/A_p|$  pour chaque interface

Les conditions pour annuler la diffusion due à chaque interface sont différentes, mais restent peu éloignées les unes des autres.

La figure V.23 montre l'intensité diffusée restante après annulation du champ diffusé par une des interfaces.

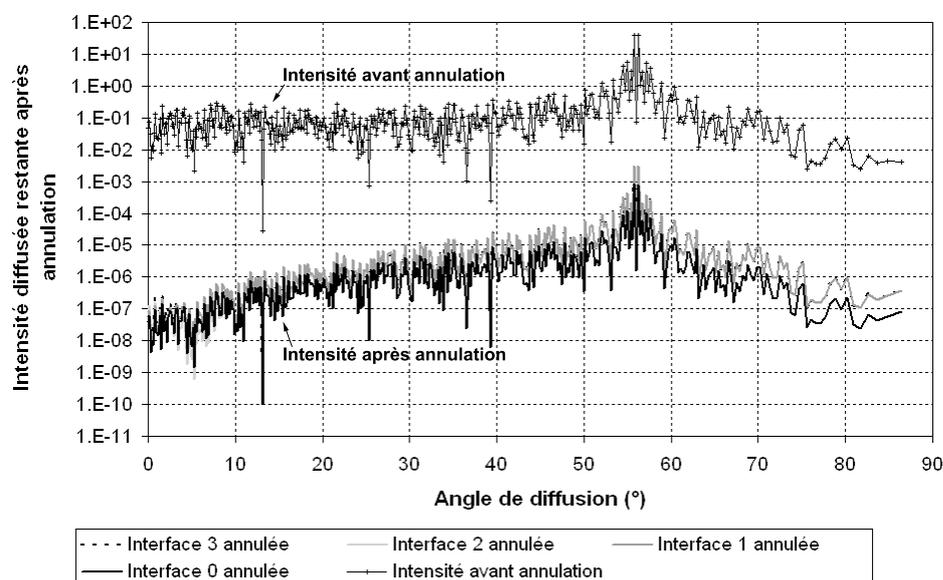


Figure V.23 : Intensité diffusée restante après annulation de la diffusion par une des interfaces.

En incidence oblique, l'intensité diffusée restante après annulation est plus importante qu'en incidence normale. Cependant les conditions d'annulation restent peu éloignées, l'intensité restante est très inférieure à l'intensité diffusée globale par le composant.



# Chapitre VI

## *Cas des fortes diffusions et application à l'imagerie en milieu diffusant*

---

### Sommaire du chapitre VI

---

<b>VI.1 L'imagerie en milieu diffusant : contexte</b> . . . . .	<b>114</b>
<b>VI.2 Généralisation de la procédure : extension aux forts flux</b> . .	<b>115</b>
<b>VI.3 Notions de polarisation</b> . . . . .	<b>116</b>
VI.3.1 Composantes de polarisation . . . . .	116
VI.3.2 Mesure de l'état de polarisation avec un analyseur tournant	118
VI.3.3 Polarisation partielle résultant d'un effet de moyennage . .	120
VI.3.4 Annulation de la diffusion en polarisation partielle . . . . .	121
VI.3.5 Application à l'expérience . . . . .	122
<b>VI.4 Exemples d'imagerie en milieu diffusant</b> . . . . .	<b>124</b>

---

Dans ce dernier chapitre, on aborde les applications du principe de l'annulation sélective des sources pour l'imagerie en milieu diffusant. Le cas des fortes diffusions est abordé. On tente alors de généraliser cette technique d'annulation, et d'en cerner les limites. Par rapport au cas des faibles diffusions, des différences doivent tout d'abord être soulignées :

- des méthodes de calcul rigoureuses doivent être utilisées pour prédire les conditions d'annulation des flux diffusés par des rugosités ou des hétérogénéités arbitraires ;
- les paramètres d'annulation dépendent de la microstructure des échantillons, qu'il n'est pas toujours possible de connaître a priori. Par ailleurs, ces conditions d'annulation varient rapidement avec l'angle de diffusion, ce qui complexifie la mise en oeuvre expérimentale ;
- enfin il faut tenir compte des phénomènes de dépolarisation, qui vont limiter l'extension de la technique. Pour cela on reviendra sur quelques notions de base.

## VI.1 L'IMAGERIE EN MILIEU DIFFUSANT : CONTEXTE

Le caractère non invasif de la lumière a conduit au développement de techniques d'imagerie utilisant un éclairage avec une source optique. De nombreuses applications sont concernées par ces évolutions : la vision à travers les écoulements turbulents, les nuages, les émulsions ou les tissus biologiques... Lorsqu'un milieu diffusant est éclairé, les photons sont diffusés et les techniques d'imagerie consistent en général à traiter les photons transmis ou réfléchis. On distingue en général deux possibilités.

La première utilise les photons dits "balistiques". Ces photons n'ont pas été diffusés et permettent de cartographier le milieu avec une grande résolution spatiale. Mais leur nombre décroît exponentiellement et ils ne permettent pas de sonder le milieu en profondeur. Plusieurs possibilités existent pour sélectionner ces photons :

- par une porte temporelle [57, 58] : les photons "balistiques" n'ayant pas subi de multiples diffusions, ressortent en premier du milieu. Par un système de porte temporelle, ils peuvent donc être séparés des autres photons ;
- par un filtrage spatial : on ne sélectionne que les photons provenant d'une zone bien définie dans le milieu à l'aide d'un trou de filtrage (c'est le principe de la microscopie confocale [59]) ;
- par des effets non linéaires : on utilise les propriétés non linéaires de la matière (microscopie de fluorescence à deux photons [60, 61], génération de second harmonique [62, 63]...);
- par la cohérence temporelle : des interférences entre une onde de référence et l'onde à la sortie du milieu sont mesurées en faisant varier la différence de marche. Il est ainsi possible de connaître la position des diffuseurs dans le milieu. Cette technique est la tomographie de cohérence optique [64, 65].

Ces différentes techniques ont permis le développement de nombreuses applications.

Une autre possibilité consiste à étudier directement les photons diffusés. Un premier exemple de ce type de technique consiste à utiliser conjointement la lumière et les ultrasons. Un faisceau d'ultrasons modulé est focalisé dans le milieu

à sonder, les structures présentes dans le milieu vont vibrer plus ou moins selon leur composition. La figure de speckle obtenue va ainsi "clignoter" différemment selon les propriétés des structures [32]. Il est également possible d'étudier les propriétés polarimétriques de l'onde diffusée [66, 67, 68]. On parle ainsi d'imagerie polarimétrique, laquelle s'applique d'ailleurs au cas des photons balistiques ou diffusés. Cette technique est largement utilisée pour des applications de type défense ou satellitaire, ou biomédicales. Associée au traitement d'image, elle fournit des avantages notables lorsque l'objet à identifier a un comportement polarimétrique différent de la scène environnante.

La technique présentée jusqu'ici s'apparente aux méthodes polarimétriques. On rappelle que son originalité réside dans le balayage de tous les "zéros ellipsoïdiques" de la lumière diffusée, chacun des ces "zéros" étant susceptible de restituer de façon sélective l'image ou la scène recherchée.

## **VI.2 GÉNÉRALISATION DE LA PROCÉDURE : EXTENSION AUX FORTS FLUX**

Comme décrit au chapitre IV, la technique d'annulation sélective n'est pas limitée par le niveau de diffusion ou par le type de composant, à condition que la lumière soit parfaitement polarisée. Cependant une des différences essentielles par rapport au cas des faibles diffusions est que les conditions d'annulation dépendent de la microstructure des échantillons. Celle-ci n'étant pas connue a priori, il faut rechercher les conditions permettant l'annulation grâce à un balayage des différents paramètres (déphasage et angle de l'analyseur dans le cas d'un montage avec un retardateur ou angles des polariseur et analyseur dans le cas d'un montage avec une lame quart d'onde).

Toutefois le problème est plus simple si on souhaite éliminer la lumière globale. Considérons en effet un échantillon très hétérogène. On commence par mesurer les modules du champ  $|A_s|$  et  $|A_p|$ , et le déphasage polarimétrique  $\delta$  à une longueur d'onde donnée. Avec ces grandeurs mesurées, on peut calculer  $\arctan |A_s/A_p|$  et  $\arg(A_s/A_p)$  et ainsi déterminer les conditions d'annulation. Une nouvelle mesure peut alors être effectuée en appliquant les paramètres permettant l'annulation ainsi mesurés. On observe donc, pour une lumière polarisée, des niveaux de diffusion réduits, voire annulés. Il est également possible de rechercher empiriquement le minimum de diffusion en balayant les différents paramètres du montage.

On note cependant une difficulté essentielle qui apparaît lorsqu'une annulation sélective est recherchée plutôt qu'une annulation globale. En effet, on a vu que la méconnaissance de la microstructure peut être compensée, dans le cas d'une annulation globale, par une mesure préliminaire du champ diffusé et du déphasage polarimétrique de l'échantillon. À l'inverse, pour une annulation sélective, cette méconnaissance ne peut être compensée que s'il est possible de mesurer séparément et dans les mêmes conditions l'objet à annuler et la scène dont on veut s'affranchir. Si ce n'est pas le cas, on sera contraint de balayer tous les paramètres, et de repérer visuellement les positions pour lesquelles on obtient les images recherchées.

Un exemple de résultat pour un échantillon totalement diffusant est présenté sur la figure VI.1. On mesure un échantillon lambertien métallique une première

fois pour mesurer le niveau de diffusion, puis on cherche de manière empirique les paramètres du montage permettant de le minimiser pour chaque angle de diffusion.

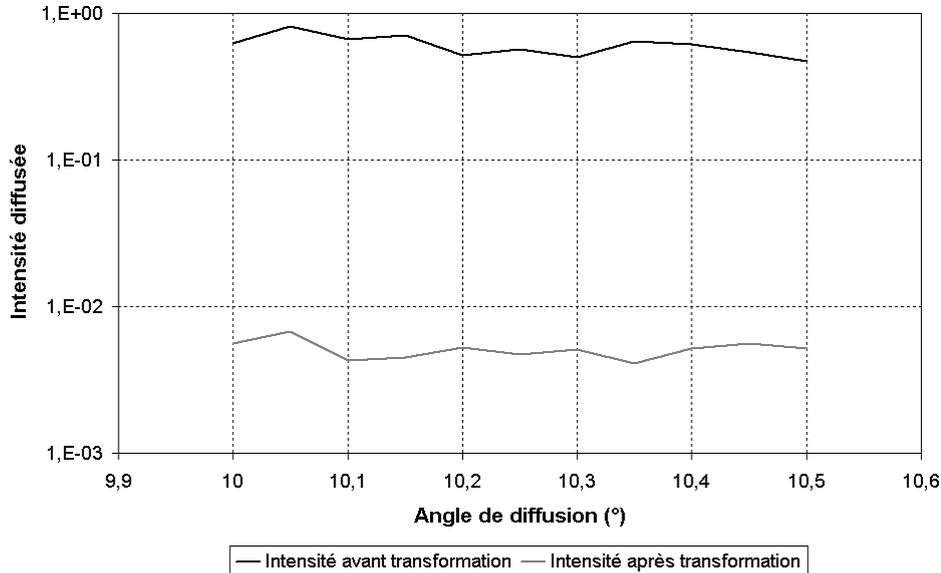


Figure VI.1 : Mesure d'un échantillon lambertien métallique, avant et après transformation pour minimiser la diffusion.

Les intensités diffusées sur la figure VI.1 sont mesurées entre 10° et 10,5°, avec un pas angulaire de 0,05°. Le niveau de diffusion de l'échantillon se situe au voisinage de la valeur théorique  $\cos \theta / \pi$  du lambertien. Après réglage des différents paramètres du montage, le niveau est considérablement réduit, approximativement d'un facteur 100. Ce résultat montre que la technique d'annulation peut se généraliser aux cas des fortes diffusions.

Toutefois dans ce cas, les phénomènes de dépolarisation, qui vont constituer la limite de la méthode d'annulation sélective, doivent être considérés. Des notions de base sont tout d'abord rappelées.

### VI.3 NOTIONS DE POLARISATION

La polarisation de la lumière est en général parfaitement définie dans le cas d'un faisceau monochromatique et parallèle [69].

#### VI.3.1 Composantes de polarisation

Considérons une onde plane monochromatique d'amplitude complexe  $\vec{A}$  diffusée dans la direction  $(\theta, \phi)$  :

$$\vec{A} = \vec{A}_s + \vec{A}_p \tag{VI.1}$$

avec les amplitudes complexes :

$$A_s = |A_s| e^{i\delta_s} \quad (\text{VI.2})$$

$$A_p = |A_p| e^{i\delta_p}. \quad (\text{VI.3})$$

Le champ réel s'écrit donc :

$$\vec{E} = \text{Re} \left[ \left( \vec{A}_s + \vec{A}_p \right) e^{-i\omega t} \right] \quad (\text{VI.4})$$

où  $\omega = 2\pi c/\lambda$  est la pulsation temporelle,  $c$  et  $\lambda$  étant respectivement la vitesse de la lumière et la longueur d'onde dans le vide.

Le champ réel vibre ainsi dans le plan perpendiculaire au vecteur d'onde avec deux composantes orthogonales :

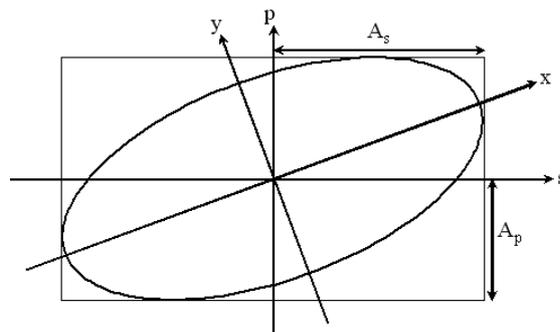
$$E_s = |A_s| \cos \left[ \omega \left( t - \frac{\delta_s}{\omega} \right) \right] \quad (\text{VI.5})$$

$$E_p = |A_p| \cos \left[ \omega \left( t - \frac{\delta_p}{\omega} \right) \right]. \quad (\text{VI.6})$$

A l'instant  $t$  la position angulaire du champ, dans le plan orthogonal au vecteur d'onde, est définie par  $\kappa$  tel que :

$$\tan \kappa = \frac{E_p}{E_s} = \frac{|A_p| \cos \left[ \omega \left( t - \frac{\delta_p}{\omega} \right) \right]}{|A_s| \cos \left[ \omega \left( t - \frac{\delta_s}{\omega} \right) \right]}. \quad (\text{VI.7})$$

Dans le cas général, l'angle  $\kappa$  est fonction du temps et l'extrémité du champ décrit une ellipse. La polarisation est dite elliptique et un exemple d'ellipse de polarisation est représenté sur la figure VI.2. Lorsque les retards entre les deux composantes sont identiques ( $\delta_s = \delta_p$ ), la direction du champ est constante au cours du temps, la polarisation est rectiligne. Le cas de la lumière non polarisée (ou naturelle) est décrit en considérant  $\delta_s - \delta_p$  comme une variable aléatoire. On note également que toute interaction de l'onde avec un objet modifie les retards  $\delta_s$  et  $\delta_p$ , et donc l'ellipse de polarisation.



*Figure VI.2 : Schéma d'une ellipse décrite par l'extrémité du champ électrique dans un plan perpendiculaire à la direction de propagation.*

### VI.3.2 Mesure de l'état de polarisation avec un analyseur tournant

De façon générale, les deux états de polarisation n'interfèrent pas, parce que les composantes sont orthogonales. En effet un détecteur délivre une grandeur constante et proportionnelle au carré du champ :

$$I = \left| \vec{A}_s + \vec{A}_p \right|^2 = \left| \vec{A}_s \right|^2 + \left| \vec{A}_p \right|^2 + 2\text{Re} \left[ \vec{A}_s \vec{A}_p \right] = \left| \vec{A}_s \right|^2 + \left| \vec{A}_p \right|^2. \quad (\text{VI.8})$$

A l'inverse, on obtient des interférences en projetant les composantes de polarisation sur l'axe d'un analyseur, orienté avec un angle  $\psi$  par rapport à la direction  $s$ . La somme algébrique complexe s'écrit alors :

$$A = A_s \cos \psi + A_p \sin \psi. \quad (\text{VI.9})$$

Sur un détecteur on mesure alors une quantité proportionnelle à :

$$I = |A|^2 \quad (\text{VI.10})$$

$$= |A_s|^2 \cos^2 \psi + |A_p|^2 \sin^2 \psi + 2 \cos \psi \sin \psi |A_s A_p| \cos (\delta_s - \delta_p) \quad (\text{VI.11})$$

$$= |A_s|^2 \cos^2 \psi + |A_p|^2 \sin^2 \psi + \sin 2\psi |A_s A_p| \cos (\delta_s - \delta_p). \quad (\text{VI.12})$$

Une rotation de l'analyseur conduit à une modulation de la courbe  $I(\psi)$  qui permet d'en déduire les grandeurs  $|A_s/A_p|$  et  $\delta = \delta_s - \delta_p$ . La polarisation se détecte ici à partir de la modulation introduite par le terme croisé  $A_s \bar{A}_p$ . Dans le cas particulier où  $A_s = A_p$ , lorsque l'angle  $\psi$  décrit l'intervalle  $[0, 2\pi]$ , le signal normalisé oscille entre un minimum et un maximum proportionnel à [45] :

$$F_{max} = 1 + \cos \delta \quad (\text{VI.13})$$

$$F_{min} = 1 - \cos \delta. \quad (\text{VI.14})$$

La différence entre les maximum et minimum de cette courbe est égale à  $2 \cos \delta$ . La modulation observée donne donc directement accès au terme de déphasage polarimétrique. Pour  $\cos \delta = 0,5$ , ce signal est représenté sur la figure [VI.3](#).

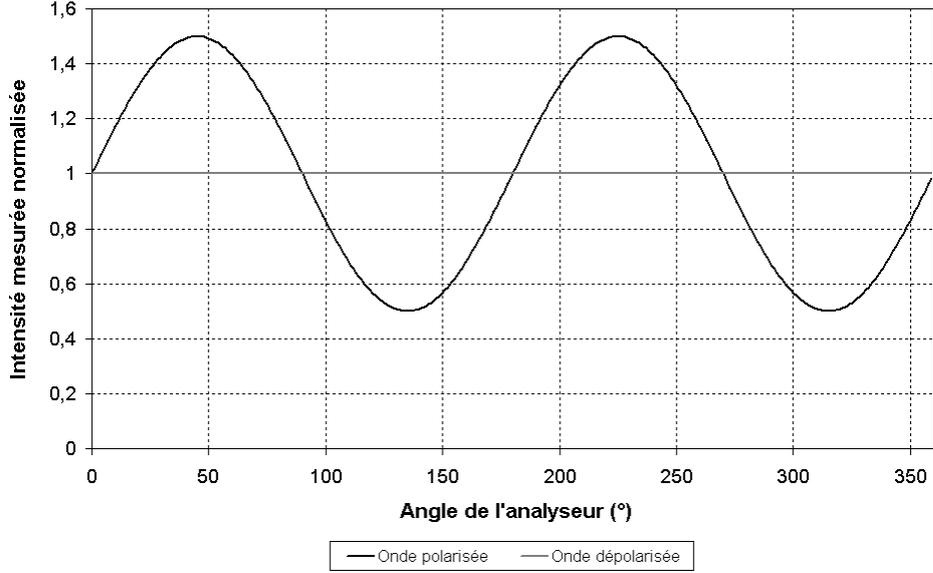


Figure VI.3 : Variation du signal mesuré par ellipsométrie en fonction de l'angle de rotation de l'analyseur.

A l'inverse, on parle de dépolarisation lorsqu'aucune modulation n'est détectée, comme le montre la figure VI.3. Ceci revient à considérer  $\delta_s - \delta_p$  comme une variable aléatoire (cas de la lumière naturelle), ce qui annule le terme croisé de la relation VI.12 :

$$I^* = \langle |A_s|^2 \cos^2 \psi + |A_p|^2 \sin^2 \psi + \sin 2\psi |A_s A_p| \cos(\delta_s - \delta_p) \rangle = |A_s|^2 \cos^2 \psi + |A_p|^2 \sin^2 \psi. \quad (\text{VI.15})$$

On peut remarquer ici que cette mesure ne permet pas clairement de détecter un état partiel de polarisation. En effet, une polarisation partielle réduira simplement le contraste de la courbe  $I(\psi)$ , lequel sera interprété pour une valeur différente du déphasage polarimétrique. Pour résoudre cette ambiguïté, on peut introduire en amont un déphaseur sur le faisceau, qui permettra de balayer tous les états de polarisation. Avec ce déphaseur, on retrouve la transformation  $f$  précédemment définie et donnée par :

$$f(\vec{A}) = A_s \cos \psi + A_p \sin \psi e^{i\Delta\eta^*} \quad (\text{VI.16})$$

où  $\Delta\eta^*$  est le déphasage introduit par le déphaseur. On mesure alors sur un détecteur quadratique une quantité proportionnelle à :

$$I' = |A_s|^2 \cos^2 \psi + |A_p|^2 \sin^2 \psi + 2 \sin \psi \cos \psi |A_s A_p| \cos(\delta - \Delta\eta^*). \quad (\text{VI.17})$$

Avec cette nouvelle expression, on pourra toujours ajuster le déphaseur pour que le cosinus soit égal à  $\pm 1$ , pour obtenir des extrema donnés par :

$$I'_{max} = (|A_s| \cos \psi + |A_p| \sin \psi)^2 \quad \text{si } \Delta\eta^* = \delta \quad (\text{VI.18})$$

$$I'_{min} = (|A_s| \cos \psi - |A_p| \sin \psi)^2 \quad \text{si } \Delta\eta^* = \delta - \pi. \quad (\text{VI.19})$$

En choisissant maintenant l'angle  $\psi$  de l'analyseur tel que  $\tan \psi = \pm \left| \frac{A_s}{A_p} \right|$ , on constate que la courbe  $I'(\psi)$  passera toujours par des valeurs nulles (à l'efficacité des composants près), contrairement au cas précédent (en l'absence de déphaseur) où le cosinus ne peut être ajusté. Dans ces conditions toute lumière non parfaitement polarisée réduira le contraste et pourra mieux être détectée par l'absence de zéro quand les paramètres  $\Delta\eta^*$  et  $\psi$  varient. On aborde maintenant de façon plus explicite les phénomènes de dépolarisation.

### VI.3.3 Polarisation partielle résultant d'un effet de moyennage

L'expression précédente suppose que la polarisation du champ ne varie pas dans l'angle solide de mesure du détecteur. Dans le cas contraire, il faut procéder à une intégration. On considère ainsi que dans l'angle solide  $\Delta\Omega$  du détecteur est collecté le paquet d'ondes planes donné par :

$$\vec{E} = \int_{\vec{\sigma}} \vec{A}(\vec{\sigma}) e^{i\vec{k}(\vec{\sigma})\vec{\rho}} d\vec{\sigma} \quad (\text{VI.20})$$

où  $\vec{\sigma}$  est la pulsation spatiale,  $\vec{k}$  est le vecteur d'onde de chaque composante,  $\vec{\rho}$  est le vecteur position et  $\vec{A} = \vec{A}_s + \vec{A}_p$ .

L'intégration est effectuée sur un domaine fréquentiel  $\Delta\sigma$  correspondant à l'ouverture angulaire  $\Delta\theta$  du détecteur avec :

$$\Delta\sigma = \frac{2\pi}{\lambda} \cos \theta \Delta\theta. \quad (\text{VI.21})$$

On note que le faisceau incident étant parfaitement polarisé, il en est de même de chaque composante du paquet d'onde diffusé, conformément à la résolution des équations de Maxwell. On place un analyseur sur le trajet de ce paquet d'onde. En supposant pour simplifier que le polariseur est peu sensible à l'ouverture angulaire de l'onde dans le détecteur, on obtient la somme algébrique :

$$E' = \int_{\vec{\sigma}} (A_s(\vec{\sigma}) \cos \psi + A_p(\vec{\sigma}) \sin \psi) e^{i\vec{k}(\vec{\sigma})\vec{\rho}} d\vec{\sigma} \quad (\text{VI.22})$$

$$= \cos \psi \int_{\vec{\sigma}} A_s(\vec{\sigma}) e^{i\vec{k}(\vec{\sigma})\vec{\rho}} d\vec{\sigma} + \sin \psi \int_{\vec{\sigma}} A_p(\vec{\sigma}) e^{i\vec{k}(\vec{\sigma})\vec{\rho}} d\vec{\sigma}. \quad (\text{VI.23})$$

Avec un détecteur quadratique, on mesure une grandeur proportionnelle au flux sur le détecteur du vecteur de Poynting du paquet d'onde  $E'$ , donné par :

$$\frac{2\omega\mu}{4\pi^2} P = \cos^2 \psi \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_s|^2 d\vec{\sigma} + \sin^2 \psi \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_p|^2 d\vec{\sigma} + 2 \sin \psi \cos \psi \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_s A_p| \cos \delta d\vec{\sigma} \quad (\text{VI.24})$$

avec  $\mu$  la perméabilité,  $\alpha = \frac{2\pi}{\lambda} n \cos \theta$  et  $\delta = \delta_s - \delta_p$

On pose :

$$P_u = \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_u|^2 d\vec{\sigma} \quad (\text{VI.25})$$

avec  $u$  désignant les polarisations s ou p. Et par analogie, on définit :

$$\cos \delta^* = \frac{1}{\sqrt{P_s P_p}} \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_s A_p| \cos \delta \, d\vec{\sigma} \leq 1. \quad (\text{VI.26})$$

On obtient une relation similaire à celle obtenue pour une seule onde plane :

$$\frac{2\omega\mu}{4\pi^2} P = \cos^2 \psi P_s + \sin^2 \psi P_p + 2 \sin \psi \cos \psi \sqrt{P_s P_p} \cos \delta^*. \quad (\text{VI.27})$$

La relation VI.26 montre ainsi que c'est bien la nature statistique du terme de déphasage polarimétrique  $\delta$  dans l'angle solide de mesure, qui réduit la valeur du contraste et conduit à une perte de polarisation. On note également dans tous les cas que pour une polarisation partielle, la mesure délivre toujours un terme de déphasage polarimétrique apparent donné par  $|\cos \delta^*|$ .

Toutefois on va voir qu'il s'agit d'une polarisation apparente, due à une polarisation partielle de la lumière diffusée.

### VI.3.4 Annulation de la diffusion en polarisation partielle

Si la polarisation apparente définie par  $\cos \delta^*$  caractérisait un état de polarisation, on devrait être capable dans tous les cas d'annuler la lumière diffusée grâce à la technique d'annulation sélective. On ré-écrit donc la transformation  $f$  pour un paquet d'ondes planes défini par :

$$\vec{E}_u = \int_{\vec{\sigma}} \vec{A}_u e^{i\vec{k}\cdot\vec{\rho}} d\vec{\sigma} \quad (\text{VI.28})$$

où  $u$  désigne la polarisation s ou p, et donc :

$$f(\vec{E}) = \cos \psi \int_{\vec{\sigma}} \vec{A}_s e^{i\vec{k}\cdot\vec{\rho}} d\vec{\sigma} + \sin \psi e^{i\Delta\eta^*} \int_{\vec{\sigma}} \vec{A}_p e^{i\vec{k}\cdot\vec{\rho}} d\vec{\sigma}. \quad (\text{VI.29})$$

Le flux du vecteur de Poynting donnerait alors un terme croisé sous la forme :

$$\cos \delta^* = \frac{1}{\sqrt{P_s P_p}} \int_{\vec{\sigma}} \alpha |A_s A_p| \cos [\delta(\vec{\sigma}) - \Delta\eta^*] d\vec{\sigma}. \quad (\text{VI.30})$$

Comme on l'a vu au paragraphe VI.3.3, l'annulation des minima de la courbe  $P(\psi)$ , nécessaire à la procédure d'imagerie sélective, ne peut s'obtenir que pour des valeurs extrémales de  $\cos \delta^*$ . Ceci n'est plus possible en général en raison du fait que  $\Delta\eta^*$  est constant dans l'angle solide de mesure, contrairement à  $\delta(\vec{\sigma})$ . Il faudrait en effet, pour satisfaire la condition  $\cos \delta^* = \pm 1$ , imposer les conditions :

$$\delta(\theta) - \Delta\eta^* = m\pi \quad (\text{VI.31})$$

$$\frac{A_s}{A_p}(\theta) = 1. \quad (\text{VI.32})$$

En conséquence, on ne pourra pas parler de polarisation définie par  $\cos \delta^*$ , mais d'une dépolarisation partielle qui transforme les "zéros ellipsométriques" par des minima. Ces considérations identifient ainsi les limites de validité de la méthode, liées à la dérivée du terme de déphasage polarimétrique par rapport à la direction

de diffusion. Il apparaît malgré tout et de façon extrême, que la technique fonctionnerait encore à l'infini.

### VI.3.5 Application à l'expérience

Pour prévoir les phénomènes de dépolarisation, il faudrait évaluer la dérivée du terme de phase pour différents types de microstructures d'échantillons, et dans différents secteurs angulaires. Les premiers calculs numériques ont montré que la dérivée présente des variations lentes pour les objets (surfaces ou volumes) à grande longueur de corrélation [70]. Ces résultats expliquent qu'il a été possible de mesurer une réduction de la diffusion par l'échantillon lambertien métallique, présentée sur la figure VI.1, ces pentes mesurées par microscopie n'excédant pas 20%.

On va maintenant examiner de façon empirique la dépolarisation provoquée par différents échantillons, en en mesurant la dynamique (maximum et minimum de signal).

Tout d'abord on utilise un détecteur relié à une fibre optique de diamètre 1 mm placée à 20 cm de l'échantillon, l'angle solide de mesure est alors de 0,02 msr. L'angle d'observation est fixé à 10°. Sur la figure VI.4, les maximum et minimum de diffusion pour deux échantillons lambertien et pour une résine sont représentés.

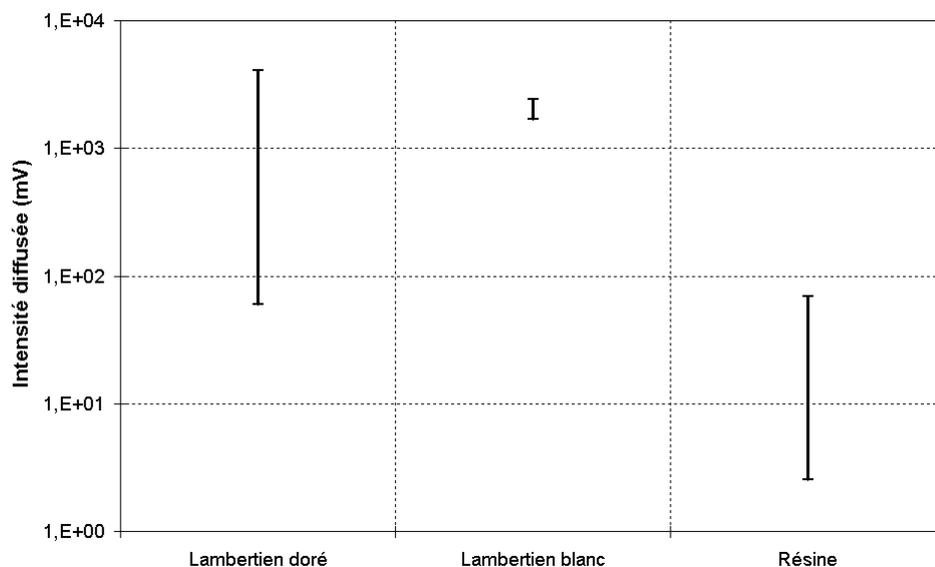


Figure VI.4 : Dynamique de variations entre les maximum et minimum de diffusion pour différents types d'échantillons.

La figure VI.5 donne les rapports entre les maximum et minimum de diffusion pour ces échantillons. On constate que la dynamique mesurée par l'échantillon lambertien diélectrique, diffusant en volume est très faible, elle est en effet de 1,4, par comparaison à celle du lambertien métallique, pour lequel une dynamique de 68 est mesurée. Cela signifie que ce lambertien diélectrique provoque une forte dépolarisation de la lumière. La dynamique mesurée pour une résine est quant à elle de 27. On note que dans chacun de ces cas on mesurerait une valeur de  $\cos \delta^*$  qui pourrait être interprétée comme caractéristique d'un état de polarisation, mais qui traduirait en fait une polarisation partielle.

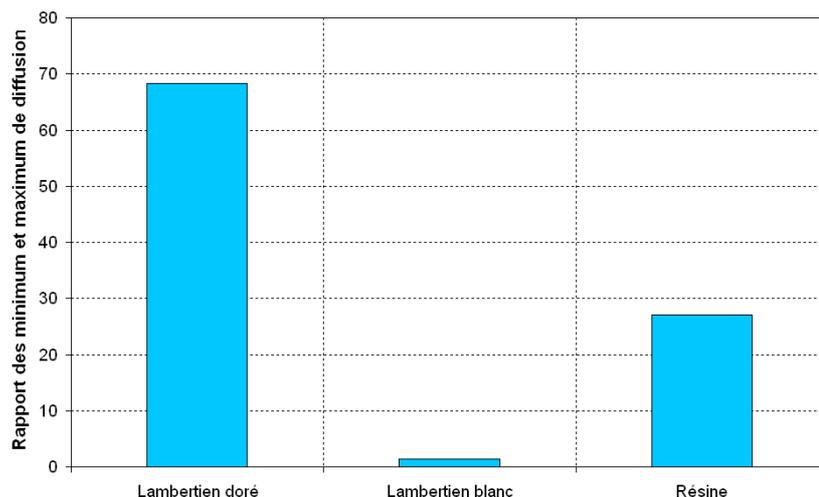


Figure VI.5 : Rapport des maximum et minimum de diffusion pour deux échantillons lambertiens et une résine.

Une deuxième série de mesure est donnée sur la figure VI.6. La mesure est cette fois effectuée avec une caméra CCD. On mesure une dynamique importante dans le cas d'une surface doucie (pour laquelle on n'a pas de réflexion spéculaire). Cette dynamique est par contre réduite dans le cas du verre de Zerodur (diffusion de volume), en dépit de ses faibles niveaux de diffusion ; ce résultat peut s'interpréter par le fait que les inclusions dans le verre présentent un indice très différent de celui de la matrice, et ne suivent pas en conséquence les prédictions du premier ordre. Enfin, pour des échantillons de tissu animal et d'agar-agar, la dynamique est également réduite.

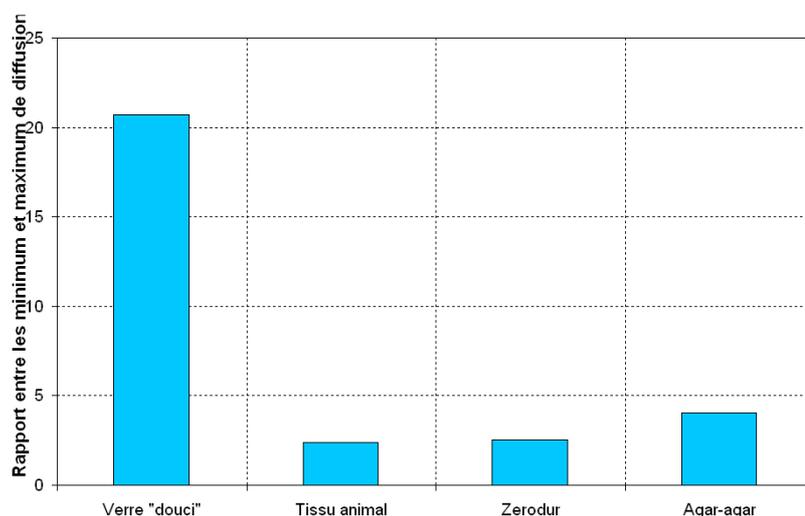


Figure VI.6 : Rapport des maximum et minimum de diffusion mesurés.

De façon générale, l'annulation ou la réduction de la diffusion devrait ainsi pouvoir fonctionner pour beaucoup de surfaces, mais avec des performances plus réduites dans le cas des diffusions de volume.

Pour aller plus loin dans cette analyse, l'échantillon lambertien diffusant en volume a été considéré et la dynamique entre maximum et minimum de diffusion

a été mesurée pour différents angles solides. Ces résultats sont illustrés sur la figure VI.7. Les mesures ont été réalisées avec un photomultiplicateur ayant une surface active de  $64 \text{ mm}^2$  et avec un détecteur fibré de diamètre  $1 \text{ mm}^2$ , placés à  $80 \text{ cm}$  ou à  $3 \text{ m}$  de l'échantillon. On constate une augmentation de la dynamique d'un facteur 4 quand l'angle solide diminue de  $0,0012 \text{ msr}$  à  $0,00009 \text{ msr}$ . Ceci est conforme aux résultats présentés dans le paragraphe VI.3.3 sur le phénomène de dépolarisation. Il n'a pas été possible de réduire encore l'angle solide pour accroître encore cette dynamique.

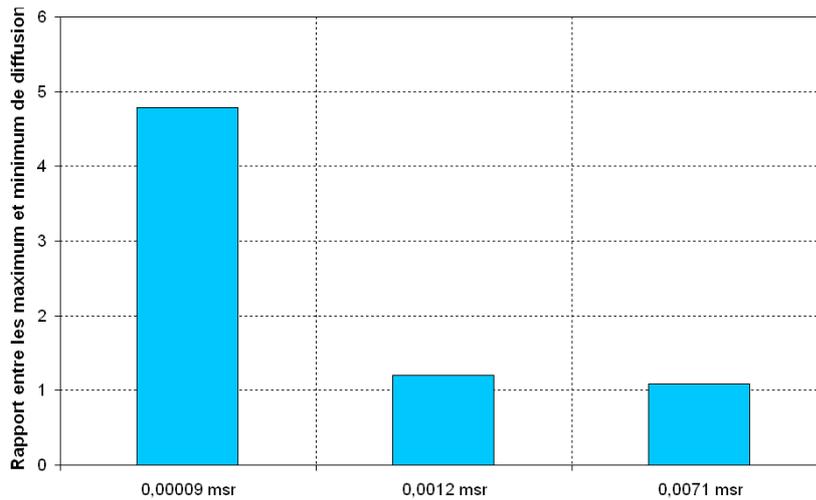


Figure VI.7 : Rapport des maximum et minimum de diffusion pour un échantillon lambertien diélectrique en fonction de l'angle solide.

## VI.4 EXEMPLES D'IMAGERIE EN MILIEU DIFFUSANT

On considère une fiole de verre poli sur laquelle figure une inscription sur la face arrière. Un liquide diffusant, composé de gouttelettes dans un mélange d'eau et d'alcool précédemment utilisé, est placé à l'intérieur. La diffusion par le liquide ne permet pas de distinguer clairement les caractères, comme montré sur l'image de gauche de la figure VI.8. On se place donc dans une configuration qui minimise la diffusion volumique provenant du liquide. Les caractères inscrits sur la face arrière de la fiole apparaissent alors clairement, comme illustré sur l'image de droite de la figure VI.8.

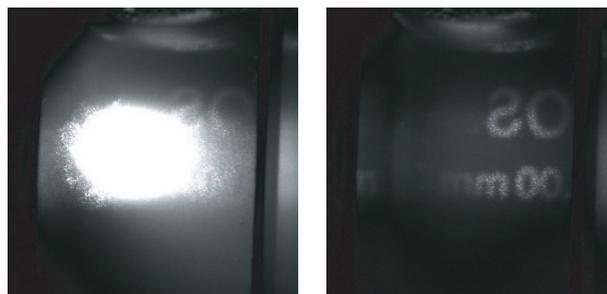
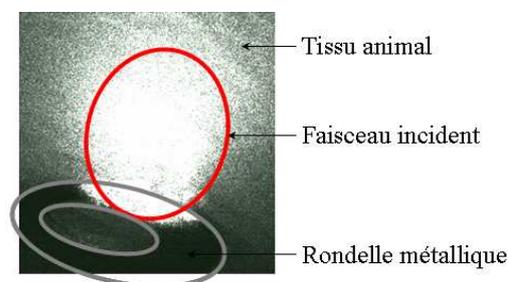


Figure VI.8 : Annulation de la diffusion par un liquide diffusant, éclairé en incidence normale et observé avec un angle de diffusion de  $30^\circ$ .

Cet exemple montre que la technique d'annulation de la diffusion peut être appliquée pour améliorer le contraste pour l'imagerie en milieu diffusant, puisqu'il est possible d'annuler la diffusion par le volume qui masque la diffusion par les caractères afin de mieux observer ces derniers.

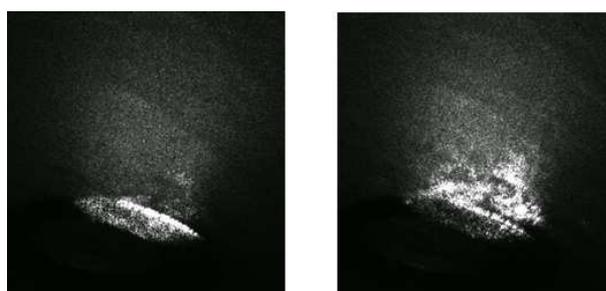
Toutefois, on note ici que la diffusion par le liquide reste encore du premier ordre, bien qu'elle masque les caractères avant annulation. En effet, les lettres de la face arrière ne reçoivent pas la même quantité de lumière incidente, mais sont éclairées de façon secondaire.

Dans un deuxième exemple, on considère un tissu animal sur lequel a été placée une rondelle métallique. On éclaire alors à la fois le tissu et la rondelle. Les angles d'incidence et d'observation sont respectivement de  $50^\circ$  et  $20^\circ$ . La figure VI.9 présente une image de l'échantillon où on a mis en évidence la rondelle métallique placée sur le tissu animal et le faisceau incident.



*Figure VI.9 : Image de l'échantillon de tissu animal sur lequel une rondelle métallique a été déposée. En bas de l'image on observe la rondelle. Le faisceau incident éclaire à la fois le tissu et le métal.*

Malgré des flux diffusés assez importants, il est possible de régler les paramètres du montage pour réduire la diffusion par le tissu animal (image de gauche) ou par la rondelle en métal (image de droite), comme le montre la figure VI.10.



*Figure VI.10 : Réduction de la diffusion par un tissu animal ou de la diffusion par une rondelle métallique.*

Le tissu animal a un niveau moyen de gris de 70 sur l'image de gauche et de 124 sur celle de droite. Le niveau moyen de gris de la rondelle est de 119 sur l'image de gauche alors qu'il n'est plus que de 38 sur celle de droite. On a donc un rapport entre les niveaux moyens de gris des deux types d'objets de 0,6 sur l'image de gauche et de 3,2 sur celle de droite. Ces résultats illustrent que la technique de réduction sélective des sources de diffusion reste encore efficace pour les fortes

diffusions. En effet lorsqu'une des sources est minimisée, l'autre ne l'est pas.

Dans un dernier exemple, présenté sur le figure VI.11, on considère un volume fortement diffusant dans lequel on a placé une inclusion. Cet échantillon est éclairé avec une incidence de  $50^\circ$  et l'angle d'observation est de  $20^\circ$ . On observe alors la diffusion par la surface de l'échantillon (tâche lumineuse en bas de l'image), la diffusion par le volume et celle par l'inclusion (tâche lumineuse en haut de l'image). L'exemple présenté sur la figure VI.11 montre, sur l'image de gauche, le maximum de diffusion par le volume et sur l'image de droite son minimum. Les niveaux moyens de gris n'ont pas été mesurés compte tenu de la difficulté d'identifier les différentes zones sur l'image.

On constate cependant que la diffusion par l'inclusion est plus importante quand on a réduit la diffusion par le volume, d'où une amélioration de l'observation de cette inclusion sur l'image de droite.

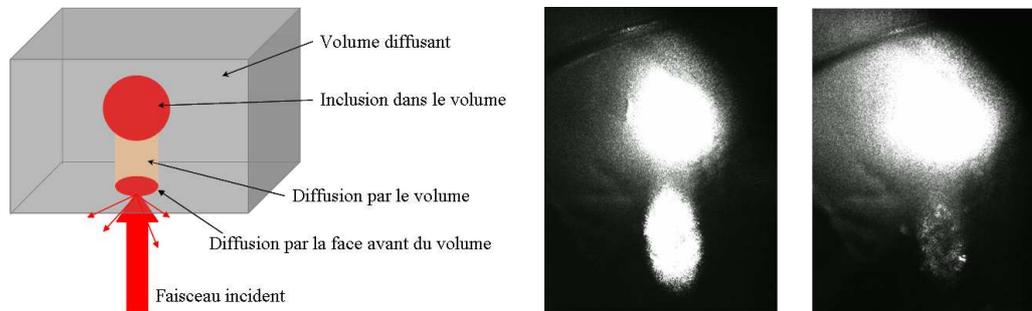


Figure VI.11 : Réduction du volume diffusant sans réduction de l'inclusion présente dans le liquide diffusant.

L'ensemble de ces résultats, bien qu'ils méritent d'être approfondis, montrent que la technique d'annulation sélective reste encore efficace pour réduire de façon sélective les fortes diffusions. Chaque type d'échantillon doit être analysé en amont, afin d'appréhender ses propriétés de dépolarisation et de prédire la dynamique espérée pour la réduction.

# *Conclusion et perspectives*

---

Dans ce travail, on s'est intéressé aux propriétés de la lumière diffusée pour des applications liées à la caractérisation en surface ou volume d'échantillons, et pour l'imagerie sélective en milieu diffusant.

On s'est tout d'abord intéressé à l'étude du contraste en intensité du speckle de l'onde diffusée, avec pour but d'identifier l'origine (surface ou volume) et le niveau de diffusion, à l'aide de ce seul paramètre. Les résultats de mesure ont montré qu'il s'agissait d'une piste réellement intéressante, puisque les valeurs de contraste n'excèdent pas 0,16 pour une diffusion de volume, alors qu'ils sont supérieurs à 0,27 pour une diffusion de surface. Toutefois ces résultats doivent être étudiés sur une plage plus importante de valeurs de niveaux de diffusion et d'échantillons, avant d'être généralisés.

La caractérisation précédente, basée sur le contraste de speckle, a été ensuite complétée en introduisant un nouveau paramètre, qui est le déphasage polarimétrique de l'onde diffusée. On a pu montrer que ce terme de phase offrait une signature directe et non ambiguë pour identifier l'origine de la diffusion, à la fois pour de faibles et fortes diffusions. La porosité de différentes membranes a été ainsi étudiée, pour des applications liées au colmatage. On a également montré que ce paramètre était sensible aux faibles décorrélations entre interfaces des systèmes multicouches.

Ce travail a ensuite été consacré aux procédures d'annulation des flux diffusés polarisés. La méthode a été présentée et complétée par de nombreux calculs numériques pour des composants à faible diffusion. Dans ce contexte, on a montré que les variations des valeurs d'annulation sont lentes avec l'angle de diffusion, et qu'elles sont indépendantes de la microstructure des composants. Ce résultat simplifie considérablement la mise en oeuvre expérimentale. Des résultats expérimentaux ont alors permis de valider ces prédictions.

Puis la technique précédente a été approfondie pour montrer qu'elle permettait également d'annuler de façon sélective les flux diffusés. Les conditions d'annulation ont été calculées pour différents surfaces ou volumes, et validées par plusieurs expériences. Ces résultats ouvrent ainsi clairement la porte à l'imagerie sélective, dans le cadre de théories perturbatives.

Enfin, une dernière partie a concerné de façon plus spécifique le cas des fortes diffusions. Après avoir mis en évidence quelques différences majeures par rapport au cas des faibles diffusions, dont la dépendance des valeurs d'annulation avec la microstructure des composants à imager, les phénomènes de dépolarisation partielle ou totale ont été abordés. Ces phénomènes sont liés aux variations du terme de phase dans l'angle solide de mesure, et conduisent à remplacer les valeurs d'annulation par des minima. Les résultats expérimentaux ont ainsi permis de confirmer que les dynamiques mesurées étaient réduites, avec des nuances d'un échantillon à l'autre.

De façon plus générale, on peut préciser ici que ce travail aura permis d'initier différents projets liés à l'imagerie sous-marine (Ifremer), l'imagerie du petit animal (Institut de Neurosciences Cognitives de la Méditerranée), ou l'imagerie de tissus cancéreux (CHU La Timone), en partenariat avec la société Shakti. Il permet aussi d'élaborer un partenariat avec le Centre Européen de Recherche en Imagerie Médicale. Les perspectives sont nombreuses et concernent en particulier le cas de la lumière blanche ; une matrice de déphaseurs en cours d'acquisition devrait également permettre d'approfondir le cas des fortes diffusions, via un réglage spécifique pour chaque pixel.

# Bibliographie

---

- [1] A. Ishimaru. Theory and application of wave propagation and scattering in random media. *Proceedings of the IEEE*, 65(7) :1030–61, 1976.
- [2] J. M. Elson, J. P. Rahn, and J. M. Bennett. Light scattering from multilayer optics : comparison of theory and experiment. *Applied Optics*, 19(5) :669–79, 1980.
- [3] M. Saillard and A. Sentenac. Rigorous solutions for electromagnetic scattering from rough surfaces. *Waves in Random Media*, 11(3) :R103–37, 2001.
- [4] T. M. Elfouhaily and C. A. Guerin. A critical survey of approximate scattering wave theories from random rough surfaces. 2004.
- [5] P. Beckmann and A. Spizzichino. *The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces*. Norwood, MA, Artech House, Inc., 1987.
- [6] S. O. Rice. Reflection of electromagnetic waves from slightly rough surfaces. *Communications on Pure and Applied Mathematics*, 4 :351–378, 1951.
- [7] A. Sentenac and J. J. Greffet. Mean-field theory of light scattering by one-dimensional rough surfaces. *Journal of the Optical Society of America A Optics, Image Science and Vision*, 1998.
- [8] M. Born and E. Wolf. Principles of optics. Pergamon Press, 1964.
- [9] P. Bussemer, K. Hehl, and S. Kassam. Theory of light scattering from rough surfaces and interfaces and from volume inhomogeneities in an optical layer stack. *Waves in Random Media*, 1(4) :207–21, 1991.
- [10] S. Kassam, A. Duparre, K. Hehl, P. Bussemer, and J. Neubert. Light scattering from the volume of optical thin films : theory and experiment. *Applied Optics*, 31(9) :1304–13, 1992.
- [11] C. Amra. First-order vector theory of bulk scattering in optical multilayers. *Journal of the Optical Society of America A Optics and Image Science*, 10(2) :365–74, 1993.
- [12] C. Amra. Light scattering from multilayer optics. i. tools of investigation. *Journal of the Optical Society of America A Optics and Image Science*, 11(1) :197–210, 1994.

- [13] C. Amra. Light scattering from multilayer optics. ii. application to experiment. *Journal of the Optical Society of America A Optics and Image Science*, 11(1) :211–26, 1994.
- [14] C. Deumié, R. Richier, P. Dumas, and C. Amra. Multiscale roughness in optical multilayers : atomic force microscopy and light scattering. *Applied Optics*, 35(28) :5583–94, 1996.
- [15] C. Amra, C. Grezes-Besset, and L. Bruel. Comparison of surface and bulk scattering in optical multilayers. *Applied Optics*, 32(28) :5492–503, 1993.
- [16] C. Amra, C. Grezes-Besset, P. Roche, and E. Pelletier. Description of a scattering apparatus : application to the problems of characterization of opaque surfaces. *Applied Optics*, 28(14) :2723–30, 1989.
- [17] G. Mie. Optics of turbid media. *Annalen der Physik*, 25(3) :377–445, 1908.
- [18] J. M. Elson, J. P. Rahn, and J. M. Bennett. Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation length, and roughness cross-correlation properties. *Applied Optics*, 22(20) :3207–19, 1983.
- [19] S. Maure, G. Albrand, and C. Amra. Low-level scattering and localized defects. *Applied Optics*, 35(28) :5573–82, 1996.
- [20] P. Croce and L. Prod'homme. Light scattering investigation of the nature of polished glass surfaces. *Nouvelle Revue d'Optique*, 7(2) :121–32, 1976.
- [21] C. Amra, G. Albrand, and P. Roche. Theory and application of antiscattering single layers : antiscattering antireflection coatings. *Applied Optics*, 25(16) :2695–702, 1986.
- [22] T. A. Germer. Angular dependence and polarization of out-of-plane optical scattering from particulate contamination, subsurface defects, and surface microroughness. *Applied Optics*, 36(33) :8798–805, 1997.
- [23] P. K. Rastogi and P. Jacquot. Measurement of difference deformation using speckle interferometry. *Optics Letters*, 12(8) :596–8, 1987.
- [24] J. W. Goodman. Dependence of image speckle contrast on surface roughness. *Optics Communications*, 14(3) :324–7, 1975.
- [25] J. Ohtsubo and T. Asakura. Statistical properties of speckle intensity variations in the diffraction field under illumination of partially coherent light. *Nouvelle Revue d'Optique*, 6(4) :189–95, 1975.
- [26] H. M. Pedersen. Theory of speckle dependence on surface roughness. *Journal of the Optical Society of America*, 66(11) :1204–10, 1976.
- [27] H. Fujii, T. Asakura, and Y. Shindo. Measurements of surface roughness properties by means of laser speckle techniques. *Optics Communications*, 16(1) :68–72, 1976.
- [28] S. L. Toh, H. M. Shang, and C. J. Tay. Surface-roughness study using laser speckle method. *Optics and Lasers in Engineering*, 29(2-3) :217–25, 1998.
- [29] J. Ohtsubo and T. Kohno. Velocity measurements using speckle patterns. *Journal of Mechanical Engineering Laboratory*, 34(4) :194–207, 1980.
- [30] J. D. Briers. Time-varying laser speckle for measuring motion and flow. *Proceedings of the SPIE The International Society for Optical Engineering*, 4242 :25–39, 2001.

- [31] Y. Piederriere. *Etude du speckle de milieux diffusants liquides. Application à la détermination de paramètres biophysiques*. Thèse en sciences de l'ingénieur, Université de Bretagne Occidentale, 2003.
- [32] J. Selb, S. Leveque Fort, L. Pottier, and A. C. Boccara. 3d acousto-optic modulated-speckle imaging in biological tissues. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Serie IV Physique, Astrophysique*, 2(8) :1213–25, 2001.
- [33] J. W. Goodman. Statistical properties of laser speckle patterns. pages xii+286. Springer-Verlag, Berlin, West Germany, 1975.
- [34] G. Georges, L. Arnaud, C. Deumié, and C. Amra. Ellipsometry of speckle patterns for the analysis of optical inhomogeneities (surfaces and bulks). *Proceedings of SPIE*, 6341, 2006.
- [35] R. M. A. Azzam and N. M. Bashara. Ellipsometry and polarized light. pages xvii+529. North-Holland, Amsterdam, Netherlands, 1977.
- [36] R. M. Azzam. Ellipsometry : a sophisticated tool for optical metrology. *Proceedings of the SPIE The International Society for Optical Engineering*, 4099 :184–96, 2000.
- [37] E. Compain, B. Drévilion, J. Huc, J. Y. Parey, and J. E. Bouree. Complete mueller matrix measurement with a single high frequency modulation. *Thin Solid Films*, 313-314(1-2) :49–52, 1998.
- [38] J. B. Theeten and D. E. Aspnes. Ellipsometry in thin film analysis. Annual Reviews, Palo Alto, CA, USA, 1981.
- [39] R. M. A. Azzam. Ellipsometry for the characterization of optical coatings. *Review of Laser Engineering*, 24(2) :209–19, 1996.
- [40] B. Drévilion. Phase modulated ellipsometry from the ultraviolet to the infrared : in situ application to the growth of semiconductors. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 27(1) :1–87, 1993.
- [41] T. Fukazawa, M. Korekawa, and Y. Fujita. Spectroscopic photoelasticity of lead-silica glass analyzed by polarization modulated ellipsometry. *Journal of Non Crystalline Solids*, 203 :102–8, 1996.
- [42] B. Drévilion, J. Perrin, R. Marbot, A. Violet, and J. L. Dalby. Fast polarization modulated ellipsometer using a microprocessor system for digital fourier analysis. *Review of Scientific Instruments*, 53(7) :969–77, 1982.
- [43] B. Kaplan, E. Compain, and B. Drévilion. Phase-modulated mueller ellipsometry characterization of scattering by latex sphere suspensions. *Applied Optics*, 39(4) :629–36, 2000.
- [44] J. Shamir. Speckle polarization investigated by novel ellipsometry. *Optical Engineering*, 25(5) :618–22, 1986.
- [45] C. Deumié. *Ellipsométrie sur champ diffus et analyse multi-échelle de la microstructure des multicouches optiques : Diffusion lumineuse, microscopie à force atomique, microscopie à effet tunnel optique*. PhD thesis, Université de droit, d'économie et des sciences d'Aix-Marseille, 1997.
- [46] T. A. Germer and C. C. Asmail. Goniometric optical scatter instrument for out-of-plane ellipsometry measurements. *Review of Scientific Instruments*, 70(9) :3688–95, 1999.

- [47] T. A. Germer. Characterizing interfacial roughness by light scattering ellipsometry. *AIP Conference Proceedings*, (550) :186–90, 2001.
- [48] O. Gilbert. *Ellipsométrie sur champ spéculaire et diffus : théorie et expérience*. PhD thesis, Université Paul Cézanne Aix-Marseille III, 2004.
- [49] O. Gilbert, C. Deumié, and C. Amra. Angle-resolved ellipsometry of scattering patterns from arbitrary surfaces and bulks. *Optics Express*. 4 April 2005 ; 13(7), pages 2403–18, 2005.
- [50] C. Deumié, G. Georges, O. Gilbert, and C. Amra. Ellipsometry of scattering patterns from optical inhomogeneities. *Proceedings of the SPIE The International Society for Optical Engineering*, 5965 :433–439, 2005.
- [51] C. Deumié, O. Gilbert, G. Georges, L. Arnaud, and C. Amra. Ellipsometry of reflected and scattered fields for the analysis of substrates optical quality. *Applied Optics*, 45(7) :1640–1649, 2005.
- [52] S. Chanfreau, G. Georges, R. Ghidossi, L. Arnaud, Y. Wyart, C. Deumié, and P. Moulin. Caractérisation de membranes poreuses par techniques optiques. In *Méthodes et techniques optiques pour l'industrie*, Mulhouse, 2006.
- [53] C. Amra, C. Deumié, and O. Gilbert. Elimination of polarized light scattered by surface roughness or bulk heterogeneity. *Optics Express*. 26 Dec. 2005 ; 13(26) :, pages 10854–10864, 2005.
- [54] G. Georges, C. Deumié, and C. Amra. Imagerie sélective en milieu diffusant par annulation des sources de diffusion de la lumière polarisée. In *Méthodes et techniques optiques pour l'industrie*, Mulhouse, 2006.
- [55] G. Georges, C. Deumié, and C. Amra. Selective probing and imaging in random media based on the elimination of polarized scattering. *Optics Express*. 20 July 2007 ; 15(15) :, pages 9804–9816, 2007.
- [56] G. Georges, L. Arnaud, C. Deumié, and C. Amra. From angle resolved ellipsometry of light scattering to imaging in random media. *Proceedings of SPIE*, 2007.
- [57] J. Watson, P. Georges, T. Lepine, B. Alonzi, and A. Brun. Imaging in diffuse media with ultrafast degenerate optical parametric amplification. *Optics Letters*, 20(3) :231–3, 1995.
- [58] E. Lacot, R. Day, and F. Stoeckel. Coherent laser detection by frequency-shifted optical feedback. *Physical Review A Atomic, Molecular, and Optical Physics*, 64(4) :43815–1–11, 2001.
- [59] V. L. Weber. Detection of inhomogeneities in biological tissues by the methods of confocal microscopy. *Radiophysics and Quantum Electronics*, 41(5) :417–27, 1998.
- [60] E. Beaurepaire, M. Oheim, and J. Mertz. Ultra-deep two-photon fluorescence excitation in turbid media. *Optics Communications*, 188(1-4) :25–9, 2001.
- [61] C. J. R. Sheppard and M. Gu. Image formation in two-photon fluorescence microscopy. *Optik*, 86(3) :104–6, 1990.
- [62] K. M. Yoo, Xing Qirong, and R. R. Alfano. Imaging objects hidden in highly scattering media using femtosecond second-harmonic-generation cross-correlation time gating. *Optics Letters*, 16(13) :1019–21, 1991.

- 
- [63] J. Mertz, T. Pons, L. Moreaux, C. Yang, and S. Charpak. Biological imaging with second-harmonic generation. In A. A. Sawchuk, editor, *Conference on Lasers and Electro Optics (CLEO)*. San Francisco, CA, USA. APS. IEEE. Opt. Soc. of America. 16 21 May 2004. IEEE, Piscataway, NJ, USA, 2004.
- [64] D. Huang, E. A. Swanson, C. P. Lin, J. S. Schuman, W. G. Stinson, W. Chang, M. R. Hee, T. Flotte, K. Gregory, C. A. Puliafito, and J. G. Fujimoto. Optical coherence tomography. *Science*, 254(5035) :1178–81, 1991.
- [65] A. Dubois, K. Grieve, G. Moneron, R. Lecaque, L. Vabre, and C. Boccara. Ultrahigh-resolution full-field optical coherence tomography. *Applied Optics*, 43(14) :2874–83, 2004.
- [66] M. Alouini, F. Goudail, P. Refregier, A. Grisard, E. Lallier, and D. Dolfi. Multispectral polarimetric imaging with coherent illumination : towards higher image contrast. In *Proceedings of the SPIE The International Society for Optical Engineering*. 2004 ; 5432(1) : 133 44, 2004.
- [67] Boulesteix B. Laude, Martino A. De, B. Drevillon, and L. Schwartz. Mueller polarimetric imaging system with liquid crystals. *Applied Optics*, 2004.
- [68] G. F. Sudha and T. G. Palanivelu. Polarimetric imaging of subsurface tissue-numerical results. *Journal of Biomedical Optics*, 2005.
- [69] S. Huard. *Polarisation de la lumière*. Masson, 1994.
- [70] L. Arnaud, G. Georges, C. Deumié, and C. Amra. Discrimination of surface and bulk scattering of arbitrary level based on angle-resolved ellipsometry : theoretical analysis. *Opt. Comm.*, En cours de publication, 2007.

Ce travail est consacré à l'étude expérimentale et théorique du speckle de l'onde diffusée par des hétérogénéités en surface ou en volume des substrats ou des systèmes interférentiels multicouches.

La première étude est basée sur le contraste en intensité du speckle diffusé dans chaque direction de l'espace, que l'on étudie pour discriminer les effets d'interface et de volume, ou pour identifier le niveau de diffusion en l'absence d'étalement. Des résultats expérimentaux sont présentés pour des surfaces polies et doucies, et des liquides diffusant, avec des niveaux de pertes croissants.

Ces résultats sont ensuite complétés par l'étude du déphasage polarimétrique de l'onde diffusée dans le "grain" de speckle. L'écart-type de ce déphasage est calculé et mesuré pour les mêmes échantillons, ainsi que pour des membranes poreuses pour des applications à la caractérisation du colmatage. On obtient ainsi une nouvelle signature pour discriminer les différents effets. Puis le déphasage polarimétrique est utilisé pour l'étude des coefficients d'intercorrélation entre les interfaces d'un système multicouche.

Une procédure d'annulation des flux diffusés polarisés est ensuite présentée dans le cadre de théories perturbatives. Les conditions d'annulation sont calculées pour différents types d'échantillons, et obtenues grâce à un réglage en champ lointain et pour chaque direction, de lames polarisantes et déphasantes. Les résultats expérimentaux confirment ces prédictions, pour des surfaces et liquides diffusant.

La technique d'annulation est alors étendue pour éliminer de façon sélective les différentes sources de diffusion. On montre ainsi comment annuler de façon sélective la diffusion par une surface ou un volume, ou comment isoler une interface dans un système multicouche. La confrontation des calculs numériques avec les résultats de mesure sont encourageants, et ouvrent une première porte au domaine de l'imagerie en milieu diffusant.

Enfin, les problèmes des fortes diffusions sont abordés, et amènent à traiter de l'influence des irrégularités de structure sur les phénomènes de dépolarisation partielle ou totale. Selon la microstructure des composants, la dépolarisation est plus ou moins marquée et impose la dynamique de réduction sélective des flux diffusés.

Ce travail trouve des applications dans l'optique sous-marine, l'imagerie du petit animal ou le biomédical, le transport terrestre ou l'avionique, l'environnement, la défense...