



HAL
open science

Fabrication par masque de phase de réseaux de diffraction d'aire et de période ultimes

Yannick Bourgin

► **To cite this version:**

Yannick Bourgin. Fabrication par masque de phase de réseaux de diffraction d'aire et de période ultimes. Autre. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2010. Français. NNT : 2010STET4006 . tel-00602512v2

HAL Id: tel-00602512

<https://theses.hal.science/tel-00602512v2>

Submitted on 27 Feb 2012

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.

Université de Saint-Etienne - Jean MONNET
Ecole doctorale Science Ingénierie Santé

THÈSE

Pour obtenir le grade de docteur en sciences
Spécialité : Optique, photonique, hyperfréquences.

Fabrication par masque de phase de réseaux de diffraction d'aire et de période ultimes

Par :
Yannick BOURGIN

Soutenue publiquement le 13 décembre 2010, devant le jury composé de :

Anne TALNEAU	Directrice de recherche CNRS, Laboratoire de Photonique et de Nanostructures; Marcoussis	Rapporteur
Olivier SOPPERA	Chargé de recherche HDR CNRS, Institut de Science des Matériaux de Mulhouse	Rapporteur
Youcef OUERDANE	Professeur, Université de Saint-Etienne	Président
Cécile GOURGON	Chargée de recherche HDR CNRS, Laboratoire des Technologies de la Microélectronique; Grenoble	Examineur
Yves JOURLIN	Maître de conférences HDR, Université de Saint-Etienne	Co-directeur
Olivier PARRIAUX	Professeur, Université de Saint-Etienne	Directeur



Cette thèse de doctorat a été préparée au :

Laboratoire Hubert CURIEN
UMR CNRS 5516
18 rue du Pr. Benoît LAURAS
42000 Saint-Etienne
France

<http://laboratoirehubertcurien.fr/>





moduli
10/10/10



Résumés

En Français

Fabrication par masque de phase de réseaux de diffraction d'aire et de période ultimes

Cette thèse présente un banc d'écriture de réseaux de diffraction de grande surface dont la période peut varier de 100 nm à plusieurs micromètres. Le principe est basé sur l'écriture au vol qui permet d'écrire des longs réseaux en balayant continûment un substrat recouvert de résine photosensible sous un interférogramme de petite dimension créé par un masque de phase. Deux types de masques ont été fabriqués. Le premier, pouvant être décrit comme un interféromètre de type Mach-Zehnder monolithique, présente l'intérêt d'écrire des réseaux de grandes périodes sans limite supérieure. Il est composé de trois réseaux de diffraction, écrits sur la même face d'un substrat épais grâce à des techniques standards de lithographie (e-beam, gravure RIE) accessibles lors d'un échange à l'UEF à Joensuu. A la longueur d'onde 442 nm, ce masque a permis d'écrire un réseau de période de 2 μm de grande dimension à l'aide d'une nappe de lumière divergente.

Le second type de masque est monolithique en matériau haut indice. Il est utilisé en immersion à la longueur d'onde de 244 nm ; des réseaux de période de 100 nm ont été écrits. La structure capable de supprimer l'ordre zéro transmis a été modélisée et les masques ont été fabriqués par trois partenaires européens du réseau d'excellence NEMO. La gravure du LuAG a également été étudiée en vue de fabriquer un masque de phase pour la longueur d'onde 193 nm.

Afin d'écrire des réseaux larges et homogènes, une étude des différentes techniques d'élargissement de faisceau a été réalisée en vue de disposer d'une ligne de lumière avec un profil d'intensité homogène dit « top-hat », et une méthode de fabrication d'un long masque de phase a été développée.

Mots clés: réseau de diffraction, masque de phase, nanostructures, microstructures, lithographie, mise en forme de faisceau, LuAG.

En anglais

Phase mask diffraction grating printing of extreme area and period.

This PhD thesis presents a bench capable to write highly coherent diffraction gratings on a large area (potentially one square meter) with periods varying from 100 nm to several micrometers. The strategy is based on the “write on the fly” method, which allows writing long and stitchingless gratings by scanning a photoresist-coated substrate under a small area interferogram generated by a phase mask. The main object of this thesis concerns the design of the phase-mask. Two different types have been developed. The first type can be described as a monolithic Mach-Zehnder interferometer comprising three diffraction gratings at the same side of a thick fused silica substrate. This approach has the advantage of writing large periods without any upper limitation. Standard lithography techniques (e-beam, RIE) have been used to fabricate the mask during a two months stay at UEF at Joensuu. At the wavelength of 442 nm, a large 2 μm period grating has been made with exposure by a divergent beam.

The second type of mask is binary and made in a layer of high refractive index material. It has been used at the 244 nm wavelength and under immersion to write a 100 nm period grating. The modeling was performed to find the optimal structure capable of suppressing the zeroth transmitted order. The masks were made by three European partners within the Network of Excellence NEMO. The etching of LuAG has also been studied in view of making a 193 nm phase-mask.

To write large and homogeneous gratings, various methods of beam expansion were compared to generate a light line with a homogeneous intensity profile (top-hat). Solutions for the fabrication of long phase-masks have also been demonstrated.

Key words: Diffraction gratings, phase masks, nanostructures, microstructures, interferential lithography, beam-shaping, LuAG.

« Un pessimiste voit la difficulté dans chaque opportunité, un optimiste voit l'opportunité dans chaque difficulté. »

Sir Winston Leonard Spencer Churchill



Remerciements

Je tiens à profiter de cette partie pour remercier les personnes sans lesquelles cette aventure de trois ans n'aurait pu être menée à son terme.

Je commencerais par remercier M. Florent Pigeon, directeur du laboratoire Hubert Curien et M. Aziz Boukenter, responsable du département optique et photonique pour m'avoir respectivement accueilli dans le laboratoire et au sein du département.

Je voudrais remercier les personnes qui m'ont fait l'honneur de composer le jury de cette thèse, à commencer par M. Youcef Ouerdane, professeur à l'université de Saint-Etienne pour avoir présidé le jury avec toute la rigueur et le professionnalisme qui sont les siens. Je souhaiterais aussi remercier les rapporteurs de ce travail, Mme Anne Talneau, directrice de recherche CNRS au LPN à Marcoussis ainsi que M. Olivier Soppera, chargé de recherche CNRS habilité, à l'IS2M à Mulhouse. Je remercie Anne pour m'avoir accueilli pendant 1 mois au sein du LPN afin de fabriquer un masque de phase en LuAG. Même si les résultats obtenus n'ont pas été à la hauteur de ceux escomptés, ce fut une expérience enrichissante, en espérant qu'une occasion de poursuivre ces travaux pourra être trouvée. Ce fut aussi un plaisir de discuter et de travailler avec Olivier, et de profiter de son expérience dans le domaine de la photochimie, indispensable à celui de cette thèse. Je voudrais aussi remercier Mme Cécile Gourgon, chargée de recherche CNRS habilitée, au LTM à Grenoble pour avoir complété ce jury.

Le travail de recherche a été effectué au laboratoire Hubert Curien à Saint-Etienne. Je tiens à remercier l'ensemble de son personnel, et plus particulièrement ceux que j'ai côtoyés tous les jours. Je commencerais par Colette Veillas, pour ses conseils et ses savoir-faire en terme de montage optique, Frédéric Celle qui m'a donné un coup de main pour la partie électronique, mais aussi à Gérard Bernaud pour la partie mécanique et usinage. Je voudrais aussi remercier Anthony Cazier, sur qui on peut compter pour trouver une lentille ou un support... ou nous rappeler qu'on lui a pris une lentille ou un support, mais aussi pour son savoir-faire et sa disponibilité, et puis aussi, parce que c'est vrai, pour son incroyable bonne humeur. Je souhaite aussi remercier Stéphanie Reynaud pour m'avoir initié aux joies de l'AFM et pour ses nombreux clichés MEB, qui ont su illustrer à merveille ce travail. Je souhaiterais également remercier Emilie Gamet qui m'a passé le flambeau, Jean-Yves Michalon LE spécialiste des lasers, Francis Vocanson notre chimiste et Christophe Hubert le plus stéphanois des lyonnais.

Je voudrais remercier aussi ceux avec qui j'ai toujours pu trouver de bons conseils : je pense notamment à Sacha Tishchenko et Thomas Kaëmpfe. S'il y a une personne à remercier ici, c'est bien Svetlen Tonchev, qui avec ses petits trucs et son immense savoir faire aussi grand que sa passion dans le domaine de la lithographie, m'a permis de résoudre bien des problèmes.

Je souhaiterais aussi remercier ceux qui travaillent à l'administration du labo et sans qui ce dernier ne pourrait fonctionner. Je voudrais remercier Patrick Vincent inconditionnel des verts, avec le seul regret de ne pas avoir pu fêter de titre pour l'ASSE

(on retiendra quand même cette victoire chez l'ennemi lyonnais¹, qui a permis de chambrier les quelques fans de L'OL).

Je souhaiterais remercier aussi les thésards avec qui j'ai partagé au quotidien le bureau F-115, David Pietroy et Liam Clarke, mais aussi les nouveaux Jean Sauvage-Vincent et Valentin Gâté, ainsi que tous ceux avec qui j'ai partagé un moment autour d'un poster, d'un café, au foot le jeudi midi, ou d'une bière le jeudi soir, je ne peux les énumérer tous tant ils sont nombreux, mais ils se reconnaîtront.

Durant ces quatre années, l'enseignement a tenu une place importante et m'a permis de découvrir d'autres aspects et de travailler avec des gens passionnés. A cette occasion je souhaiterais remercier M. Gérard Boisset directeur du département Mesures Physiques à l'IUT de Saint-Etienne ainsi que son personnel, pour m'avoir accueilli pendant trois ans en tant que moniteur. J'ai eu l'occasion d'enseigner divers matières sous diverses formes ce qui n'a pas toujours été facile mais au final grandement enrichissant. Cela a été possible grâce au personnel du département ainsi que les enseignants avec lesquels j'ai travaillé : Anne-Sophie Loir, Laurent Bonnefoy, François Goutaland, Béatrice Payet, Mathieu Chabanol.

J'ai effectué aussi une partie de l'enseignement en tant qu'ATER au département de physique de la faculté des sciences et techniques de Saint-Etienne, dirigé par Nathalie Destouches. Je voudrais remercier Emmanuel Marin pour m'avoir aidé lors de la préparation du cours magistral dont j'avais la charge. Je remercie aussi ceux avec qui j'ai travaillé durant cette période : Thomas Olivier, Aziza Zermane, Baptiste Moine, Medhi Bouderbala.

J'ai eu la chance durant cette thèse d'effectuer un séjour de 2 mois au département de physique et de mathématique de l'University of Eastern Finland à Joensuu. Ce séjour m'a permis de fabriquer le masque de phase à trois réseaux qui a permis d'écrire les réseaux de période 2 μm . Je voudrais remercier Markku Kuittinen professeur, qui m'a permis de rejoindre son équipe et Birgit Päivänranta qui nous a mis en relation. Je veux également remercier Ismo Vartiainen avec qui j'ai travaillé sur ce projet et qui m'a aussi accueilli en Finlande, ainsi que les autres membres du laboratoire que j'ai rencontrés. Ce séjour a été indéniablement un sacré bond en avant durant ma thèse et outre la fabrication du masque, cela m'a permis de me familiariser et d'utiliser des technologies dont je ne pouvais pas avoir accès à Saint-Etienne.

Je voudrais aussi remercier les stagiaires qui ont travaillé dans notre équipe, à commencer par Philipp Müller, qui a su par la rigueur de son travail, transformer en 6 mois le banc et démontrer l'écriture dynamique de long masque de phase. Je souhaite aussi remercier les stagiaires que j'ai encadrés, Sanaa, Cédric, Maud et Géraud, et qui ont aussi contribué à ce travail.

Je souhaiterais enfin remercier mes deux directeurs de thèse MM. Olivier Parriaux et Yves Jourlin. Olivier pour les nombreuses discussions et l'aisance avec laquelle il peut transmettre les concepts d'optiques les plus compliqués et Yves sur qui j'ai toujours pu compter que ce soit pour m'expliquer une notion, discuter, demander un avis ou partager une ânerie. Je veux aussi bien sûr les remercier pour la confiance qu'ils m'ont accordée durant toutes ces années, pour leur disponibilité, leurs savoir-faire et leurs qualités humaines. J'estime avoir bénéficié d'un encadrement de qualité, je souhaite qu'ils trouvent dans ces quelques lignes l'expression de toute ma reconnaissance.

Je finirais cette partie par remercier tous ceux qui n'ont pas été directement impliqué dans ce travail mais dont la présence fut indispensable. Je remercie mes parents

¹ C. Olives « Evidement c'est les verts » L'équipe page 1 du 26 septembre 2010

Yvette et Patrick qui m'ont soutenu tout au long de mes études, et elles ont été longues et pas toujours évidentes; mon frère Edward ainsi que ma famille. J'aurais aussi une pensée pour mes grands-parents et en particulier mon grand père Louis qui n'aura pas eu la fierté de voir ce travail fini.

Je voudrais finir par l'équipe du judo, et remercier mes professeurs qui ont su me transmettre le gout de l'effort et du dépassement de soi, à Fabien mon acolyte depuis tant d'années et son Angel, à Jean-Luc, Chris, Manu et tous les autres... Merci pour m'avoir permis de décompresser et de me changer les idées avec tant de talent que vous méritez vous aussi d'être associés à ce travail.



Sommaire

Résumés	5
En Français	5
En anglais	7
Remerciements	11
Sommaire	15
Table des illustrations	19
Nomenclature	27
Variables	27
Indices	27
Abréviations	27
Conversion d'unités	29
Introduction	31
Chapitre 1: Description et applications des réseaux de diffraction	35
1.1 Définition et caractéristiques	35
1.1.1. Définition et type de profils	35
1.1.2. Le rapport d'aspect	37
1.1.3. Utilisation des réseaux comme masques	37
1.1.4. Equation des ordres diffractés	37
1.1.5. Construction vectorielle des ordres de diffraction ou espace des k ..	41
1.2 Interaction entre une onde EM et un réseau	42
1.2.1. Polarisation de l'onde incidente	42
1.2.2. Incidence	42
1.2.3. Diffraction conique	44
1.3 Applications	45
1.3.1. Spectroscopie	46
1.3.2. Polariseur sans pertes	46
1.3.3. Réseaux compresseurs d'impulsions	47
1.3.4. Capteur de déplacement	49
1.3.5. Le <i>white light processing</i>	50
1.3.6. Cellules solaires	51

1.3.7. Conclusion.....	55
Chapitre 2: Etat de l'art	57
2.1 Vers l'écriture de structures micrométriques sur des surfaces de grandes dimensions 57	
2.1.1. Holotools	59
2.1.2. LLNL.....	59
2.1.3. Le Nanoruler du MIT	60
2.1.4. STEP and REPEAT.....	63
2.1.5. Roll to roll	64
2.2 Vers l'écriture de structures de quelques dizaines de nanomètres de large. 65	
2.2.1. Configuration holographique achromatique utilisant deux réseaux ..66	
2.2.2. Lithographie interférentielle à multi-expositions décalées	68
2.2.3. Ecriture directe de réseaux	69
2.3 Le banc d'écriture au vol.....	75
Chapitre 3: La solution masque de phase pour écrire l'ultime.....	79
3.1 Intérêt de l'écriture par masque de phase.....	79
3.1.1. Les limites de l'écriture au vol	80
3.1.2. Perspectives pour le banc d'exposition.	81
3.1.3. Méthode de calcul des efficacités de diffraction	83
3.2 Le masque de phase (MP) pour l'écriture des grandes périodes.....	84
3.2.1. Limites des MP binaires pour les grandes périodes	84
3.2.2. Interféromètre Mach-Zehnder intégré	86
3.3 Optimisation pour l'écriture des petites périodes.....	90
3.3.1. Annulation de l'ordre zéro	90
3.3.2. Intérêt pour le LuAG	91
3.4 Conclusion.....	97
Chapitre 4: Vers les grandes dimensions	99
4.1 Etat de l'art du banc d'écriture au vol.....	99
4.1.1. Description du banc.....	99
4.1.2. Ecriture de pistes de réseaux de période 500 nm.	103
4.1.3. Fabrication de masques de phase de grande largeur.	107
4.1.4. Ecriture de réseaux en 2 dimensions	108
4.2 Masque monolithique 3 réseaux.....	110
4.2.1. Tolérances.	110
4.2.2. Étapes de fabrication	112

4.3	Elargissement du faisceau	116
4.3.1.	Lentilles cylindriques	117
4.3.2.	Microlentilles cylindriques	118
4.3.3.	Utilisation de DOE	120
4.3.4.	DOE dynamique	126
4.3.5.	Beam-Shaper réfractif	127
4.4	Ecriture et résultat	129
Chapitre 5: Vers l'écriture de réseaux de périodes ultimes, vers les 100 nm....		131
5.1	Description du masque de phase	132
5.1.1.	Impératifs géométriques	132
5.1.2.	Sélection de la longueur d'onde d'exposition	132
5.1.3.	Extinction de l'ordre zéro	133
5.1.4.	Sélection des matériaux du masque.....	133
5.2	Fabrication du masque de phase.....	134
5.2.1.	Modélisation	134
5.2.2.	Fabrication du masque de phase.....	141
5.2.3.	Caractérisation des masques.....	142
5.3	Ecriture du réseau de période 100 nm.....	150
5.3.1.	Mise en œuvre	150
5.3.2.	Ecriture	150
5.3.3.	Caractérisations	151
5.4	Conclusion.....	155
Conclusions et perspectives		157
Bibliographie.....		161



Table des illustrations

Figure 1-1: Réseau binaire, et ses paramètres associés.....	36
Figure 1-2: Réseau de profil sinusoïdal.	36
Figure 1-3: Réseau blazé.....	37
Figure 1-4: Représentation des ordres de diffraction générés par un réseau.	38
Figure 1-5: Représentation de l'expérience des fentes d'Young et répartition de l'intensité lumineuse sur l'axe y à une distance D des fentes.	38
Figure 1-6: représentation schématique de l'interaction entre une onde plane monochromatique de longueur d'onde λ et un réseau de période Λ . Chaque fente du réseau réémet de la lumière qui interfère avec celles réémises par les autres fentes.....	39
Figure 1-7: Schéma représentant les conditions de création d'un ordre de diffraction à partir de deux rayons issus d'une onde plane [5].....	39
Figure 1-8: Convention de signe adoptée pour les angles des ordres de diffraction par rapport à la normale au réseau.	40
Figure 1-9: Exemple de construction d'un diagramme des k.	41
Figure 1-10: représentation des différentes formes de polarisation éclairant un réseau. A gauche la polarisation TE; à droite la polarisation TM.	42
Figure 1-11: Diagramme des k dans le cas de l'incidence normale, seuls les vecteurs des ordres transmis sont représentés pour plus de clarté.	43
Figure 1-12: Diagramme des k illustrant l'incidence de Littrow pour l'ordre -1 en réflexion.	44
Figure 1-13: Représentation des vecteurs k_i et k_g dans le cas de la diffraction conique.....	45
Figure 1-14: Exemple de diagramme des k dans le cas de la diffraction conique. Seul le milieu incident est représenté pour plus de clarté.....	45
Figure 1-15: Fonctionnement du polariseur large bande utilisant des réseaux métalliques de période submicronique. Source: Moxtec, [10], [11].....	47
Figure 1-16: Schéma de fonctionnement d'un CPA.....	48
Figure 1-17: à gauche : photo d'un réseau de grande dimension obtenu par <i>tiling</i> pour la compression d'impulsion laser utilisé par l'équipe POLARIS institute for optics and quantum electronics ; Friedrich Schiller Institute, Iéna ; Allemagne [12]. A droite: les dimensions du réseau et les degrés de libertés pour l'alignement.	48
Figure 1-18: Photo d'un capteur de déplacement utilisant une règle optique (gauche) et schéma de fonctionnement (droite). Source Heidenhain, [13].....	49
Figure 1-19: Image MEB d'une structuration de surface 2D créant un gradient d'indice. Source ISE.	50
Figure 1-20: Schéma représentant des protections solaires à l'aide de prismes. Les flèches représentent les rayons du Soleil. Gauche: architecture dite vénitienne. Centre: vernissé. Droite: Principe dit CPC. [15]	51

Figure 1-21: Historique du développement de l'énergie photovoltaïque répartie par zones géographiques [18].	52
Figure 1-22: Schéma de principe du fonctionnement d'une cellule photovoltaïque, la tension générée dépend du matériau semi conducteur utilisé (1,12 V pour le silicium cristallin) l'intensité dépend de la surface de la cellule (10-40 mA /cm ²).	52
Figure 1-23: Concentrateur de lumière à base de lentilles de Fresnel et image du module Flatcon d'ISE.	53
Figure 1-24: Haut : principe de fonctionnement de module solaire utilisant des réseaux comme concentrateur de lumière afin de réduire le nombre de cellule active en silicium. Bas : photo d'un module solaire utilisant ce principe. Source : Wasatch Photonics [19].	53
Figure 1-25: Exemple de nanostructures sur une cellule de silicium pour l'application <i>solar light trapping</i> . Gauche : Images MEB des structures sub-longueur d'onde a) vue de dessus ; b) vue de coté. Droite : transmittance calculée en fonction de la profondeur des structures [20].	54
Figure 1-26: Vue schématique de la structure multicouche proposée [21].	54
Figure 1-27: Spectre d'absorption pour la couche de silicium. En vert sans structure et sans multicouche, rouge: avec multicouche mais sans structure, et noir: avec multicouche et structures. a) TE b) TM [21].	55
Figure 2-1: Schéma représentant la figure d'interférence générée par deux faisceaux cohérents	57
Figure 2-2: Représentation des franges d'interférence dans le plan de la résine quand les faisceaux sont collimatés (gauche) ou divergeant (droite).	58
Figure 2-3: Schéma et image d'un dispositif de lithographie interférentielle de l'ISE. LE profil obtenu dans la résine dépend des paramètres d'expositions : (a) angle entre les faisceaux (b) double exposition avec rotation du substrat (c) angles d'incidences asymétriques (d) utilisation d'un diffuseur.	59
Figure 2-4: Gauche: système d'exposition holographique du LLNL; Droite: réseau de largeur 80 cm MLD obtenu.	60
Figure 2-5: Schéma de principe du Nanoruler dans lequel un substrat est balayé sous une figure d'interférence.	61
Figure 2-6: Procédé de chevauchement des faisceaux du Nanoruler.	61
Figure 2-7: Gauche: image du Nanoruler I. Droite: image du substrat de diamètre 30 cm couvert d'un réseau de période 400 nm dont une image MEB est incrusté au centre.	62
Figure 2-8: Un réseau multicouche MLD réalisé à l'aide de la technique de SBIL pour l' <i>Institute for Laser Engineering</i> de l'université d'Osaka au Japon. Les dimensions du réseau sont de 91cm par 42 cm [26].	63
Figure 2-9: Transfert lithographique par contact.	63
Figure 2-10: Transfert lithographique par proximité.	64
Figure 2-11 : Fonctionnement du principe de projection. Droite: Machine de projection ASML	64
Figure 2-12: Principe de fonctionnement du <i>roll to roll</i> [28].	65
Figure 2-13: Réseau de diffraction fabriqué à l'aide du procédé de roll to roll. Gauche : photo. Droite : Image MEB montrant que la période peut être de l'ordre de 200 nm [28].	65
Figure 2-14: Configuration holographique achromatique pour la fabrication de réseaux de diffraction de période 100 nm [31].	67
Figure 2-15: Un réseau de période 100 nm écrit dans une couche de PMMA déposée sur un couche d'ARC.	67

Figure 2-16: Image MEB d'un réseau 2D de période 100 nm exposé dans une couche de PMMA et transféré dans un substrat de silicium par RIE.	68
Figure 2-17: Schéma du procédé de fabrication utilisant la lithographie interférentielle multi-expositions décalées.	68
Figure 2-18: à gauche, image MEB d'un réseau de période 100 nm fabriqué en superposant deux interférogrammes de période 200 nm déphasé de π . Au centre image MEB de motifs réalisés après trois superpositions de l'interférogramme de période 200 nm. A gauche : Réseau de période 50 nm résultat de quatre superpositions.	69
Figure 2-19: Schéma de principe de l'écriture direct de réseau.	70
Figure 2-20: Photo d'une machine d'écriture laser; Heidelberg DWL 4000. On distingue sur l'image la table sur laquelle est posé le substrat ainsi que le laser.	70
Figure 2-21: Comparaison de l'interaction entre le faisceau énergétique et le matériau, à gauche par des photons; à droite par des électrons [42].	72
Figure 2-22: Schéma de principe d'une machine d'écriture par faisceau d'électrons. En haut le canon, puis les systèmes de focalisation magnétique au milieu et en bas la table où se trouve le substrat [42].	72
Figure 2-23: Schéma décrivant la stratégie d'écriture dans une machine de lithographie par faisceaux électronique [43].	73
Figure 2-24: Schéma représentant la façon dont sont tracés les motifs dans une machine d'écriture par faisceau électronique [43].	74
Figure 2-25: Réseau de période 100 nm écrit par	74
Figure 2-26: Schéma de principe du banc d'écriture au vol vu de coté (haut) et de dessus (bas). Durant l'écriture, la modulation du faisceau est synchronisée avec le déplacement du chariot pour écrire des structures périodiques.	75
Figure 2-27: réseaux de diffraction utilisés comme masque de phase. Gauche: éclairé en incidence normale. Droite: en incidence de Littrow	76
Figure 2-28: Schéma de la boucle de contrôle du déplacement.	77
Figure 2-29: Photo de réseaux de diffraction ($300 \times 1 \text{ mm}^2$) de période 500 nm.	77
Figure 3-1: Graphe représentant les applications des réseaux et les méthodes de fabrication en fonction de leur dimension et de leur période [50].	80
Figure 3-2: Graphe représentant les périodes inscriptibles avec un masque de phase monolithique.	81
Figure 3-3: Schéma du banc d'écriture au vol capable d'écrire des réseaux sur de grandes surfaces.	82
Figure 3-4: Schéma de principe de l'écriture de réseau dite en cascade.	83
Figure 3-5: Captures d'écran de différentes interfaces du code de modélisation utilisé.	83
Figure 3-6: Représentation à l'aide des vecteurs d'onde et de leurs projections d'un masque éclairé sous incidence de Littrow avec un faisceau de divergence ϕ	85
Figure 3-7: Représentation schématique de la vue en plongée de la figure d'interférence générée quand le masque est éclairé en incidence de Littrow avec un faisceau divergent.	85
Figure 3-8: Représentation des deux configurations possibles pour les masques de phase à trois réseaux. Gauche: les réseaux sont situés sur deux cotés différents. Droite: les réseaux sont du même coté du substrat.	86
Figure 3-9: Paramètres et schéma des réseaux G1 et G2 constituant un masque de phase monolithique avec les réseaux situés de part et d'autre du substrat. Haut: G1. Bas: G2.	88

Figure 3-10: Paramètres et schéma des réseaux G1 et G2 constituant un masque de phase monolithique avec les réseaux situés sur la même face du substrat. Haut: G1. Bas: G2.....	88
Figure 3-11: Schéma de principe du prototype réalisé.....	89
Figure 3-12: Photo du masque après développement de la résine et dépôt de la couche d'aluminium.....	89
Figure 3-13: Gauche: photo de pistes de réseaux de diffraction de période 2 μm écrites au vol avec le masque à 3 réseaux. Droite: image MEB d'un réseau écrit au vol grossie 40 000 fois.	90
Figure 3-14: Schéma montrant la différence entre un masque de phase monolithique à gauche et masque de phase haut-indice à droite.	91
Figure 3-15: Evolution de la puissance transmise (en %) en fonction de la longueur d'onde. Gauche : sur une grande plage de longueur d'onde. Droite : zoom sur l'intervalle spectral autour de 193 nm.	92
Figure 3-16: Représentation schématique de la structure du masque de phase en LuAG avec corrugation réalisée dans la masse.	93
Figure 3-17: Résultats des essais de gravure du LuAG classés en fonction de la technique utilisée : IBE, RIE-CCP (SiCl_4) et RIE ICP (Cl_2).	96
Figure 4-1: Photo du laser He-Cd Kimmon utilisé.	99
Figure 4-2: Modulateur électro-optique utilisé monté sur un support 3 axes.	100
Figure 4-3: haut: schéma du principe de lecture de la règle. Bas : photos de la règle et de la tête.	101
Figure 4-4: Gauche: Photo du moteur utilisé pour translater le charriot du banc d'écriture au vol. On aperçoit également le système de couplage ainsi que le début de la vis. Centre: capture d'écran de l'interface graphique. Droite: Photo du variateur.	102
Figure 4-5: Mesure interférométrique des performances mécaniques du banc. Gauche: Schéma du montage. Centre: Photo prise lors des mesures dans la direction perpendiculaire au déplacement. Droite: Mesures du lacet et du tangage.....	103
Figure 4-6: Schéma de la procédure permettant de trouver la distance optimale substrat-masque et images prises au microscope optique des réseaux insolés statiquement à ces positions. Haut: à +1000 μm de la hauteur optimale. Centre: à + 400 μm de la hauteur optimale. Bas: à la hauteur optimale.....	104
Figure 4-7: Schéma de l'alignement entre les traits de réseaux et la direction de propagation du banc. Cas de l'écriture d'un long masque de phase.....	105
Figure 4-8: Système d'ajustement du lacet : Les croix d'alignement sont alignées sur une règle de référence fixée au banc. La sous-figure A montre une image de la règle de référence fixée au banc (distance entre deux traits = 10 μm). La sous-figure B montre la croix d'alignement vue à travers l'objectif de microscope (la distance entre deux traits est de 50 μm) [58].....	105
Figure 4-9: Schéma représentant le réglage du parallélisme du masque par rapport au substrat.	106
Figure 4-10: Image prises lors de la phase d'alignement du parallélisme entre le masque et le substrat. Haut : images du système d'alignement et aperçu des figures d'interférence générées. Bas : Alignements successifs entre les deux interfaces, de gauche à droite, les franges d'égale épaisseur s'élargissent au fur et à mesure que les interfaces sont parallèles [58].....	106
Figure 4-11: Schéma de l'écriture en cascade ou de la fabrication d'un masque de phase binaire de grande longueur.	107
Figure 4-12: Photos de réseaux de diffraction de dimensions 3*300 mm^2 écrits par la technique d'écriture au vol sans modulation.....	108

Figure 4-13: Schéma de principe de l'écriture de réseaux de structures diffractantes en deux dimensions.....	109
Figure 4-14: Photo de réseaux de diffraction 2D de période 650 nm. Les réseaux 2D se trouvent à l'intersection des pistes.	109
Figure 4-15: Images MEB-FEG des réseaux 2D écrits grâce au banc d'écriture en vol en faisceau non modulé. Gauche : grossie 8000 fois, Droite : 120 000 fois.	110
Figure 4-16: représentation de l'angle tolérable pour le parallélisme entre les traits des réseaux G1 et G2.	111
Figure 4-17: Schéma du masque de phase trois réseaux à fabriquer. Bas: rappel des paramètres optimums des réseaux G1 (Gauche) et G2 (Droite) pour écrire des réseaux de période 2 μm	111
Figure 4-18: Représentation schématique du dépôt de la couche de Si_3N_4 et de la réalisation de l'ouverture pour le réseau central.	113
Figure 4-19: Représentation schématique de l'étape de préparation du substrat avant l'écriture électronique (Gauche). Les réseaux se retrouvent après développement dans la résine (Droite).	114
Figure 4-20: Représentation schématique du transfert par lift-off des réseaux par RIE à l'aide d'un masque en chrome.	114
Figure 4-21: Photographie d'un substrat (5 pouces) contenant trois masques de phase (trois réseaux de 10 cm de large).	115
Figure 4-22: Droite image MEB de G1 avant le dépôt de la couche d'aluminium. Centre: Image MEB de profil de G2. Gauche : Image MEB en plongée de G2.....	115
Figure 4-23: Dispositif expérimental permettant de mesurer les efficacités optiques des masques à trois réseaux. Les deux ordres -1 sont visibles sur le mur en arrière plan.	116
Figure 4-24: Schéma de principe de l'élargissement du faisceau.....	116
Figure 4-25: Schéma du principe de l'élargissement à partir de lentilles cylindriques.....	117
Figure 4-26: Capture d'écran obtenue avec l'analyseur de faisceau de la répartition d'intensité de la ligne de lumière générée à l'aide de lentilles cylindriques divergentes.	118
Figure 4-27: Image prise au microscope optique des microlentilles cylindriques grossie 2,5 fois.	118
Figure 4-28: Photo du montage optique utilisant les microlentilles cylindriques. Le composant est au premier plan. On aperçoit sur l'écran la ligne de lumière générée.....	119
Figure 4-29: Capture d'écran de l'analyseur de faisceaux montrant la répartition de l'intensité lumineuse dans la ligne de lumière générée par les microlentilles à différentes distances. De gauche à droite : 3, 10 et 25 cm.	119
Figure 4-30: Capture d'écran de l'analyseur de faisceaux montrant la répartition de l'intensité lumineuse dans la ligne de lumière générée par la microlentille à différentes distances et utilisée avec une lentille cylindrique. Gauche à 10 cm, droite à 25 cm.	120
Figure 4-31: Evolution de l'efficacité des DOE en fonction du nombre de niveaux de phase [42].	121
Figure 4-32: Evolution de l'efficacité des DOE en fonction du nombre de niveau de phase, prenant en compte les difficultés d'alignements [42].	122
Figure 4-33: Tableau récapitulatif des différents types d'éléments diffractifs commandés ainsi que l'allure de la figure générée.	123
Figure 4-34: Reconstruction en champ lointain.	123
Figure 4-35: Profil d'intensité de la ligne de lumière. Haut avec une compensation qui annule l'effet du sinus cardinal. Bas : profil sans compensation.	124

Figure 4-36: Images prises au microscope optique des différents DOE. Haut gauche: binaire <i>on-axis</i> (x 10). Haut droite: binaire <i>off-axis</i> (x 10). Bas: 4 niveaux <i>off-axis</i> (x 40).....	124
Figure 4-37: Photos des lignes générées par le DOE de type 4 niveaux <i>off-axis</i> . Haut: Avec la ligne de la fenêtre fondamentale qui touche celle des fenêtres des ordres supérieurs. Bas : Cas où la ligne de la fenêtre fondamentale est séparée de celle des ordres supérieurs.	125
Figure 4-38: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par un DOE 4 niveaux.	125
Figure 4-39: Image et schéma du DOE circulaire.....	126
Figure 4-40: Photo du montage montrant le DOE circulaire sur le moteur.	126
Figure 4-41: Photo de la figure générée par le DOE circulaire. Gauche: moteur éteint. Droite: Moteur allumé.....	127
Figure 4-42: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par le DOE circulaire à 2 niveaux en rotation.	127
Figure 4-43: Schéma de fonctionnement du <i>beam-shaper</i> réfractif.....	128
Figure 4-44: Profil de la hauteur du Beam-shapper [61].	128
Figure 4-45: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par le <i>beam-shaper</i> réfractif.	129
Figure 4-46: Schéma de principe de l'écriture au vol.....	129
Figure 4-47: Photos de réseaux de diffraction de période 2 μm écrits au vol à l'aide du masque de phase trois réseaux haut-indice.	130
Figure 5-1: Schéma de la structure du masque de phase haut-indice.	134
Figure 5-2: Efficacités des ordres de diffraction 0 (pointillés), et +/- 1 (trait plein) suivant la hauteur des plots d'une largeur de 50 nm.	136
Figure 5-3: Efficacités des ordres de diffraction 0 (pointillés), et +/-1 (trait plein) suivant la largeur des plots de Si_3N_4 d'une hauteur de 150 nm.....	136
Figure 5-4: Evolution de l'efficacité de l'ordre zéro en fonction de la hauteur des plots de Si_3N_4 autour de la valeur optimale.	137
Figure 5-5: Evolution de l'efficacité de l'ordre zéro en fonction de la largeur des plots de Si_3N_4 autour de la valeur optimale.	138
Figure 5-6: Evolution de l'intensité de l'interférogramme sous le masque de phase, vue en 3D.	139
Figure 5-7: Evolution de l'intensité de l'interférogramme sous le masque de phase. Représentation en échelle de couleur. Les rectangles noirs à gauche de la figure représentent les plots en Si_3N_4	139
Figure 5-8: Distribution d'intensité dans l'interférogramme dans la direction x sous le masque de phase à différentes distances.	140
Figure 5-9: Images MEB en coupe d'un réseau de période 200 nm composé de lignes en nitrure de silicium de 50 nm de large sur un substrat de silicium utilisé pour affiner les paramètres de fabrication du masque du LPN. Droite : grossie 300 000 fois ; gauche 180 000.	142
Figure 5-10: Schéma et photo du montage servant à la caractérisation optique des masques de phase haut indice.	143
Figure 5-11: image de l'ordre de diffraction -1 à travers une goutte d'eau en champ lointain.	144
Figure 5-12: Images prises au microscope optique du masque de phase LPN 1 mettant en évidence les erreurs de <i>stitching</i> . Gauche : grossie 100 fois, les dimensions du carré sont de 320 μm de coté. Droite : Grossie 150 fois, la largeur des bandes est de 4.7 μm	145

Figure 5-13: Scan AFM du masque de phase LPN 1.....	147
Figure 5-14: Image MEB prise en plongée du masque de phase LPN 4-D prise sur une zone de raccordement entre deux champs. Le raccordement de champ est difficilement distinguable tant sa diminution a été optimisée.	147
Figure 5-15: Scan AFM du masque de phase LPN 4-B.....	148
Figure 5-16: Image de la tranche du masque de phase LPN 4 réalisée à l'aide d'un MEB FIB.....	148
Figure 5-17: Schéma représentant une coupe avec les dimensions du masque de phase LPN 4.....	149
Figure 5-18: Photo du banc d'écriture de réseau de période 100 nm.	150
Figure 5-19: Schéma représentant la mise en œuvre du masque de phase pour l'écriture de réseau de période 100 nm.	151
Figure 5-20: images MEB de réseau de période 200 nm. On distingue le réseau de période 100 nm sur modulé par un autre de période 200 nm. Gauche : grossi 20 000 fois ; Droite : 100 000.	152
Figure 5-21: Diagramme des k représentant la direction de propagation des ordres de diffraction dans l'air (demi-cercle noir) et dans le substrat en silice (demi-cercle vert) quand le réseau est éclairé à la longueur d'onde $\lambda=244$ nm. Gauche : si le réseau a une période égale à 200 nm ; Droite : si le réseau a une période égale à 100 nm.	152
Figure 5-22: Représentation des ordres de diffractions générés par un réseau de période 100 nm en résine sur un substrat en silice fondue, éclairé par un faisceau laser de longueur d'onde $\lambda=244$ nm. On peut voir l'ordre de diffraction -1 en transmission piégé dans le substrat.	153
Figure 5-23: Images prises au MEB-FEG de réseaux de période 100 nm. Gauche: grossi 80 000 fois; Droite: grossi 300 000 fois.	154
Figure 5-24: Image du réseau de période 100 nm obtenue grâce à l'AFM. Gauche : profil d'une ligne qui permet la mesure de la profondeur et de la période; Droite : image de la surface en 2D, la ligne blanche représente l'endroit où l'analyse a été faite.	155



Nomenclature

Variables

Nom	Signification	Unité
Λ	période d'un réseau	nm
p	période d'un interférogramme	nm
λ	longueur d'onde	nm
n	indice de réfraction	aucune
\vec{E}	champ électrique	V/m
\vec{H}	champ magnétique	A/m
k_0	vecteur d'onde	nm^{-1}
C	contraste	aucune
I	intensité lumineuse	Watt

Indices

Nom	Signification
i	incident
d	diffracté
t	transmis
r	réfléchi
min	minimum
max	maximum

Abréviations

Sigle	Signification
2D	2 Dimensions
3D	3 Dimensions
AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i> / Microscope à Force Atomique
AIL	<i>Achromatic Interference Lithography</i> / Lithographie interférentielle achromatique

ARC	<i>Anti Reflection Coating</i> / Couche anti reflet
CCP	<i>capacitively coupled plasma</i>
CD	<i>Critical Dimension</i> / Dimension Critique
CGH	<i>Computer Generated Hologram</i> / Hologramme généré par ordinateur
CPA	<i>Chirped Pulse Amplification</i> / Amplificateur à dérive de fréquence
DOE	<i>Diffraction Optical Elements</i> / éléments optiques diffractifs
DUV	<i>Deep Ultra-Violet</i> pour ultra violet profond : $\lambda < 300$ nm
EM	Electro-Magnétique
FEG	<i>Field Emission Gun</i> / Canon à émission de champ
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> / Faisceau d'ions focalisés
He-Cd	Hélium-Cadmium, type de laser à gaz utilisé ($\lambda=441.6$ nm)
He-Ne	Hélium-Néon, type de laser à gaz utilisé ($\lambda=632.8$ nm)
IBE	<i>Ion Beam Etching</i> / Gravure par faisceau d'ions
ICP	<i>Inductively Coupled Plasma</i>
IL	<i>Interference Lithography</i> / lithographie interférentielle
LPCVD	<i>Low Pressure Chemical Vapor Deposition</i> / déposition chimique en phase vapeur à faible pression
LuAG	Lutécium Aluminum Garnet / grenat d'aluminium et de lutécium, matériau transparent dans l'UV profond
MEB	Microscope Electronique à Balayage ou SEM en anglais
MIBK	<i>Methyl Isobutyl Ketone</i> pour méthylisobutylcétone
MLD	<i>MultiLayer coated Dielectric</i>
NA	<i>Numerical Aperture</i> / Ouverture numérique
Nd :YAG	Néodyme : Yttrium Aluminum Garnet / grenat d'yttrium et d'aluminium dopé aux ions néodyme. Cristal utilisé dans les lasers du même nom.
PECVD	<i>Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition</i> / dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma
PLD	<i>Pulse Laser Deposition</i> / Ablation Laser Pulsé
PMMA	<i>Polymethyl Methacrylate</i> / polyméthacrylate de méthyle
RIBE	<i>Reactive Ion Beam Etching</i> / Gravure par faisceau d'Ions Réactifs
RIE	<i>Reactive Ion Etching</i> / Gravure par Ions Réactifs
SBIL	<i>Scanning Beam Interference Lithography</i> / Lithographie interférentielle par balayage
SCCM	<i>Standard Cubic Centimeters per Minute</i> unité utilisée pour mesurer le débit d'un gaz notamment en RIE
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i> / voir MEB
SWG	<i>Sub-Wavelength Grating</i> / Réseau de période sub-longueur d'onde
TE	Transverse Electrique
TIR	<i>Total Internal Reflection</i> / réflexion total interne
TM	Transverse Magnétique
UV	Ultra Violet / intervalle de longueur d'onde compris entre 20 et 350 nm

Conversion d'unités

unité	conversion	abréviation
1 pouce	2.54 cm	in ou “
1 electron-volt	$1.602 \cdot 10^{-19}$ J	eV
1 Torr	1 mmHg=133.22 Pa	Torr
1 Ångström	$1 \text{ Å} = 10^{-10}$ m	Å

Introduction

Ce travail de thèse traite de la fabrication de réseaux de diffraction à l'aide de masques de phase. Les réseaux de diffraction n'ont cessé d'évoluer depuis le premier élément fabriqué en 1785 par David Rittenhouse, un astronome américain. Le premier à avoir réellement saisi leur capacité et à avoir utilisé les réseaux de diffraction est le physicien allemand Joseph Von Fraunhofer en 1814. Ses premiers réseaux étaient d'une telle qualité qu'ils étaient capables de décomposer le spectre du soleil avec une résolution telle qu'il a pu observer les raies d'absorption qui portent aujourd'hui son nom. La première application était née : la spectroscopie. Aujourd'hui les applications des réseaux où des structures de dimensions de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde se sont aussi multipliées. Leur champ d'application est si large que des réseaux sont utilisés dans des domaines qui vont de la physique fondamentale à la production d'énergie en passant par l'analyse chimique.

Les caractéristiques des réseaux ont aussi évolué avec l'augmentation du nombre d'applications. Leurs périodes ont dû diminuer jusqu'à moins de 100 nm pour une utilisation comme polariseur large bande. Les utiliser pour structurer des panneaux solaires permet de réduire les pertes par réflexions et piéger la lumière à l'intérieur de la cellule. Le rendement augmentant, il est possible de diminuer la quantité de silicium, ce qui tend à rendre l'énergie solaire de plus en plus rentable et accessible pour le marché européen, qui reste un gros consommateur d'électricité. Enfin, des réseaux dont la période se situe aux alentours de 675 nm peuvent être utilisés pour comprimer des impulsions laser. Si la surface du réseau est grande, le réseau pourra supporter une haute fluence, l'impulsion générée aura une puissance crête d'autant plus élevée. Cette application permet théoriquement d'accélérer des particules chargées (électrons ou ions) pour leurs permettre d'atteindre des énergies égales au GeV (10^9 eV soit $1.6 \cdot 10^{-10}$ J) avec une distance d'accélération de quelques millimètres [1]. C'est pour cette raison que le laboratoire a postulé pour participer au projet ELI² (*Extrem Light Infrastructure*), qui est un projet européen, le but est de construire un laser capable de délivrer des impulsions lumineuses ultra brèves (de l'ordre de l'attoseconde soit 10^{-18} s), à une cadence élevée (1 tir par minute, ce qui est assez élevée pour ce type de laser). La puissance crête des impulsions est de l'ordre de l'exawatt (10^{18} W, par comparaison, le réacteur nucléaire de 3^{ème} génération EPR d'Areva délivrera 1600 MW de puissance électrique). Avec de telles puissances mises en jeu, il est possible de générer des interactions entre le rayonnement et la matière jamais observées auparavant, les domaines d'énergies mis en œuvre sont telles que les lois relativistes ne sont plus valides [2]. Il existe deux verrous technologiques à la construction d'ELI : le premier concerne les cristaux de saphir dopés aux ions titane, qui doivent être de grande dimension, et qui seront utilisés comme milieux amplificateur dans

² <http://www.extreme-light-infrastructure.eu/>

les chaînes laser. Le deuxième verrou concerne les réseaux de diffraction de période 675 nm dont la dimension doit être de l'ordre du mètre carré pour supporter la fluence et qui seront utilisés pour la compression des impulsions. C'est sur ce deuxième point que le laboratoire s'est positionné en mettant en avant ses compétences dans le domaine des réseaux de diffraction et sur lequel ce travail de thèse a été initié.

Le point commun entre ces quelques applications est que les surfaces à structurer sont grandes, l'ordre de grandeur se situant vers le mètre carré. Il est donc nécessaire de trouver des techniques permettant la fabrication de réseaux de qualité et à bas coût. Cela a été l'un des objectifs de la thèse en développant un outil d'écriture de réseaux permettant d'atteindre ces surfaces tout en restant réalisable industriellement. En effet, si l'on fait le tour des techniques de fabrication on se rend compte qu'elles sont nombreuses et complémentaires. Il n'en existe cependant aucune qui allie adaptabilité et capacité de fabriquer des réseaux de grande qualité sur de grandes surfaces. La technique d'exposition classique consistant à faire interférer deux faisceaux dans un montage de type Mach-Zehnder est très flexible en termes de choix de la période mais est très difficile à mettre œuvre lorsqu'il s'agit de passer à l'écriture sur grandes surfaces. L'écriture directe, si elle est très variable aussi en termes de période mais aussi de motif, est limitée en dimension par la taille finie des substrats qui peuvent être chargés dans ces machines. La technique du masquage grâce à un masque de chrome est quant à elle limitée dans le cas de l'écriture unique lorsque la période est de l'ordre du micromètre. Ces périodes nécessitent une grande proximité entre le masque et le substrat voire même un contact, ce qui limite la durée de vie du masque. L'exposition dite en *step & repeat* pose des problèmes en plus de ceux cités ci-dessus en termes de qualité du réseau, notamment les erreurs de raccordement entre les champs.

Il paraît indispensable de présenter ici en quelques lignes une solution développée par une équipe du MIT (*Massachusetts Institute of Technology*, MA-États-Unis), qui consiste à inscrire un réseau sur une grande surface à partir d'un interférogramme de petite dimension (2 mm de diamètre). La technique est dénommée SBIL, pour *Scanning Beam Interference Lithography*, que l'on peut définir comme étant une technique hybride entre l'écriture directe (*mechanical ruling*) et la lithographie interférentielle. Cette technique permet d'utiliser des optiques de petite dimension pour générer la figure d'interférence, ce qui évite l'utilisation d'optiques de grande taille dont la fabrication est plus difficile et le prix prohibitif. Les efforts de développement ont été portés sur le contrôle du repositionnement du substrat entre chaque scan, pour que les franges d'interférences se recouvrent parfaitement. Cette technique a porté ses fruits et après 20 ans de recherche le *Nanoruler* est opérationnel et capable à titre d'exemple d'écrire un réseau de période 400 nm sur un substrat de 300x300 mm en quelques 20 minutes.

Une technique d'écriture originale, appelée écriture au vol, a été développée au laboratoire et est protégée par un brevet (université de Saint-Etienne, Y. Jourlin, O. Parriaux, W02010060741). Cette technique consiste à illuminer un masque de phase de petite dimension qui génère une figure d'interférence de petite dimension. La figure d'interférence est générée à l'aide d'un masque de phase, qui n'est jamais en contact avec le substrat, ce qui confère une durée de vie illimitée à ce dernier. Cette figure périodique est ensuite transférée dans une couche de résine photosensible qui recouvre un substrat posé sur un charriot qui se translate sous le masque. La direction de déplacement du charriot est perpendiculaire au sens des lignes de la figure d'interférence. Afin de reproduire la structure périodique de l'interférogramme dans la résine, le déplacement du banc est contrôlé à l'aide d'un capteur développé au laboratoire. L'intensité du faisceau est modulée et synchronisée sur le déplacement du banc afin de s'éteindre et de se rallumer périodiquement dans le but de reproduire la même figure dans la résine. Le

développement de ce banc a fait l'objet d'un travail de thèse qui a été soutenue en 2006 [3]. Cette précédente thèse a démontré qu'il était possible d'écrire des réseaux de diffraction de période 500 nm dont la longueur limite est celle du chariot, et de largeur 1 cm. Cette technique prometteuse a néanmoins ses limites: la première en termes de période, où seules les périodes comprises entre 250 nm et 650 nm peuvent être écrites à la longueur d'onde 442 nm. La seconde en termes de largeur : en effet, si la longueur des réseaux écrits est seulement limitée par la longueur du chariot, leur largeur ne peut excéder celle du masque.

Afin de se rapprocher des structures couramment exigées pour les applications utilisant des réseaux de diffraction, il a fallu trouver des solutions pour repousser les limites de l'écriture au vol par masque de phase. Le but de ce travail de thèse a consisté à apporter des solutions aux problèmes cités ci-dessus. Le point clé du dispositif est le masque de phase dans la mesure où c'est lui qui dicte la période de l'interférogramme. Une solution dans le design et dans la fabrication a dû être trouvée afin de fabriquer un masque de phase capable de générer un interférogramme dont la période est de 100 nm. Afin de ne plus limiter les périodes à 650 nm, un nouveau masque intégrant trois réseaux a été fabriqué. Un tel masque repousse la limite supérieure pour ce qui est de la période et permet l'écriture de n'importe laquelle d'entre elles, sur de grandes dimensions en implémentant le masque sur le banc. Afin d'augmenter la surface des réseaux, une solution a été démontrée pour écrire des masques de phase larges à partir d'un masque pouvant être fabriqué avec les techniques standards de lithographie. Pour être complet, ce travail de thèse a aussi étudié l'élargissement du faisceau lumineux. En effet, un masque de grande largeur doit être illuminé avec une ligne de lumière de dimension au moins égale à sa largeur, mais surtout avec un profil d'intensité constant (dit « *top hat* ») afin de garantir l'uniformité des réseaux.

Le présent manuscrit est divisé en 5 chapitres. Le premier chapitre, assez général, permet de se familiariser avec les réseaux de diffraction en introduisant les paramètres qui servent à les décrire. Les conventions de signe seront aussi décrites dans ce chapitre. Une partie de ce chapitre sera consacrée à une description détaillée de quelques applications des réseaux de diffraction, notamment celles où notre technique d'écriture au vol peut trouver un intérêt. Le deuxième chapitre présente un état de l'art des différentes techniques d'écriture de réseaux de diffraction. Toutes les techniques là aussi ne seront pas décrites mais seulement celles entrant dans le cadre de la problématique de cette thèse, c'est-à-dire période ultime (inférieure à 100 nm et supérieure à 1 μ m), en particulier celles se rapprochant le plus des périodes critiques. L'autre axe développé concerne l'écriture de réseau sur des grandes surfaces ; on entend par grandes surfaces celles qui se rapprochent du mètre carré.

Le chapitre 3 est le chapitre qui fait le lien entre la problématique et la solution masque de phase. Il est essentiellement consacré à ce dernier, le masque de phase étant le point clé du dispositif d'écriture au vol. L'écriture au vol est par conséquent limitée en termes de périodes par celles qui peuvent être écrites par le masque. Ce chapitre apporte donc des solutions sur le design des masques de phase qui pourront par la suite être implémentées sur le banc en vue d'aller au delà des limites, qu'elles soient hautes ou basses, pour les périodes inscriptibles par le banc.

Le chapitre 4 s'attachera à décrire comment les masques de phase de grande largeur, et permettant l'écriture de réseaux de grande période, ont été fabriqués. Une partie importante de ce chapitre sera consacrée aux méthodes pouvant servir à l'élargissement du faisceau. Enfin, un exemple de réseau écrit à l'aide de ce masque sera présenté. Le dernier chapitre se focalisera sur l'écriture de réseaux de petite période: 100 nm (ou de 50 nm de dimension caractéristique), avec un masque de phase haut indice de

période 200 nm. Ce chapitre est le fruit d'une collaboration entre notre équipe et d'autres laboratoires au sein d'un programme d'excellence européen.

Dans ce manuscrit beaucoup d'efforts ont été faits pour employer le moins d'anglicismes possible. Néanmoins, la littérature relative aux domaines dans lesquels cette thèse se place étant en anglais, beaucoup de termes sont dans cette langue. Tout au long de ce manuscrit, ils seront repérés en italique. Une traduction française sera utilisée quand un terme équivalent existe, sinon le terme anglais sera utilisé afin de ne pas surcharger inutilement le texte. Il en va de même avec les acronymes issus le plus souvent de termes anglais. Ces acronymes étant le plus souvent utilisés tels quels dans la littérature, allégeant souvent l'écriture, ils seront traduits lors de leur premier emploi. Le lecteur pourra toutefois se référer à la liste exhaustive des acronymes utilisés ainsi que leur signification et leur éventuelle traduction au début du manuscrit.

Chapitre 1: Description et applications des réseaux de diffraction

Ce premier chapitre descriptif a pour but de donner un ensemble d'éléments nécessaires à la compréhension des différents chapitres de ce manuscrit. Les applications des réseaux de diffraction sont multiples et variés, dans de nombreux champs scientifiques et industriels. Seules les plus importantes applications seront décrites ici, en lien avec le sujet de cette thèse, c'est-à-dire petite période et/ou grandes dimensions.

1.1 Définition et caractéristiques

Un réseau de diffraction peut être considéré comme un ensemble d'éléments identiques (généralement une suite de creux et de sillons) répartis de façon périodique sur une surface. Dans ce cas c'est une variation périodique du profil, mais on peut aussi considérer une variation périodique de l'indice de réfraction dont le meilleur exemple est les réseaux de Bragg dans les fibres optiques. La distance entre deux éléments est appelée période du réseau et sera notée Λ tout au long de ce manuscrit et nous considérerons seulement des réseaux de variation de profil. La période Λ pour un réseau de diffraction varie entre quelques micromètres et quelques dizaines de nanomètres. Pour la plupart des applications cette période est strictement la même sur toute la surface du réseau; on parle de cohérence spatiale du réseau. Si la période varie de façon linéaire suivant une direction, on parlera de réseau « chirpé ».

1.1.1. Définition et type de profils

La forme des motifs périodiques d'un réseau peut être variée ; on en distinguera trois types principaux: carré, triangulaire et sinusoïdale. La caractéristique commune à ces profils est leur période Λ .

1.1.1.1. Les réseaux de profil carré

Dans ce cas, les sillons qui composent le réseau sont des rectangles, de hauteur h et de largeur l espacés d'une distance s pour *space*. La période Λ d'un tel réseau est donc égale à la somme de $l + s$. La Figure 1-1 est une représentation schématique d'un réseau de profil carré, sur lequel sont identifiés les paramètres l , s , h et Λ . On trouve dans la littérature le terme de réseau créneau (ou binaire) du fait qu'il existe seulement deux niveaux de hauteur.

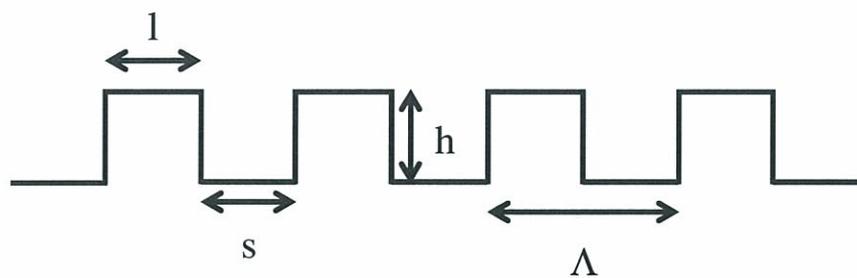


Figure 1-1: Réseau binaire, et ses paramètres associés

On trouve dans la littérature relative aux réseaux de diffraction binaire les termes de rapport ligne/espace (ou *line/space ratio*) défini comme :

$$\text{rapport ligne / espace} = \frac{l}{s} \quad \text{Équation 1-1}$$

mais aussi le terme de rapport cyclique (ou *duty cycle*) défini comme étant le rapport entre la largeur du sillon et la période :

$$\text{rapport cyclique} = \frac{l}{\Lambda} \quad \text{Équation 1-2}$$

On inclut dans les réseaux carrés les réseaux ayant un profil trapézoïdal appelé aussi pseudo-carré en supposant tout de même que les angles sont assez proches de 90°. En effet, de nombreux réseaux dit carrés ou étant carrés dans la résine photosensible sont en réalité des trapèzes, ils prennent cette forme généralement au moment de la gravure.

1.1.1.2. Les réseaux de profil sinusoïdal

Des réseaux de diffraction avec profil de forme sinusoïdale sont assez souvent rencontrés du fait de l'utilisation de l'interférence optique comme méthode d'écriture. Cette technique, qui consiste à faire interférer deux faisceaux cohérents génère dans la zone de recouvrement des faisceaux, une distribution d'intensité sinusoïdale qui peut être transférée dans la résine photosensible recouvrant le substrat (si celle-ci a une réponse linéaire comme certain xérogel). La Figure 1-2 représente un réseau de diffraction de profil sinusoïdal de période Λ et de profondeur h .

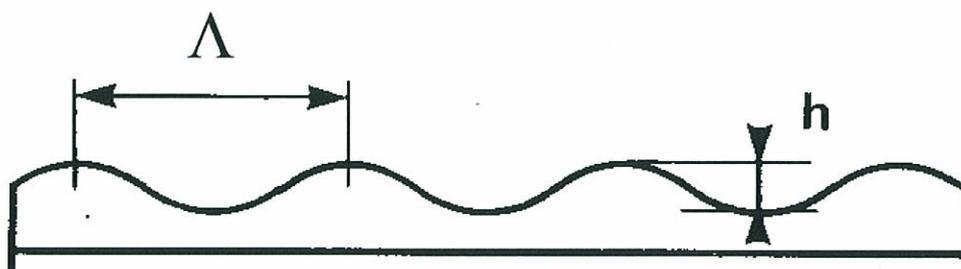


Figure 1-2: Réseau de profil sinusoïdal.

1.1.1.3. Les réseaux de profil triangulaire

Le dernier type de profil décrit dans ce paragraphe est le profil de réseau triangulaire ou blazé. Ce type de profil intervient dans plusieurs applications, car le profil asymétrique permet de favoriser un ordre diffracté plutôt qu'un autre et d'y diriger plus d'énergie lumineuse. Les applications sont la spectroscopie qui utilise le haut pouvoir séparateur des réseaux pour analyser la lumière, et la fonction de monochromateur

utilisée dans les résonateurs lasers afin de sélectionner une longueur d'onde et de ne renvoyer que celle-ci dans la cavité, mais aussi les cellules solaires pour l'augmentation du piégeage des photons [4].

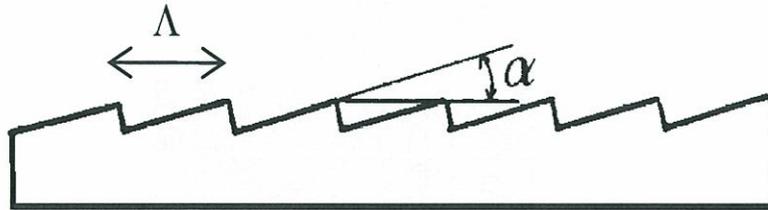


Figure 1-3: Réseau blazé.

La Figure 1-3 représente un réseau de diffraction de profil blazé et de période Λ . Un des aspects des réseaux blazé est l'angle des triangles représenté par α sur la figure. Cet angle va directement influencer la répartition d'intensité entre les ordres diffractés.

1.1.2. Le rapport d'aspect

La profondeur d'un réseau définie par la lettre h , qui représente la profondeur des sillons dans le cas d'un réseau carré, permet de définir le rapport d'aspect (on trouve le terme d'*aspect ratio* dans la littérature anglaise). Le rapport d'aspect que l'on définit comme le rapport entre la largeur des structures (plots) sur leur hauteur.

$$\text{rapport d'aspect} = \frac{l}{h} \quad \text{Équation 1-3}$$

Ce paramètre utilisé dans la modélisation de l'efficacité de diffraction est un facteur limitant au moment de la gravure. Il faudra adapter la technique de gravure suivant la valeur de ce dernier.

1.1.3. Utilisation des réseaux comme masques

Les réseaux utilisés comme masques peuvent être classés dans deux catégories : les masques de phase et les masques d'amplitude. Les réseaux d'amplitude sont caractérisés par une variation périodique de la partie imaginaire de l'indice de réfraction. En d'autre terme il s'agit de lignes composé d'un matériau absorbant, ou réfléchissant généralement un métal (le chrome est souvent utilisé). L'onde lumineuse sera totalement ou en partie absorbée quand elle traversera cette partie de la modulation.

Dans le cas d'un masque de phase, c'est la partie réelle de l'indice de réfraction qui va varier, le matériau utilisé est généralement transparent à la longueur d'onde de travail. La partie de l'onde qui traverse les traits sera donc déphasée par rapport à celle qui ne les aura pas traversés.

1.1.4. Equation des ordres diffractés

Quand on éclaire un réseau de diffraction avec un faisceau de lumière monochromatique, une partie de l'énergie de celui-ci va être réfléchié par le réseau et une partie va être transmise suivant les lois de la réfraction si le réseau est composé d'un matériau transparent. Une partie de la lumière incidente va aussi se propager dans d'autre directions et donner naissance à d'autres faisceaux de lumière dont la répartition est discrète, en réflexion et/ou en transmission. Ces faisceaux sont appelés ordres de diffraction (Figure 1-4).

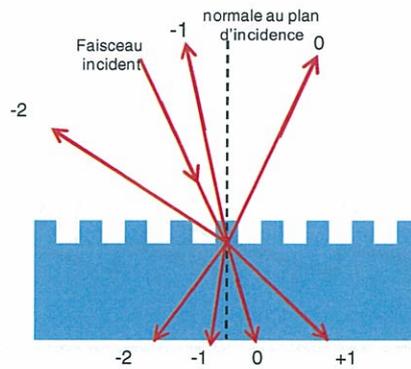


Figure 1-4: Représentation des ordres de diffraction générés par un réseau.

Un réseau éclairé par une lumière blanche (polychromatique) va disperser cette dernière suivant le même phénomène pour chaque composante spectrale. L'optique géométrique est incapable d'expliquer ce phénomène, il faut donc penser ce problème d'optique d'un point de vue ondulatoire pour pouvoir l'expliquer.

L'expérience des fentes d'Young (Figure 1-5), met en évidence la nature ondulatoire de la lumière, où une onde plane issue d'une source de lumière monochromatique éclaire deux fentes de petites dimensions relativement proches. La figure d'interférence sur un écran situé à une distance D des fentes, montre une répartition de l'intensité lumineuse discrète résultant de la superposition de la diffraction par une fente et de l'interférence de deux ondes issus de deux sources lumineuses cohérentes représentées par les fentes.

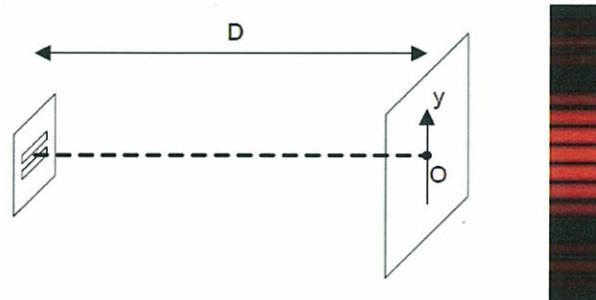


Figure 1-5: Représentation de l'expérience des fentes d'Young et répartition de l'intensité lumineuse sur l'axe y à une distance D des fentes.

Le dispositif d'Young peut être vu comme un réseau à deux fentes, les raies sont donc très larges. Un réseau de diffraction est constitué d'une modulation périodique qui peut être vu comme un grand nombre de fentes, ce qui explique la finesse des raies. La figure d'interférence est le résultat de l'interférence entre les N sources lumineuses qui correspondent au nombre de fentes éclairées (Figure 1-6).

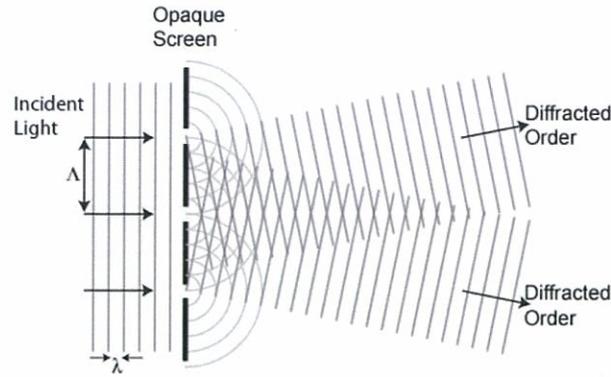


Figure 1-6: représentation schématique de l'interaction entre une onde plane monochromatique de longueur d'onde λ et un réseau de période Λ . Chaque fente du réseau réémet de la lumière qui interfère avec celles réémises par les autres fentes.

Un ordre de diffraction existe quand les fronts d'onde sont en phase c'est-à-dire quand la différence de chemin optique est égal à la longueur d'onde λ ou un multiple entier de cette dernière. Prenons par exemple deux rayons distant d'une période éclairant un réseau, qui se réfléchissent dans un ordre de diffraction ; ce qui signifie qu'ils interfèrent constructivement et donc que la relation précédente est vérifiée (Figure 1-7).

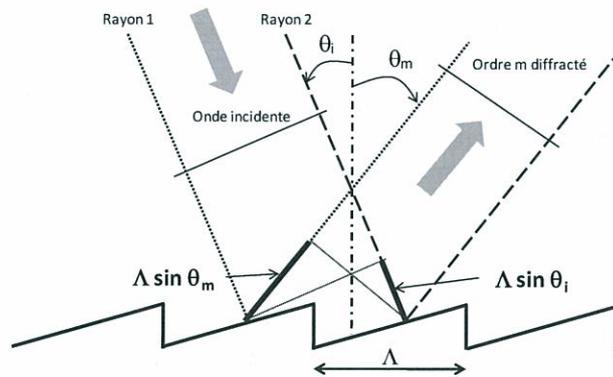


Figure 1-7: Schéma représentant les conditions de création d'un ordre de diffraction à partir de deux rayons issus d'une onde plane [5].

La différence de chemin optique δ entre le rayon 1 et le rayon 2 s'exprime :

$$\delta = \Lambda n_d \sin \theta_m - \Lambda n_i \sin \theta_i \quad \text{Équation 1-4}$$

Pour qu'il y ait création d'un ordre de diffraction, les deux ondes doivent être en phase, ce qui implique:

$$\delta = m \lambda \quad \text{Équation 1-5}$$

Les angles θ_i et θ_m doivent vérifier l'égalité :

$$\Lambda n_d \sin \theta_m - \Lambda n_i \sin \theta_i = m \lambda \quad \text{Équation 1-6}$$

Ou encore, en divisant par λ et Λ puis en multipliant tout les termes par 2π pour obtenir la relation sous la forme:

$$n_i k_0 \sin \theta_i + m K_g = n_d k_0 \sin \theta_m \quad \text{Équation 1-7}$$

Cette dernière équation est appelé équation des réseaux, où m est l'ordre de diffraction considéré, à noter que m est un nombre entier relatif. θ_i est l'angle d'incidence du faisceau incident par rapport à la normale au plan du réseau, θ_m est l'angle par rapport à cette dernière de l'ordre de diffraction d'ordre m . les termes n_i et n_d sont les indices de

réfraction dans lesquels se propagent respectivement l'onde incidente et l'onde diffractée considérée. Le terme K_g est un terme appelé, fréquence spatiale par analogie au vecteur d'onde k_0 , il est en fait homogène à une pulsation spatiale.

$$K_g = \frac{2\pi}{\Lambda} \quad \text{Équation 1-8}$$

Dans cette expression Λ représente la période du réseau de diffraction. Le terme k_0 est appelé vecteur d'onde :

$$k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad \text{Équation 1-9}$$

Dans cette expression λ_0 est la longueur d'onde de l'onde électromagnétique dans le vide.

L'équation des réseaux est une équation scalaire impliquant la projection de tous les vecteurs d'ondes (k_0 des ondes incidentes et diffractés) et du vecteur du réseau \vec{K}_g . Cette relation est vraie si le plan d'incidence des vecteurs d'onde est colinéaire au vecteur de réseau. Il est possible d'exploiter et de généraliser cette propriété en faisant une construction vectorielle sur un diagramme (appelé diagramme des k) dont le fonctionnement fait l'objet du paragraphe suivant.

Avant de continuer, il est judicieux de fixer une convention sur l'orientation des ordres diffractés et sur leurs signes. Dans la suite de ce manuscrit, et en particulier pour les modélisations, l'angle entre les ordres diffractés et la normale au réseau sera compté positivement depuis la normale si celui-ci se propage dans le quart de plan adjacent en cas d'ordres réfléchis et négativement si les ordres réfléchis se propagent dans le quart de plan de l'onde incidente. Concernant les ordres de diffraction transmis, on comptera positivement l'angle entre la normale et l'ordre si ceux-ci se propagent dans le quart de plan opposé et négativement s'ils se propagent dans le quart de plan adjacent. La Figure 1-8 permet de résumer et de voir plus clairement la convention adoptée.

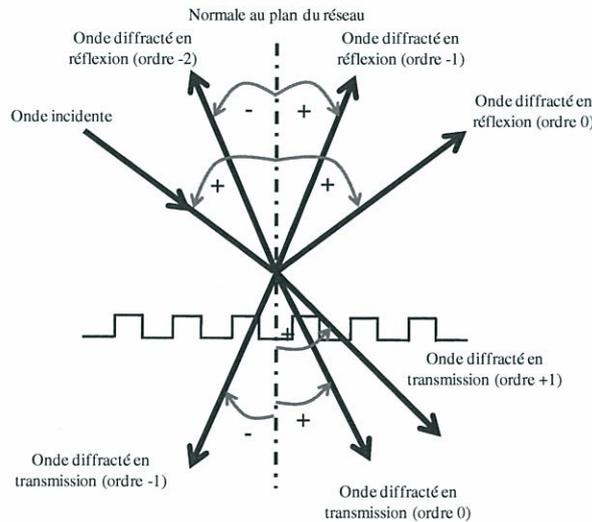


Figure 1-8: Convention de signe adoptée pour les angles des ordres de diffraction par rapport à la normale au réseau.

Dans tous les cas, l'angle entre la normale au plan du réseau et l'onde incidente est compté positivement.

1.1.5. Construction vectorielle des ordres de diffraction ou espace des k

Il existe un outil pratique qui sera utilisé dans ce manuscrit pour représenter les ordres de diffraction, appelé espace des k ou espace réciproque. On peut faire ici une analogie avec la sphère d'Ewald utilisée pour étudier la diffraction des rayons X par les cristaux. C'est un diagramme dans lequel les milieux où se propagent les vecteurs d'onde sont représentés par des demi-cercles. Le rayon de ces demi-cercles est égale à la norme du vecteur \vec{k} dans le milieu c'est-à-dire au produit $n \cdot k_0$, où n représente l'indice de réfraction du milieu considéré. Tous les ordres de diffraction générés, qui se propagent dans ce milieu possèdent un vecteur \vec{k} , dont la norme est égale au rayon du demi-cercle dans lequel ils se propagent. Ceux-ci auront pour origine la normale du réseau, qui correspond au centre du diagramme, et pointeront en direction du cercle pour venir s'appuyer contre celui-ci. Une seule exception est notée, elle concerne la position du vecteur d'onde incident \vec{k}_i , l'origine de ce dernier est située sur la normale au réseau et il pointe en direction de l'interface entre les deux milieux. Le vecteur \vec{K}_g est colinéaire au vecteur \vec{k}_x . La construction des vecteurs \vec{k} des ordres diffractés s'effectue dans un premier temps en ajoutant le vecteur modulo un nombre entier relatif, sur l'axe k_x en prenant pour origine de celui-ci l'extrémité du vecteur \vec{k}_i . Le nombre de fois où le vecteur \vec{K}_g est additionné correspond au nombre d'ordre générés. Si la pointe du vecteur \vec{K}_g modulo m ($m \in \mathbb{Z}$), se trouve en dehors du demi-cercle l'ordre n 'est pas propagatif. Le point entre le segment perpendiculaire à k_x , compris entre la pointe du vecteur $m \cdot \vec{K}_g$, et le demi cercle indique la direction du vecteur \vec{k}_m de l'ordre de diffraction m considéré. L'angle entre \vec{k}_m et la normale au réseau est le même dans l'espace direct.

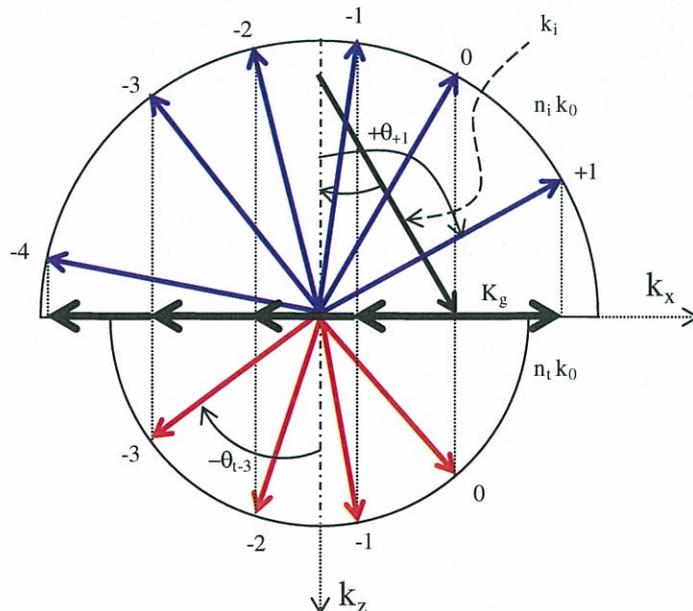


Figure 1-9: Exemple de construction d'un diagramme des k.

La Figure 1-9 est un exemple d'une construction d'un diagramme des k. Dans cet exemple compte tenu de l'angle d'incidence du vecteur \vec{k}_i par rapport à la normale et de

la norme du vecteur \vec{K}_g , il y a 6 ordres de diffraction en réflexion (de l'ordre - 4 à + 1 ; représentés en bleu) et 4 ordres de diffraction transmis (de - 4 à 0 ; en rouge). Mathématiquement, on peut retrouver l'équation des réseaux en remarquant que la projection du vecteur incident sur l'axe k_x auquel on ajoute le terme $m \cdot K_g$, doit être égale à la projection du vecteur \vec{k}_m (m représente le numéro de l'ordre) sur ce dernier.

1.2 Interaction entre une onde EM et un réseau

1.2.1. Polarisation de l'onde incidente

La polarisation est une des propriétés des ondes électromagnétiques dont la grandeur physique est représentée par le vecteur champ électrique \vec{E} et le champ magnétique \vec{H} . Une onde plane est définie par ces deux vecteurs et par le vecteur \vec{k} qui est normal au plan de l'onde et indique la direction de propagation de l'onde, telle que les vecteurs \vec{E}, \vec{H} et \vec{k} forment un trièdre direct. On définit le plan d'incidence comme le plan de l'espace qui contient la normale à la surface du réseau et le vecteur d'onde incident. Durant les travaux de thèse les masques ont été éclairés par une source de lumière polarisée linéairement. Deux états de polarisation ressortent, il s'agit de la polarisation TE pour Transverse Electric, le terme s est parfois employé et TM pour Transverse Magnétique le terme p est parfois employé. La Figure 1-10 permet de représenter la position des vecteurs cités par rapport à un réseau.

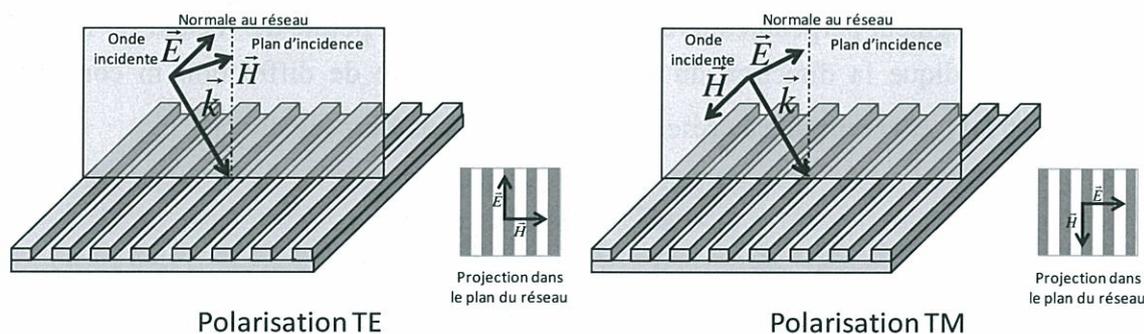


Figure 1-10: représentation des différentes formes de polarisation éclairant un réseau. A gauche la polarisation TE; à droite la polarisation TM.

Dans le cas de la polarisation TE, le vecteur représentant la direction du champ électrique se trouve dans le plan perpendiculaire au plan d'incidence. Dans le cas de la polarisation TM c'est le vecteur représentant la direction du champ magnétique qui se trouve dans ce plan. Cette information concernant le plan de polarisation de l'onde incidente par rapport au réseau est importante, car l'efficacité des ordres de diffraction dépend de la polarisation de l'onde. C'est notamment le cas de l'ordre zéro, que l'on cherchera à annuler en intensité lorsqu'un réseau est utilisé comme masque de phase; cette partie sera discutée plus en détails dans le chapitre 3.

1.2.2. Incidence

La direction des ordres de diffraction et leurs intensités dépendent de l'angle avec lequel l'onde vient éclairer le réseau par rapport à la normale de celui-ci. La direction des

ordres diffractés générés par le réseau est donnée par l'équation des réseaux établie dans la section 1.1.3. Il en ressort deux cas particulièrement utiles, le premier quand l'angle d'incidence par rapport à la normale est nul, le second quand le réseau est éclairé sous incidence de Littrow.

1.2.2.1. Cas de l'incidence normale

Dans le cas où l'onde incidente éclairant le réseau a une incidence normale, l'équation 1-7 qui donne la valeur de l'angle de diffraction θ_m de l'ordre m par rapport à la normale du réseau dans le milieu d'indice n_d se simplifie et devient :

$$\theta_m = \arcsin\left(m \frac{\lambda_0}{n_d \Lambda_g}\right) \quad \text{Équation 1-10}$$

Le nombre d'ordre de diffraction transmis dans le milieu d'indice n_d est donné par la relation:

$$|m| \leq n_d \frac{k_0}{k_g} = n_d \frac{\Lambda_g}{\lambda_0} \quad \text{Équation 1-11}$$

Une des particularités de l'incidence normale, est la symétrie des angles des ordres diffractés par rapport à la normale au réseau. Pour les ordres $+$ et $-$, on a la relation :

$$|\theta_{+1}| = |\theta_{-1}| = \arcsin \frac{\lambda_0}{n_d \Lambda} \quad \text{Équation 1-12}$$

De plus, si le profil du réseau est symétrique (créneau ou sinus), l'intensité diffractée dans les ordres est aussi identique. Il est donc possible d'utiliser un réseau comme séparateur de faisceaux (*beam splitter*), d'autant plus efficace si seulement les ordres ± 1 se propagent et que l'efficacité de l'ordre zéro transmis est faible, comme l'illustre le diagramme dans l'espace réciproque de la Figure 1-11.

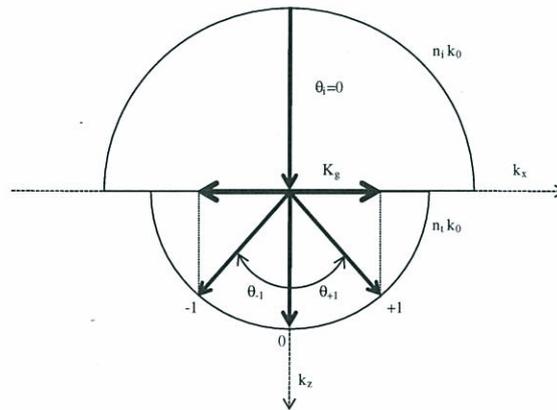


Figure 1-11: Diagramme des k dans le cas de l'incidence normale, seuls les vecteurs des ordres transmis sont représentés pour plus de clarté.

Néanmoins, dans notre cas, la particularité la plus intéressante de l'utilisation d'un réseau en incidence normale réside dans le fait que la période de l'interférogramme généré par le recouvrement des ordres $+$ et $-$, parfaitement balancés, est 2 fois plus petite que la période du réseau. Ceci est vérifié à la seule et unique condition que l'ordre 0 soit annulé en intensité et que seuls existent les ordres $+$ et $-$.

Cette particularité sera discutée dans le chapitre 3 de ce manuscrit, car cela permet l'écriture de réseaux de faibles périodes par masque de phase.

1.2.2.2. Cas de l'incidence de Littrow

Le montage de Littrow ou incidence de Littrow, est plus connu pour son utilisation comme monochromateur dans les lasers pour ses capacités très sélectives en longueur d'onde. On parle d'incidence de Littrow pour l'ordre m , quand le faisceau diffracté de l'ordre m se propage avec le même angle, mais dans la direction opposée à l'onde incidente. On appelle θ_L l'angle de Littrow pour l'ordre m , dans ce cas l'équation 1-7 devient :

$$2n_d k_0 \sin \theta_L = m K_g \tag{Équation 1-13}$$

L'intérêt de l'incidence de Littrow pour l'écriture de réseaux par masque de phase vient du fait que les angles des ordres 0 et -1 diffractés en transmission sont identiques, comme l'illustre la Figure 1-12.

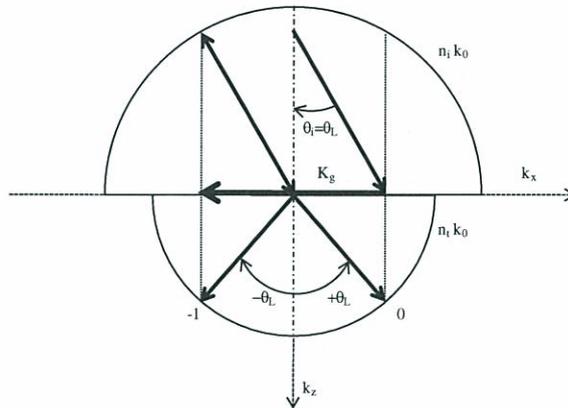


Figure 1-12: Diagramme des k illustrant l'incidence de Littrow pour l'ordre -1 en réflexion.

Dans la zone de recouvrement de ces deux ordres il y aura création d'une figure d'interférence dont la répartition d'intensité est sinusoïdale et de période identique à celle du réseau. Une description plus poussée sera donnée dans le chapitre 3.

1.2.3. Diffraction conique

On emploie le terme de diffraction conique quand les vecteurs k_i de l'onde incidente et le vecteur K_g , perpendiculaire aux traits de réseau, n'est pas dans le plan d'incidence, c'est-à-dire qu'il existe un angle non nul entre ces deux plans. La Figure 1-13 représente cette situation, l'angle entre le plan d'incidence et le vecteur K_g est noté ϵ .

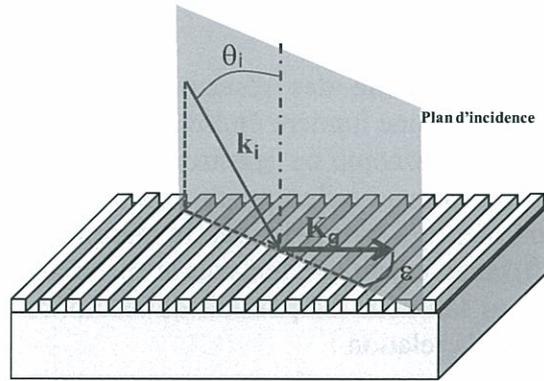


Figure 1-13: Représentation des vecteurs k_i et k_g dans le cas de la diffraction conique.

Dans ce cas, les ordres de diffraction générés ne sont pas contenus dans le plan d'incidence comme c'est le cas lors de la diffraction normale, c'est-à-dire quand K_g et la projection du vecteur k_i sont colinéaires. Pour connaître la direction des ordres de diffraction générés dans cette condition, il faut faire une construction vectorielle avec les projections des vecteurs k de l'onde incidente et des ordres diffractés avec le vecteur K_g .

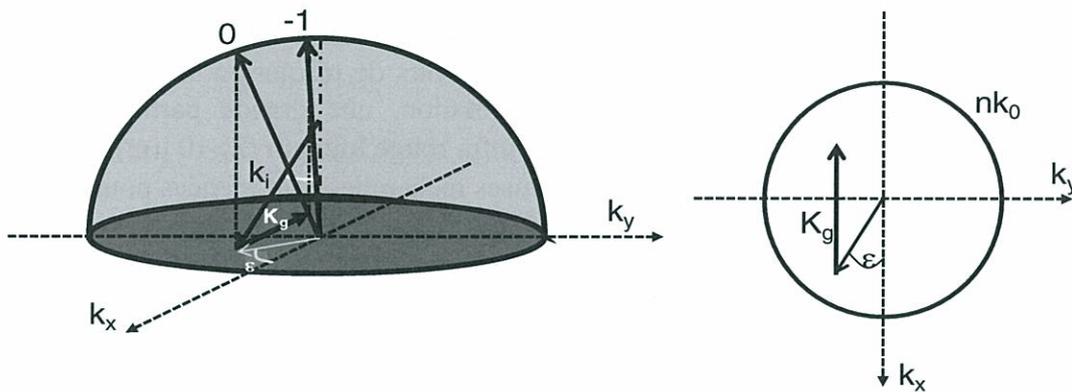


Figure 1-14: Exemple de diagramme des k dans le cas de la diffraction conique. Seul le milieu incident est représenté pour plus de clarté.

La Figure 1-14 est un exemple de construction d'un diagramme des k en diffraction conique. Le plan du vecteur incident fait un angle ε avec le vecteur K_g . Pour construire ce diagramme il faut projeter le vecteur k_i dans le plan du réseau et ajouter le vecteur K_g modulo m à partir de l'extrémité du vecteur perpendiculairement au sens des lignes de réseaux.

1.3 Applications

Les réseaux de diffraction trouvent de nombreuses applications dans de nombreux champs scientifiques, citons par exemple la physique, l'astronomie, la biologie la chimie... Seules quelques applications seront décrites dans ce paragraphe mais il en existe une grande quantité. Ils peuvent être utilisés pour fabriquer des lames quart d'onde [6] ou même pour générer des profil d'intensité de faisceaux *top hat* à partir de faisceaux gaussiens [7]. Les applications qui seront décrites dans les parties suivantes ont été choisies car elles répondent à la problématique de la thèse : petite période et/ou grandes surfaces.

1.3.1. Spectroscopie

L'utilisation la plus courante des réseaux de diffraction est celle d'élément séparateur de longueur d'onde d'une lumière émise par de la matière en vue de l'analyser. On appelle cette science, spectroscopie ou spectrométrie. Les réseaux ayant un pouvoir séparateur beaucoup plus performant qu'un prisme, ils ont très vite été utilisés pour cette application. C'est Fraunhofer qui en 1814 fut le premier à fabriquer un réseau de diffraction de qualité suffisante, capable d'analyser le spectre d'absorption du Soleil, dont les raies portent aujourd'hui son nom. Le pouvoir de résolution théorique d'un réseau de diffraction est déterminé par la relation :

$$R = \frac{\lambda}{\Delta\lambda} = m * N \quad \text{Équation 1-14}$$

Dans l'équation 1-14, $\Delta\lambda$ représente la limite de résolution ou le plus petit intervalle spectral résolu, m est l'ordre de diffraction considéré et N est le nombre de périodes éclairées. Il va de soi que plus le réseau est grand, plus la résolution sera grande : deux pics très proches pourront être discriminés et meilleure sera l'analyse.

Un des champs prometteurs est l'utilisation de spectroscopes à réseaux en astronomie. En effet les connaissances que l'on a sur l'univers nous ont été données par l'analyse de la lumière émise par des planètes, étoiles ou galaxies. Par exemple l'analyse spectroscopique de la lumière issue d'une étoile permet de remonter à sa composition et sa vitesse relative. Il est donc courant d'inclure des réseaux de diffraction dans les spectromètres des satellites, en raison de leurs pouvoirs de résolution et de leurs faibles poids. Afin de recueillir le maximum d'information, une grande partie du spectre électromagnétique doit être analysé, allant de l'infra rouge lointain ($\lambda > 10 \mu\text{m}$) aux rayons X ($\lambda = 10 \text{ nm}$) [8]. Pour ces derniers de nombreuses recherches sont menées pour fabriquer des réseaux de grandes dimensions et de faible période ($\Lambda \approx 100 \text{ nm}$) très cohérents spatialement. Car l'analyse des rayons X permet l'étude des phénomènes mettant en jeu de hautes énergies (trous noirs, supernova...) [9].

1.3.2. Polariseur sans pertes

Les cristaux liquides agissent le plus souvent sur la transmission d'une lumière blanche polarisée. Or, les sources de lumières utilisées dans les écrans plats à cristaux liquides (LCDs), qu'elles éclairent soit depuis l'arrière ou depuis les côtés, sont des lampes à cathode froide ou des DELs qui émettent une lumière non-polarisée. Un filtrage de polarisation est donc nécessaire pour qu'une modulation de la transmission soit possible. Les polariseurs généralement utilisés sont des filtres polymères qui absorbent l'une des polarisations et transmettent l'autre. Cela représente un gaspillage énergétique énorme d'environ 50%. Le recyclage de la polarisation rejetée est donc un grand enjeu. L'idée est de réfléchir la polarisation, au lieu de l'absorber, de la tourner - ou simplement de la brouiller - et de la réfléchir en lui donnant ainsi une deuxième « chance » (ou une troisième, etc.) d'être transmise par le polariseur. C'est ce que permet de faire un réseau nettement submicronique de fentes métalliques dont le fonctionnement s'apparente au "wire grid polarizer" abondamment utilisé en infrarouge. La Figure 1-15, est un schéma permettant de comprendre le principe du polariseur sans perte à base de réseaux.

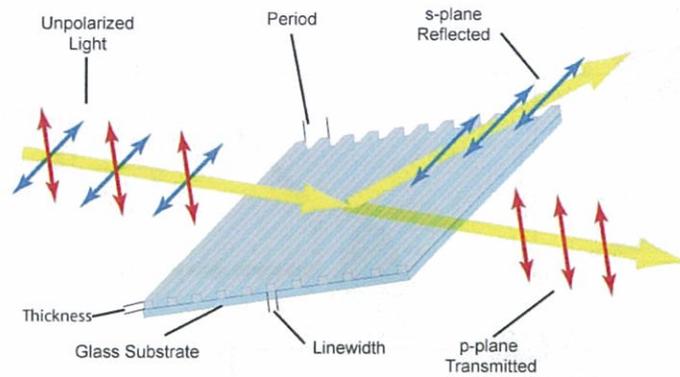


Figure 1-15: Fonctionnement du polariseur large bande utilisant des réseaux métalliques de période submicronique. Source: Moxtec, [10], [11].

La largeur des fentes est choisie de sorte que la polarisation TE (champ électrique parallèle aux fentes) ne puisse pénétrer dans les fentes car le mode électromagnétique de fente est en-dessous de sa coupure, et se trouve donc réfléchi avec très peu de pertes métalliques, alors que la polarisation TM (champ électrique normal aux fentes) se couple au mode de fente de nature plasmonique qui, pour cette polarisation, a une largeur de coupure nulle et transmet l'onde incidente avec une relativement faible perte d'absorption. Si la période de ce réseau de fentes dans une couche métallique est assez faible (inférieure à 100 - 150 nm), aucun ordre de diffraction n'est généré ni dans l'air ni dans le substrat et cet effet de séparateur de polarisation est très large bande, couvrant tout le visible. La société 3M propose de tels polariseurs sur feuille plastique et la société Moxtec, qui détient un brevet permettant d'élargir la bande spectrale, offre des polariseurs sur verre. L'intérêt des verriers actifs dans les verres pour écrans plats est très grand car une telle solution permet d'augmenter la fonctionnalité de la plaque de verre, et donc sa valeur. Les exigences qui se portent sur un tel élément sont donc à la fois une très petite période et une grande dimension, qui sont à la fois les deux problématiques que ce travail de thèse s'est proposé d'apporter des solutions.

1.3.3. Réseaux compresseurs d'impulsions

Le dernier étage d'un système de CPA (*Chirped Pulse Amplification* ou amplification à dérive de fréquence en français) comprime des impulsions amplifiées nanosecondes en impulsions femtosecondes au moyen d'une paire de réseaux de diffraction face à face opérant selon l'ordre -1 en réflexion.

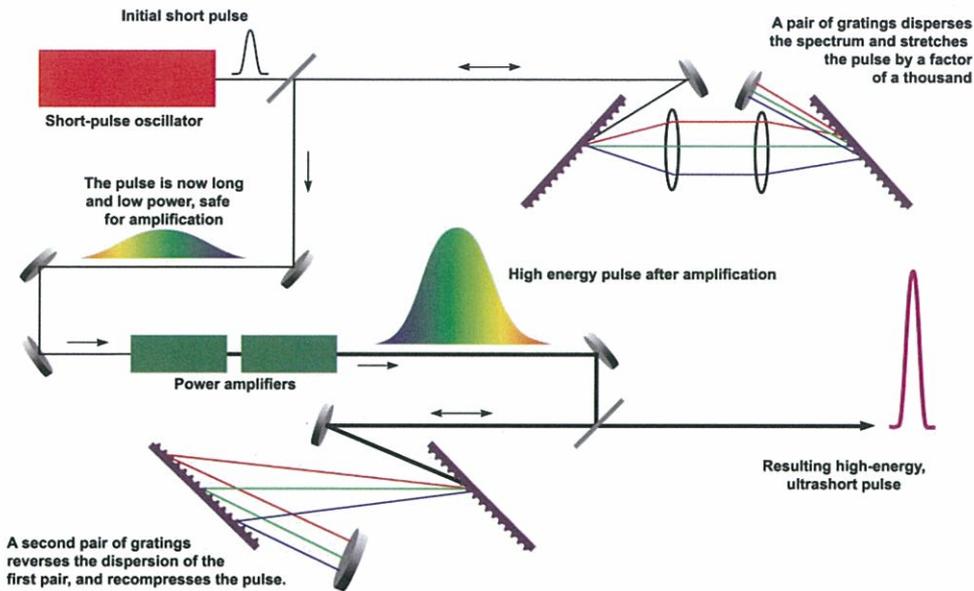


Figure 1-16: Schéma de fonctionnement d'un CPA

La Figure 1-16, montre de façon schématique le principe de fonctionnement d'un CPA ; une impulsion laser femtoseconde de faible énergie est générée par un oscillateur et est étirée temporellement par une paire de réseaux pour atteindre une durée d'impulsion plus grande typiquement de l'ordre de la nanoseconde. L'impulsion étirée se propage dans un milieu amplificateur afin d'obtenir une impulsion nanoseconde amplifiée (plus grand nombre de photons). C'est cette impulsion qui va être comprimée temporellement par une seconde paire de réseaux pour la reconvertir en impulsion de durée femtoseconde de haute puissance. C'est l'étape la plus vulnérable au flux laser et qui limite la fluence tolérable (J/cm^2). Le seul moyen pour augmenter la fluence dans l'objectif de la fusion contrôlée et de la recherche d'énergies extrêmes est de répartir l'énergie sur une surface toujours plus grande (objectifs du projet ELI [2] décrit dans l'introduction). Le mètre carré paraissant aujourd'hui être la surface maximale fabricable, la solution mise en œuvre pour aller au delà est le « *tiling* » par lequel deux réseaux d'un mètre carré sont mis côte à côte à quelques nanomètres et nanoradians près, comme illustré dans la Figure 1-17

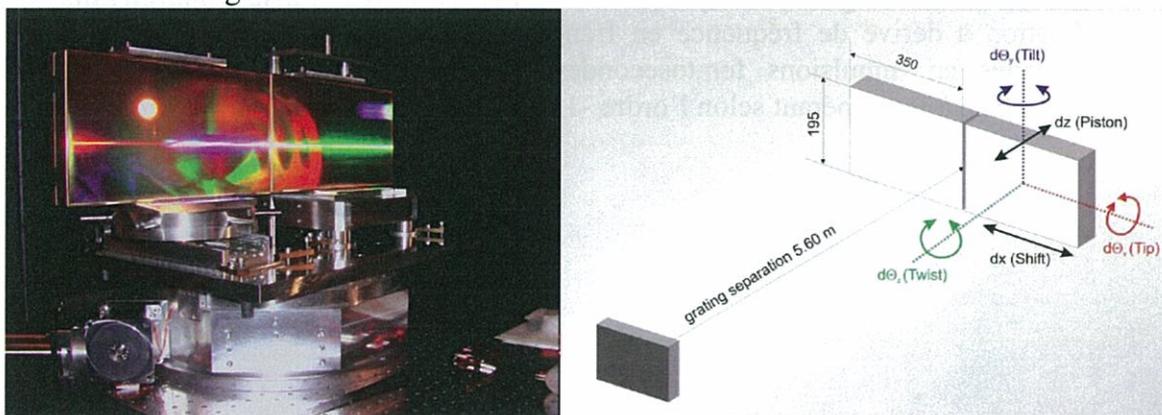


Figure 1-17: à gauche : photo d'un réseau de grande dimension obtenu par *tiling* pour la compression d'impulsion laser utilisé par l'équipe POLARIS institute for optics and quantum electronics ; Friedrich Schiller Institute, Iéna ; Allemagne [12]. A droite: les dimensions du réseau et les degrés de libertés pour l'alignement.

Les limites de fabricabilité sont principalement au niveau de la photolithographie où le coût et la taille des éléments optiques nécessaires pour le montage interférentiel de type Mach-Zehnder croissent de façon exponentielle. Nous développons au laboratoire Hubert Curien une stratégie d'écriture au vol par masque de phase permettant une croissance du coût avec la dimension des réseaux plus linéaire.

1.3.4. Capteur de déplacement

Une des applications pour les réseaux de diffraction est leur utilisation comme capteur de déplacement, dont le principe utilise la petitesse de l'ordre de grandeur de leur période. La mesure de déplacement reposant sur des codeurs optiques utilise généralement une règle optique constituée d'un réseau de diffraction et d'une tête de lecture (constituée également d'un contre-réseau) permettant la mise en interférence des ordres diffractés sur la règle et délivrant une information sur le déplacement relatif entre la règle et cette tête de lecture. Un exemple d'une telle réalisation est visible dans la Figure 1-18 ci-dessous.

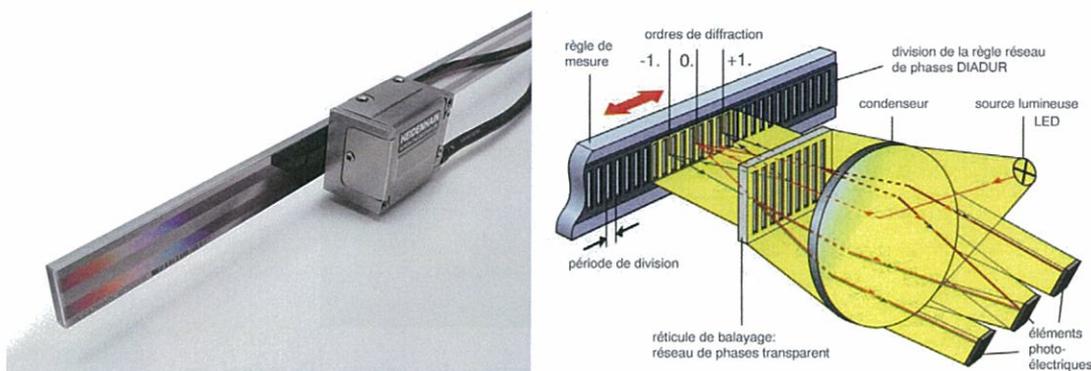


Figure 1-18: Photo d'un capteur de déplacement utilisant une règle optique (gauche) et schéma de fonctionnement (droite). Source Heidenhain, [13].

La résolution sur la mesure de déplacement est directement liée au pas de la règle (période du réseau et facteur d'interpolation) et la précision dépend de la cohérence de la règle, d'où l'intérêt d'avoir des règles de faible période et d'une grande cohérence spatiale (erreur de phase du réseau) pour assurer une précision en dessous du micron.

Contrairement aux autres applications, les règles optiques ne nécessitent pas d'avoir des réseaux aussi larges que longs. Généralement, la largeur de la règle optique ne dépasse pas 5 mm alors que sa longueur fixe directement la course utile de la mesure. Aujourd'hui ces règles optiques haute résolution (période de quelques microns voir en dessous) équipent tous les équipements de la microélectronique, les machines outils de précision, ou les instruments de métrologie dimensionnelle (nécessitant des positionnements avec une exactitude submicrométrique). Les courses de déplacement dans ces cas là sont supérieures à 300 mm, voir 500 mm.

Cette application est à l'origine du développement de la technique d'écriture au vol développée au Laboratoire Hubert Curien et poursuivie dans le cadre de cette thèse. Cette technique est particulièrement bien adaptée à l'écriture de règles optiques puisqu'elle peut assurer une grande cohérence spatiale et le principe d'écriture dans sa version initiale permet d'écrire des réseaux de grande longueur sur une largeur définie par la section transverse du faisceau laser d'écriture éclairant le masque de phase.

1.3.5. Le *white light processing*

Les propriétés optiques de surfaces micro-nano-structurées trouvent des applications pour le traitement de la lumière blanche (*white light processing*).

1.3.5.1. *Surfaces anti-réfléctives*

Une des premières applications des surfaces anti-réfléctives concerne les cellules solaires. En effet tous les modules sont recouverts d'une vitre, pour protéger les modules de la poussière ou des intempéries. Une interface air-verre, avec un indice de réfraction de 1,5 produit des pertes par réflexions entre 4 et 9 % suivant l'incidence. Il a été montré qu'une couche, à cette interface, nano-structurée de façon à former un gradient d'indice ; avait des propriétés anti-réfléctives sur une large gamme spectrale, allant de 0,35 à 2,5 μm [14]. Cette gamme correspond au spectre utile de la lumière solaire dans les applications photovoltaïques.

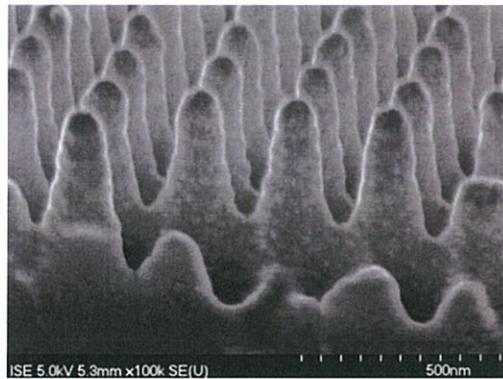


Figure 1-19: Image MEB d'une structuration de surface 2D créant un gradient d'indice. Source ISE.

Un réseau de diffraction en 2D avec des motifs de dimension sub-longueurs d'ondes comme l'image de la Figure 1-19, agit comme une surface anti-réfléchissante. De telles structures sur de grandes surfaces sont réalisables en exposant deux fois le substrat par lithographie interférentielle [15].

1.3.5.2. *Système de protection solaire*

La régulation de la température dans les lieux de vie est une source de dépense énergétique. Des recherches tendent à essayer de réguler passivement la température autorisant ou non la lumière du Soleil à traverser une surface vitrée. En hiver, le soleil est bas dans le ciel, les températures basses, il est donc intéressant de laisser les rayons du soleil traversés une surface vitrée afin d'illuminer l'intérieur de la construction mais aussi de profiter de l'effet de serre engendré pour diminuer le chauffage. En été, quand le Soleil est haut dans le ciel, une surface vitrée traversée par des rayons solaires entraîne un effet de serre plus important, qui combiné à la température ambiante déjà élevée peut faire monter la température d'une telle pièce extrêmement haut. Une solution trouvée consiste à structurer les surfaces vitrées en y répartissant des micro-prismes, de sorte que les rayons soit réfléchis en été et transmis en hivers en profitant de la différence de position du Soleil dans le ciel.

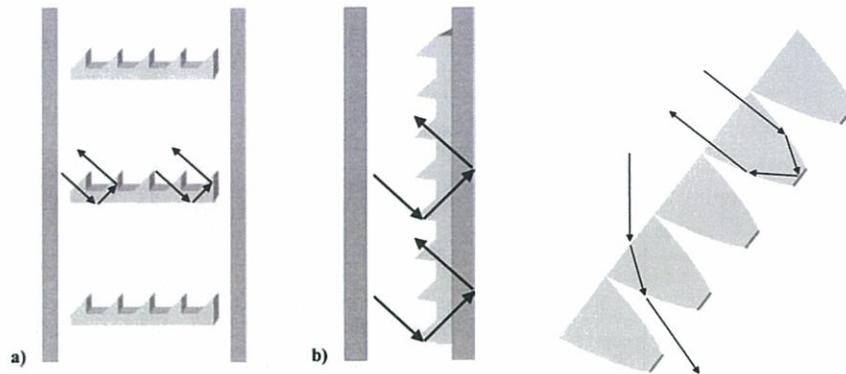


Figure 1-20: Schéma représentant des protections solaires à l'aide de prismes. Les flèches représentent les rayons du Soleil. Gauche: architecture dite vénitienne. Centre: vernissé. Droite: Principe dit CPC. [15]

La Figure 1-20, représente différents types d'architecture mettant en œuvre des prismes. L'utilisation de micro-prisme dont les dimensions sont de l'ordre de $20\ \mu\text{m}$ pose le problème de la vision à travers la surface vitrée. En effet de tel prisme produit une image secondaire ce qui rend impossible une vision claire. Une solution serait l'utilisation d'une structure dite CPC pour *Compound Parabolic Concentrator*, dont le principe est visible dans la partie droite de la Figure 1-20. Cette solution permet une plus grande sélectivité dans les angles des rayons incidents à renvoyer, mais nécessite une étape de fabrication supplémentaire pour le dépôt de la partie métallique ayant le rôle de miroir.

1.3.5.3. Diffuseur de lumière

Une autre application pour la nano structuration de vitrage est la diffusion de la lumière. Il peut en effet être intéressant de traiter la lumière solaire ou générée par des diodes électroluminescentes, traversant une surface vitrée. La société Saint-Gobain a déposée deux brevets en 2008 [16], [17].

Ces types de réseaux sont en fait une variation d'indice sur un substrat transparent. La suite de traits et de creux n'est pas exactement périodique de façon à ne pas générer des ordres de diffraction. Ces types de substrats sont transparents en vision directe et redirige la lumière en la diffusant sans irisation.

Ce type d'invention doit permettre de rediriger la lumière venant de l'extérieur dans une direction souhaitée à l'intérieur (plafond). Ce type de procédé appelé *daylighting*, a pour but d'économiser l'énergie en diminuant l'utilisation de lumière artificielle par une meilleure utilisation de la lumière du jour.

1.3.6. Cellules solaires

Une des applications les plus prometteuses pour les réseaux de diffraction et pour la micro-nano structuration de grande surface se situe au niveau de l'énergie photovoltaïque. Si les recherches dans le domaine ont commencé dans les années 90, l'intérêt a grandi à la fin de la décennie 2000, comme on peut le voir sur le graph de la Figure 1-21.

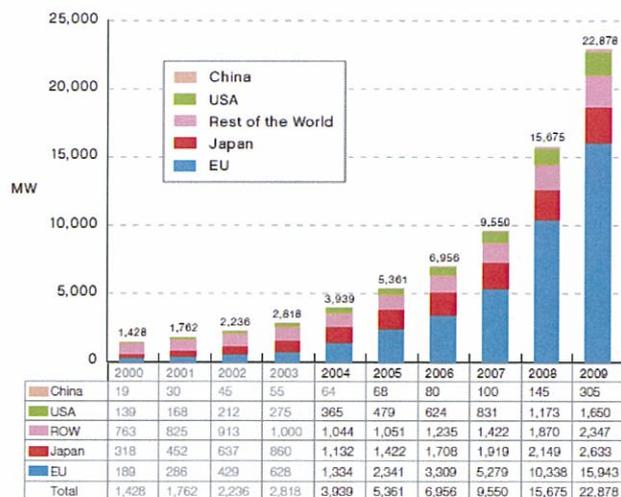


Figure 1-21: Historique du développement de l'énergie photovoltaïque répartie par zones géographiques [18].

En cause, la hausse du prix du pétrole en 2008, l'intérêt de la communauté mondiale pour lutter contre le réchauffement climatique. L'énergie solaire est un axe de recherche important, car elle permet de produire de l'électricité à l'aide d'une source d'énergie inépuisable sans produire de gaz à effet de serre, l'inconvénient majeur à l'utilisation massive de cette technologie étant le faible rendement des cellules photovoltaïques. Une cellule photovoltaïque est composée d'une couche de matériau semi conducteur, principalement du silicium (présent dans le sable et considéré comme le second matériau le plus abondant sur Terre). Quand la lumière atteint la cellule, cela crée un champ électrique à travers la couche qui crée un déplacement d'électrons qui sont captés par les connexions métalliques, comme le montre la Figure 1-22.

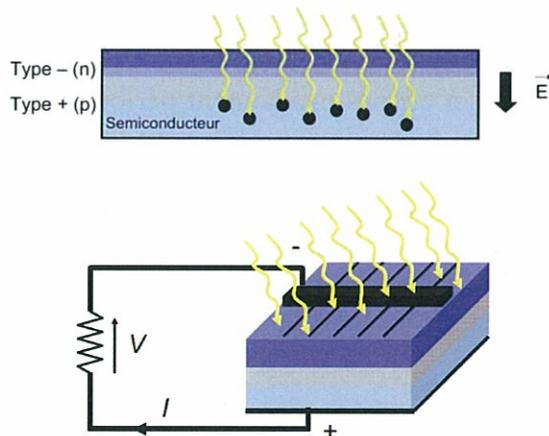


Figure 1-22: Schéma de principe du fonctionnement d'une cellule photovoltaïque, la tension générée dépend du matériau semi conducteur utilisé (1,12 V pour le silicium cristallin) l'intensité dépend de la surface de la cellule (10-40 mA /cm²)

Le rendement de telle cellule se situe entre 12 et 17 % (limité par le rendement quantique, les recombinaisons électron-trou, les pertes électriques etc.), une des méthodes pour en augmenter le rendement est de structurer la ou les surfaces afin de piéger la lumière. Un autre avantage de structurer de telle cellule est aussi de réduire la surface de

silicium, car c'est le matériau qui compose la plus grande partie de la cellule et qui en compose la majeure partie du prix. Une des possibilités est l'utilisation de lentille de Fresnel sur la surface du module, comme le montre la Figure 1-23, résultat de recherches menées à l'ISE de Freiburg, Allemagne.

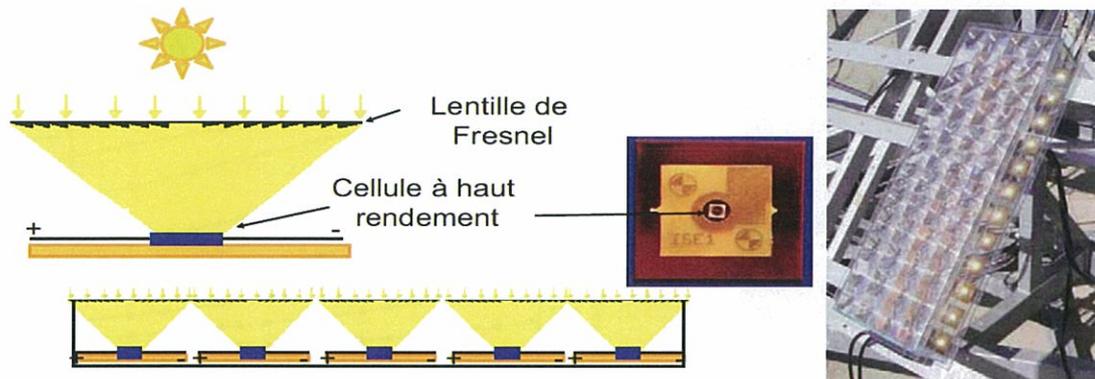


Figure 1-23: Concentrateur de lumière à base de lentilles de Fresnel et image du module Flatcon d'ISE

L'idée est que le maximum de photons incidents atteignant le module (qui rassemblent plusieurs cellules actives) soit dirigé vers les cellules actives. Le raisonnement est identique lorsque l'on considère non plus des lentilles de Fresnel mais des réseaux sur les modules ; dans ce cas, c'est la face supérieure du module ou bien l'espace situé entre les cellules qui peut avoir cette fonction comme le montre l'exemple de la Figure 1-24.

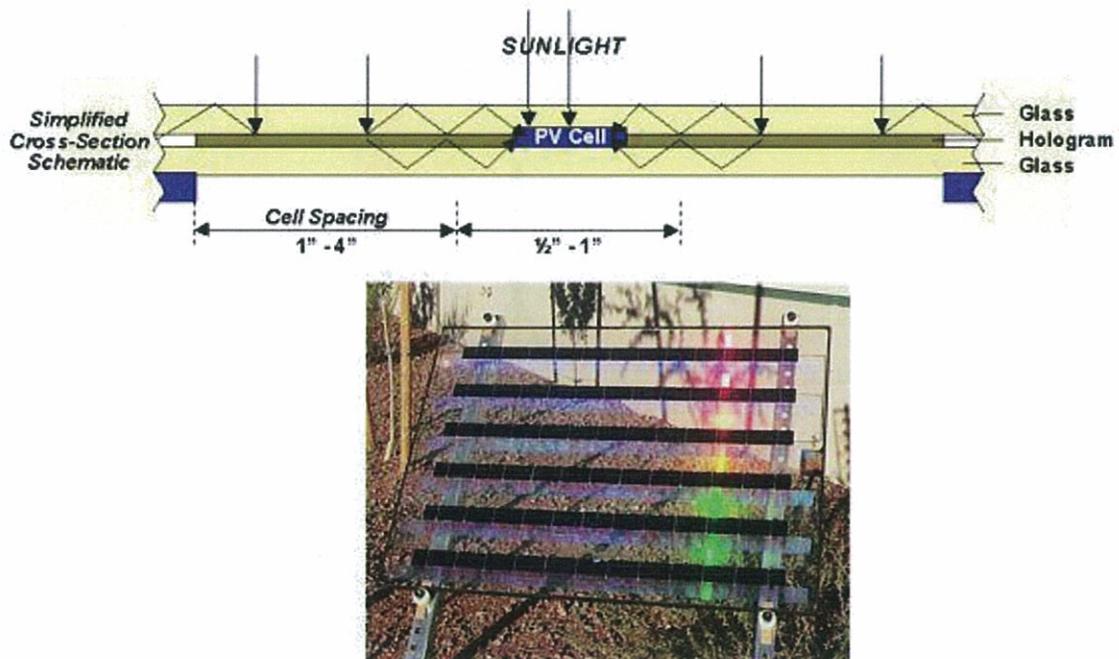


Figure 1-24: Haut : principe de fonctionnement de module solaire utilisant des réseaux comme concentrateur de lumière afin de réduire le nombre de cellule active en silicium. Bas : photo d'un module solaire utilisant ce principe. Source : Wasatch Photonics [19].

Enfin une dernière direction, consiste à structurer le Silicium lui-même, en fabriquant sur sa surface des structures dont les dimensions sont inférieure à la longueur

d'onde : on parle de SWGs pour *Sub-Wavelength Gratings*. De telles structures permettent de réduire le coefficient de réflexion sur une grande plage de longueur d'onde comme le montre la Figure 1-25 [20].

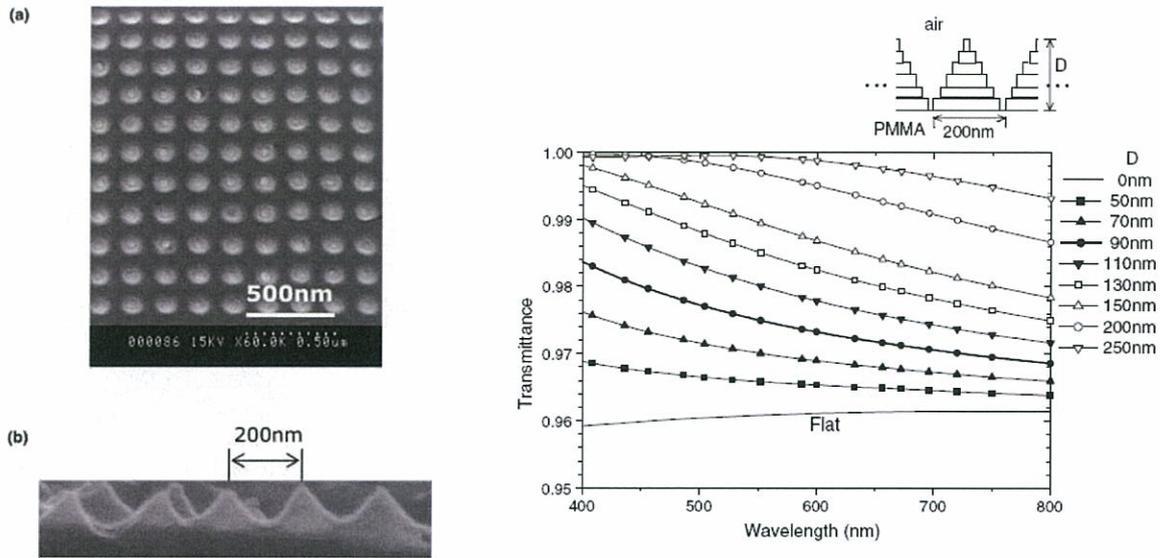


Figure 1-25: Exemple de nanostructures sur une cellule de silicium pour l'application *solar light trapping*. Gauche : Images MEB des structures sub-longueur d'onde a) vue de dessus ; b) vue de coté. Droite : transmittance calculée en fonction de la profondeur des structures [20].

Si ces structures sont réalisées sur une structure multicouche appropriée, la lumière se retrouve piégée dans la cellule active. Un exemple est donné dans par la Figure 1-26, où des plots de forme pyramidale ont été écrits sur une succession de couches d' Al_2O_3 , ZnO , TiO_2 et enfin Si [21].

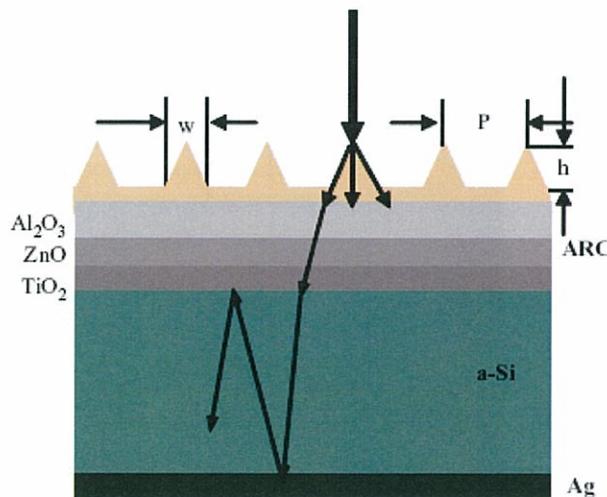


Figure 1-26: Vue schématique de la structure multicouche proposée [21].

Les transmittances théoriques sont augmentées et proches de 100 %, pour une grande plage de longueurs d'onde, pour les polarisations TE ou TM :

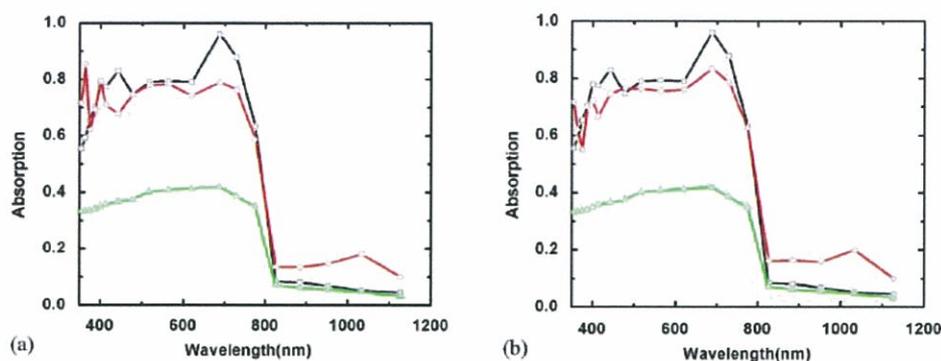


Figure 1-27: Spectre d'absorption pour la couche de silicium. En vert sans structure et sans multicouche, rouge: avec multicouche mais sans structure, et noir: avec multicouche et structures. a) TE b) TM [21].

1.3.7. Conclusion

En conclusion de ce paragraphe, une description non exhaustive des applications où des réseaux ou plus généralement des structures périodiques dont les dimensions sont submicroniques ont été décrites. Les champs d'applications sont très larges et vont de la physique fondamentale avec la compression d'impulsions ultra-courtes à la production d'énergie en passant par l'analyse et le confort de vie. Le chapitre suivant va s'attacher à décrire les méthodes de fabrication, qui permettent la production de réseaux de plus en plus performants, avec un coût adapté à leur utilisation.

Chapitre 2: Etat de l'art

Ce chapitre dresse l'état de l'art des méthodes de fabrication de microstructures sur des surfaces planes. Le chapitre précédent a décrit de nombreuses applications et montré qu'il y a un intérêt certain à micro-structurer de telles surfaces. Plusieurs types de motifs peuvent être écrits sur des surfaces : plots ou trous de tailles micrométriques, réseaux de traits. Un intérêt tout particulier sera porté à la fabrication de réseaux de diffraction sur de grandes surfaces. Ce chapitre ne va pas décrire toutes les méthodes de fabrication des réseaux de diffraction mais il va s'attacher à présenter celles capables d'écrire des réseaux de grandes dimensions et de période micrométrique et submicrométrique.

2.1 Vers l'écriture de structures micrométriques sur des surfaces de grandes dimensions

C'est dans les années 1960 qu'est apparue une méthode d'écriture de réseau consistant à enregistrer une figure d'interférence présentant des franges sombres et brillantes réparties de façon périodique. Cette méthode de lithographie interférentielle est parfois appelée par abus de langage holographie. Cette méthode consiste à faire interférer deux faisceaux cohérents monochromatiques polarisés faisant un demi-angle θ par rapport à la normale au substrat comme l'illustre la Figure 2-1.

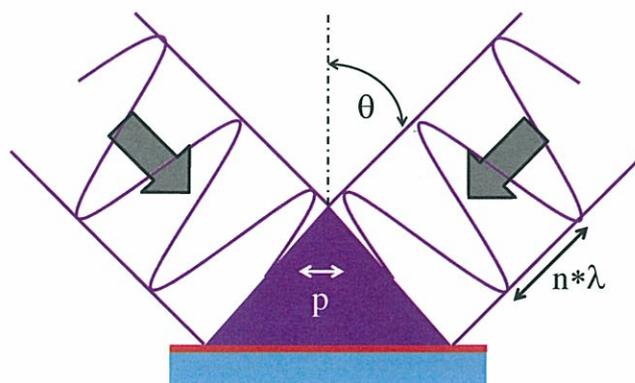


Figure 2-1: Schéma représentant la figure d'interférence générée par deux faisceaux cohérents

Dans la zone de recouvrement il y a la création d'une figure statique d'interférence composée de franges périodiques sombres et brillantes. La distribution d'intensité est répartie sinusoïdalement, la distance entre deux franges sombres ou

brillantes est égale à p , qui est liée à λ , θ et n , indice du milieu où se recouvrent les faisceaux, par la relation :

$$p = \frac{\lambda}{2 * n * \sin \theta} \quad \text{Équation 2-1}$$

La figure d'interférence périodique est transférée sur un substrat recouvert de résine photosensible à la longueur d'onde d'écriture, en plaçant ce dernier dans la zone de recouvrement des faisceaux. Dans la pratique, le réseau est développé en plongeant le substrat insolé dans un bain de produit révélateur, qui va dissoudre les zones où la résine à été insolée quand celle-ci est dite positive. La période du réseau écrit sera proportionnelle à la longueur d'onde de la source utilisée, et inversement proportionnelle à l'indice de réfraction du milieu. Les sources laser utilisées devant produire des rayonnements actiniques pour insoler la résine, émettent typiquement dans l'UV. A titre d'exemple avec un laser He-Cd, la raie à $\lambda=441.6$ nm permet d'écrire des réseaux de période minimales égales à 225 nm dans l'air.

La répartition d'intensité étant sinusoïdale, si la résine utilisé fonctionne en régime linéaire, le profil du réseau inscrit sera lui aussi sinusoïdal. On définit le contraste C qui permet d'évaluer l'amplitude de la modulation d'intensité des franges.

$$C = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \quad \text{Équation 2-2}$$

Obtenir un contraste égale à 100% est possible si les faisceaux qui interfèrent sont d'égales intensités.

Dans cette technique, toutes les franges présentes dans la zone de recouvrement sont écrites en même temps. Ecrire sur de grandes surfaces est possible en élargissant les faisceaux. Le temps d'écriture va alors dépendre de la puissance de la source (densité de puissance en watt/cm² au niveau du substrat) et de la sensibilité de la résine à la longueur d'onde d'écriture.

Les franges d'interférences sont strictement parallèles si les faisceaux qui interfèrent sont strictement collimatés dans le cas contraire (faisceaux divergeants), la distribution est hyperbolique, comme l'illustre la Figure 2-2.

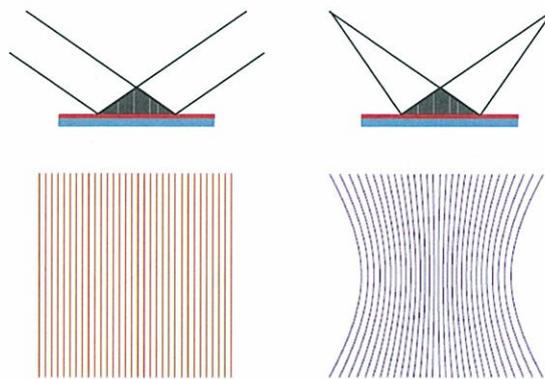


Figure 2-2: Représentation des franges d'interférence dans le plan de la résine quand les faisceaux sont collimatés (gauche) ou divergeant (droite).

L'une ou l'autre des configurations peut être utilisée suivant l'application visée, comme cela sera décrit dans les paragraphes suivants.

2.1.1. Holotools

Le *Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme* ISE Freiburg en Brisgau dispose dans une grande salle climatisée d'un système d'exposition de grands réseaux de type Mach-Zehnder [22]. La surface exposable est supérieure au mètre carré (Figure 2-3).

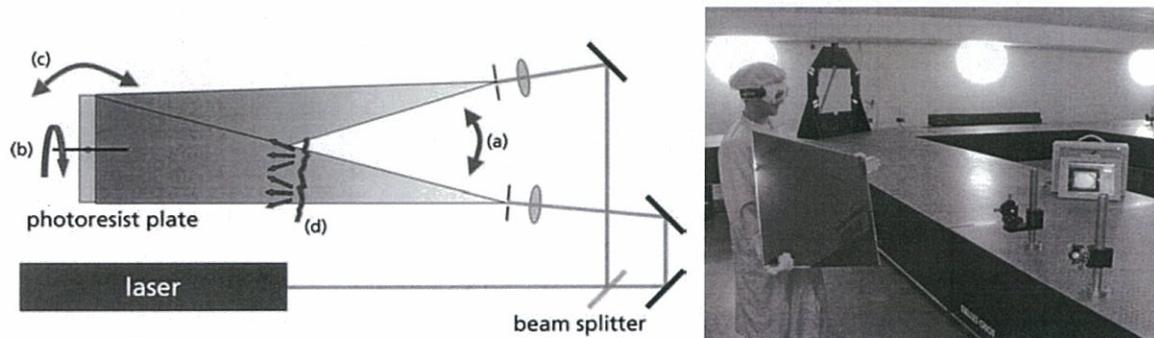


Figure 2-3: Schéma et image d'un dispositif de lithographie interférentielle de l'ISE. LE profil obtenu dans la résine dépend des paramètres d'expositions : (a) angle entre les faisceaux (b) double exposition avec rotation du substrat (c) angles d'incidences asymétriques (d) utilisation d'un diffuseur.

Les deux faisceaux d'un laser Argon à ions argon ($\lambda=364$ nm) ne sont pas collimatés si bien que la période n'est pas strictement constante et des lignes de réseaux ne sont pas parfaitement rectilinéaires. Il n'empêche que des applications aux fonctions anti réfléchissantes et de polarisation, qui ne nécessitent pas une période strictement définie, peuvent être exécutées. Les travaux de R&D à l'ISE ont débouché sur la création d'une startup, Holotools GmbH, qui remarquablement, s'est faite un marché en Extrême-Orient dans le « *business field* » des écrans plats.

2.1.2. LLNL

Un autre laboratoire utilise la lithographie interférentielle pour fabriquer de grand réseau. Il s'agit du LLNL³ (*Lawrence Livermore National Laboratory*) Livermore ; CA-USA; qui fabrique des réseaux de grande dimension servant à la compression d'impulsions laser du NIF (*National Ignition Facilites*) qui est le laser impulsional le plus puissant au monde en service en 2010. Les réseaux servant à la compression d'impulsion doivent être de grande dimension afin de répartir le flux laser sur une plus grande surface, mais aussi très cohérent spatialement. La technique de fabrication exploitée par le LLNL consiste à faire interférer deux faisceaux laser collimatés de grandes dimensions pour générer une figure d'interférence de grande dimension dans la zone de recouvrement des faisceaux [23] Figure 2-4.

³ <https://lasers.llnl.gov/>

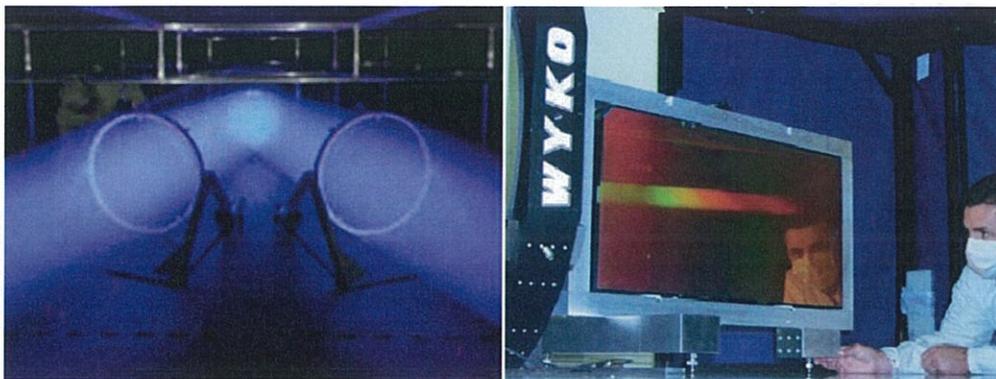


Figure 2-4: Gauche: système d'exposition holographique du LLNL;
Droite: réseau de largeur 80 cm MLD obtenu.

Un tel montage doit être placé dans un environnement où les conditions expérimentales sont contrôlées pour éviter toute perturbation du front d'onde qui ferait baisser la qualité des réseaux. Cette méthode nécessite aussi des optiques de grandes dimensions doivent être plus grande que les réseaux (l'image de gauche de la Figure 2-4 permet de se faire une idée de leurs dimensions) dont le coût de fabrication est très élevé. Les faisceaux étant grandement étendus, cette technique nécessite donc un temps d'exposition d'autant plus long. Enfin les l'écriture de petite période (<200 nm) est impossible avec cette technique.

2.1.3. Le Nanoruler du MIT

Une des alternative à l'IL peut être le SBIL pour *Scanning Beam Interference Lithography* ou lithographie interférentielle par balayage du faisceau. Le SBIL consiste en l'écriture de réseau (1D ou 2D) par balayage d'une figure d'interférence avec un profil d'intensité sinusoïdale sur le substrat. C'est dans cette optique que le MIT (*Massachusetts Institute of Technology*) a mis au point une machine d'écriture appelée Nanoruler [24], [25]. Dans cette machine, le substrat (mobile) est balayé sous une figure d'interférence de petite dimension (≈ 1 mm de diamètre), créée par le recouvrement de deux faisceaux gaussiens. Le concept du Nanoruler est exposé dans la Figure 2-5. Cette technique permet de fabriquer des réseaux de grande largeur mais aussi uniformes, car il est plus facile de collimater des faisceaux sur une petite surface que sur une grande.

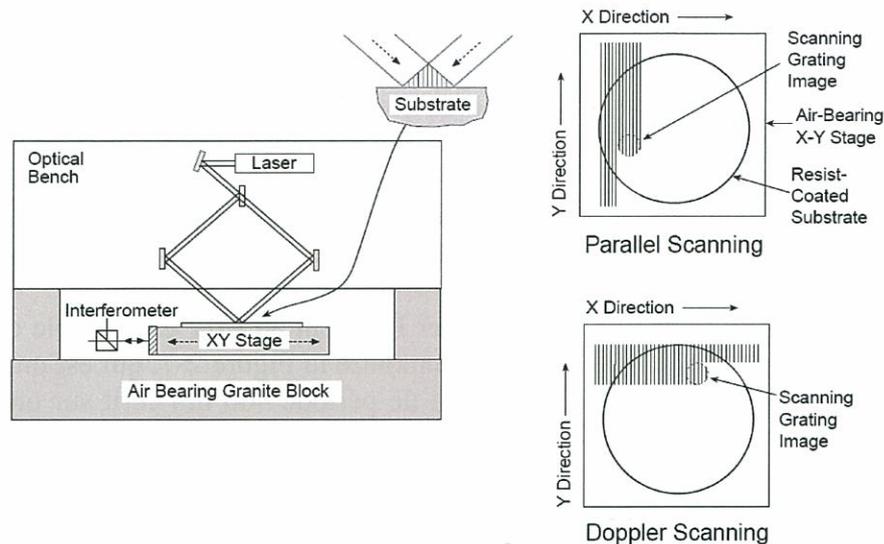


Figure 2-5: Schéma de principe du Nanoruler dans lequel un substrat est balayé sous une figure d'interférence.

La position de la table où est déposé le substrat doit être contrôlée avec une grande précision de façon à ce qu'il n'y ait pas de recouvrement de frange. Ce contrôle est réalisé grâce à un système de détection hétérodyne de blocage de franges en temps réel, et l'image du réseau est bloquée en phase sur le déplacement de la table, lui-même contrôlé à partir d'interféromètres laser. Le Nanoruler fait chevaucher plusieurs scans de façon à insoler uniformément tout le substrat. L'enveloppe de la répartition d'intensité étant gaussienne, le décalage entre deux scans successifs doit être calculé de façon à insoler la résine uniformément, comme illustré dans la Figure 2-6.

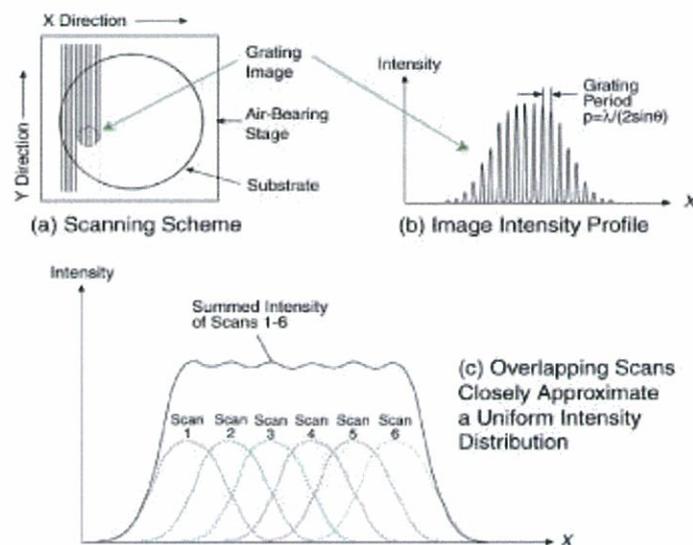


Figure 2-6: Procédé de chevauchement des faisceaux du Nanoruler.

Il y a plusieurs avantages à l'utilisation du SBIL. Le premier vient du fait de scanner une image relativement petite, les distorsions de phase des hautes fréquences spatiales sont spatialement moyennées. Ceci est dû au fait que la dose sur la résine est moyennée sur tout le champ d'exposition. Le procédé d'écriture étant ici périodique, les

conditions sont les mêmes sur tout l'échantillon. Le second avantage se retrouve sur les grands substrats. Comparé à la lithographie interférentielle statique pour les grands substrats comme celle pratiquée au LLNL, le SBIL utilise des optiques standards, de petites dimensions. Cependant, le système de contrôle de la position est très poussé et a nécessité de nombreuses recherches avant d'être opérationnel, donnant lieu à la publication de deux thèses. Afin de garantir l'uniformité et la reproductibilité des paramètres entre chaque scans, le Nanoruler est placé dans un environnement ultra propre (une salle blanche dans une salle blanche). Dans cette salle la température et l'humidité sont constantes et contrôlées en permanence.

Le premier prototype appelé Nanoruler I présent au MIT est capable de structurer des substrats de 30 cm de diamètre comme le montre la Figure 2-7, qui est un montage de photos présentant le Nanoruler I et un réseau de période 400 nm écrit sur un substrat de 30 cm de diamètre.

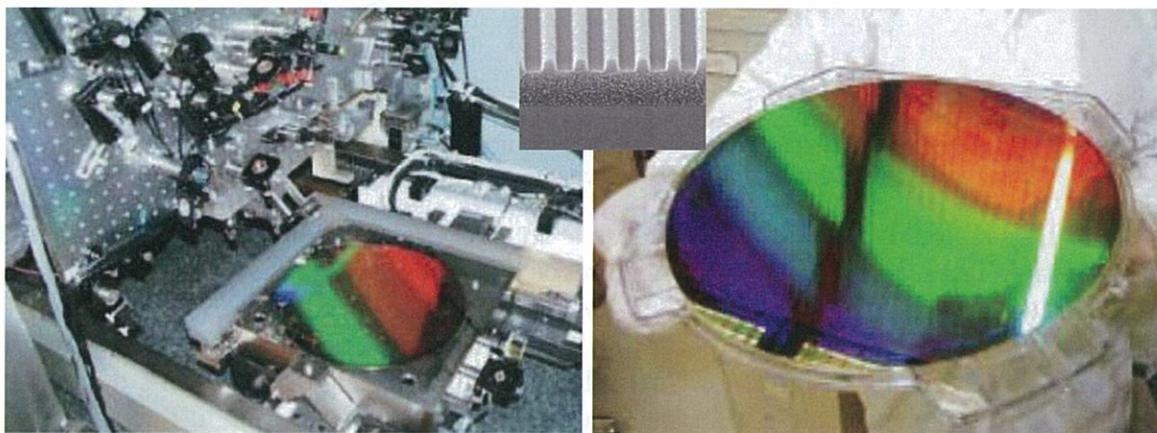


Figure 2-7: Gauche: image du Nanoruler I. Droite: image du substrat de diamètre 30 cm couvert d'un réseau de période 400 nm dont une image MEB est incrusté au centre.

En 2004, Douglas Smith et Mark Schattenburg, l'inventeur du Nanoruler, ont fondé le Plymouth Grating Laboratory⁴ (PLG) qui abrite le Nanoruler II, qui est capable d'écrire des réseaux sur des substrats dont les dimensions sont de 900 mm par 500 mm [26]. C'est la première unité de production de réseaux utilisant le principe du SBIL, l'image de la Figure 2-8 montre un réseau MLD utilisé pour la compression d'impulsion laser de haute énergie de dimension 91 cm par 42 cm pour l'*Institute for Laser Engineering* pour l'université d'Osaka - Japon.

⁴ <http://www.plymouthgrating.com/>

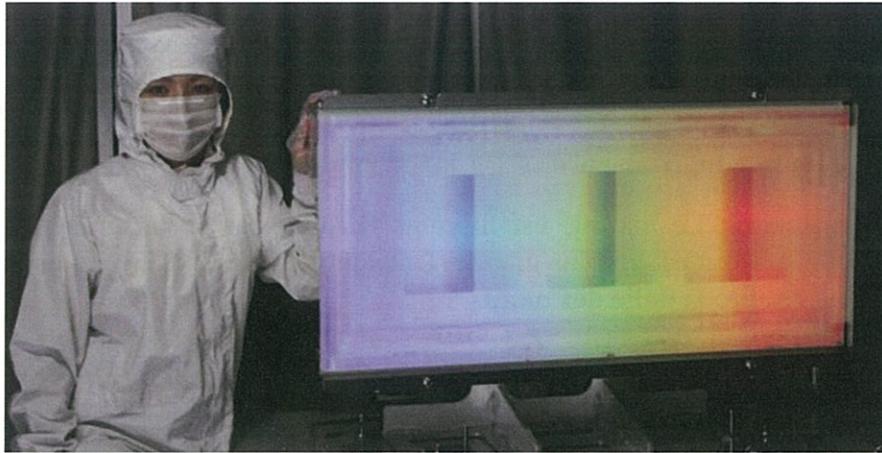


Figure 2-8: Un réseau multicouche MLD réalisé à l'aide de la technique de SBIL pour l'*Institute for Laser Engineering* de l'université d'Osaka au Japon. Les dimensions du réseau sont de 91cm par 42 cm [26].

Le PLG envisage de fabriquer des réseaux par SBIL sur des substrats encore plus grands, la fabrication d'une machine capable d'écrire des réseaux sur une surface de 1.5 m par 1.3 m est d'ailleurs en projet.

2.1.4. STEP and REPEAT

La technique du *step and repeat* consiste en la réplication d'un motif élémentaire sur un substrat. Elle est directement importée du milieu de la microélectronique, plus précisément de l'écriture de puces identiques sur un *wafer* de silicium. La première étape de cette technique est le design et la fabrication d'un masque ou *master*. Ensuite le motif de ce dernier est transféré soit directement sur un substrat soit réduit et projeté. On distingue trois cas :

Par contact : Le wafer est recouvert d'une résine polymérisable molle sur lequel va être pressé le master. Une insolation UV peut à ce moment là être utilisée pour accélérer la polymérisation. Le *master* est ensuite retiré en laissant une empreinte dans la résine. La résine durcit par la suite et garde ainsi le motif du masque. Le procédé est schématisé dans la Figure 2-9.

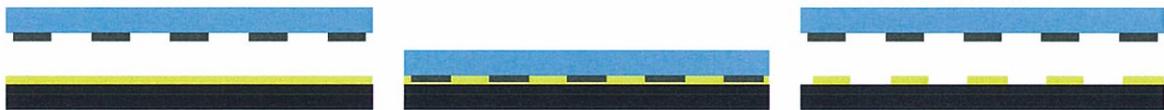


Figure 2-9: Transfert lithographique par contact.

Par proximité : Le wafer est toujours recouvert d'une résine mais exclusivement photosensible. Ici le masque n'est jamais en contact avec le substrat. Le transfert du motif est réalisé en insolvant un masque sur lequel les motifs ont été écrits dans une couche opaque (généralement du chrome). C'est en quelque sorte l'ombre du masque qui est ici transférée, les régions du substrat situées sous les parties sans chrome étant photopolymérisées, les autres n'ayant pas reçu de lumière, le motif est ensuite développé Figure 2-10.

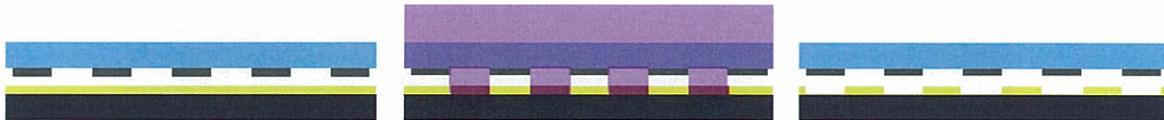


Figure 2-10: Transfert lithographique par proximité.

Par projection : Le masque est illuminé là aussi par de la lumière UV, mais la distance masque substrat est ici plus grande. Une lentille peu alors être intercalée entre les deux de façon à réduire la taille des motifs.

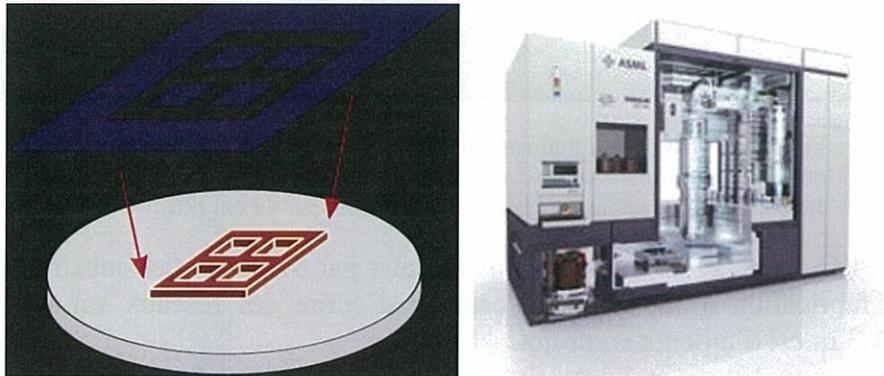


Figure 2-11 : Fonctionnement du principe de projection. Droite: Machine de projection ASML ⁵.

En 2010, cette technique est capable en utilisant un laser ArF ($\lambda=193$ nm) et un liquide d'immersion, de produire des structures dont les plus petites dimensions sont égale à 45 nm [27].

2.1.5. Roll to roll

Une technique alliant la rapidité de fabrication et la possibilité de structurer des motifs périodiques sur de grandes dimensions est le *roll to roll* [28]. Cette technique consiste à disposer d'un masque non plus planaire mais circulaire, qui transfère par contact son motif sur un substrat en mouvement. Les substrats peuvent être souples (Figure 2-12) ou bien planaires.

⁵ <http://www.asml.com/asml/show.do?ctx=427>

de CD qui fait référence est celle éditée par l'ITRS (the *International Technology Roadmap for Semiconductors*) [29] qui est un forum sponsorisé par les cinq premières régions mondiales productrices de puces : l'Europe, le Japon, la Corée, Taiwan et les Etats-Unis.

Le *node* des 45 nm de CD est aujourd'hui celui qui a été le plus récemment atteint, on entend par là qu'il est maintenant suffisamment mure et est au stade industriel. Mais la pression des industriels se fait déjà sentir pour atteindre celui des 32 nm et ainsi suivre l'incroyable progression qui consiste à réduire le CD d'un facteur 1,4 tout les ans suivant une loi de Moore [30]. Les futurs *nodes*, et donc les objectifs en termes de CD à atteindre selon l'ITRS sont de: 32 nm en 2013, 23 nm en 2016, 16 nm en 2019 et 11 nm en 2022.

La formule qui donne l'expression du CD_{min} est donnée comme étant proportionnelle à :

$$CD_{min} \propto \frac{k_1 \lambda}{NA} \quad \text{Équation 2-3}$$

Dans l'équation 2-3, k_1 représente le coefficient de réduction (qui n'est pas plus petit que ¼), λ la longueur d'onde d'exposition dans le vide, et NA l'ouverture numérique du système d'imagerie (limité à n : l'indice de réfraction du milieu en contact avec le *wafers*). La réduction des CD a consisté ces dernières années à améliorer ces différents paramètres⁶ ce qui a conduit à faire le CD_{min} de 500 nm en 1980 à 45 nm en 2010.

Les progrès dans l'amélioration des paramètres de l'Équation 2-3 semblent à présent marquer le pas, la poursuite de la course à la réduction des *nodes* semble donc passer par l'exploration et le développement des autres paramètres d'écriture, comme les résines (résines ayant un comportement positif et négatif à deux longueur d'onde différentes) [30].

2.2.1. Configuration holographique achromatique utilisant deux réseaux

L'utilisation d'un interféromètre à base de réseaux de diffraction pour l'écriture de réseaux de faible période (100 nm ou moins), est préférée aux configurations holographiques conventionnelles à cause de la cohérence limitée des sources lasers de faible longueurs d'onde nécessaire pour l'écriture de si petites périodes. Dans ce paragraphe, nous allons décrire une configuration holographique achromatique à base de deux réseaux de diffraction de période 200 nm, capable d'écrire des réseaux de période 100 nm dans du PMMA, à partir d'un laser excimère ArF ($\lambda=193$ nm). Cette configuration (Figure 2-14) à été publiée en 1992, par une équipe du *Department of Electrical Engineering and Computer Science* basée au MIT, MA-Etats-Unis [31], et reprise par de nombreuses autres équipes [32], [33] pour la France.

⁶ NA est passé de 0.5 à 1.35 ; λ a été réduite de 325 nm à 193 nm et k_1 est passé de 0.5 à 0.27.

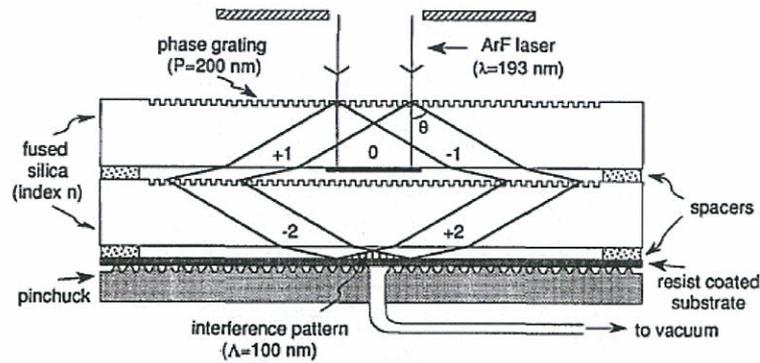


Figure 2-14: Configuration holographique achromatique pour la fabrication de réseaux de diffraction de période 100 nm [31].

La configuration choisie repose sur un premier réseau monolithique en silice fondue de période 200 nm, éclairé en incidence normale par un laser ArF, qui produit trois faisceaux (ordres de diffraction -1, 0 et +1). Seuls les ordres +1 et -1 seront utilisés, il est donc nécessaire de bloquer l'ordre 0 (cf. Figure 2-14). Les ordres + et - 1 générés par le premier réseau éclairent un second réseau de période 200 nm en incidence oblique. Ce second événement de diffraction génère trois ordres de diffraction en transmission (i.e. dans le masque en silice), les ordres 0, -1 et -2. Dans cette configuration, seuls les ordres -2 générés de part et d'autre à partir des ordres + et - 1 du premier réseau se recouvrent sous le second réseau. Ils donnent ainsi naissance à une figure d'interférence avec une répartition d'intensité sinusoïdale de période 100 nm. C'est ici qu'est placé l'échantillon recouvert de résine photosensible (PMMA) et d'un ARC pour ne pas brouiller l'interférogramme avec des réflexions à l'interface substrat-résine.

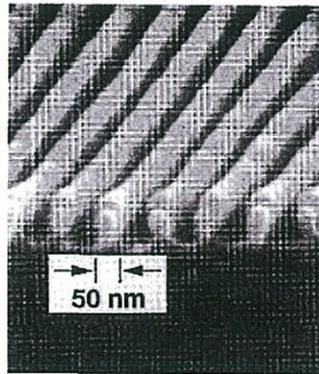


Figure 2-15: Un réseau de période 100 nm écrit dans une couche de PMMA déposée sur une couche d'ARC.

La Figure 2-15, est une image MEB d'un réseau de période 100 nm écrit dans une couche de PMMA sur une couche d'ARC, déposées sur un substrat en silicium. En tournant le substrat recouvert de résine photosensible de 90° et en faisant une seconde exposition il est possible de transférer des structures nanométriques en 2D [34].

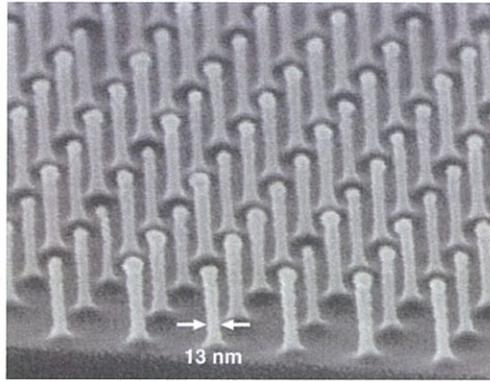


Figure 2-16: Image MEB d'un réseau 2D de période 100 nm exposé dans une couche de PMMA et transféré dans un substrat de silicium par RIE.

Cette technique prometteuse permet de s'affranchir des problèmes liés à la faible cohérence des sources laser excimère pour écrire des réseaux de période 100 nm, la dimension des réseaux écrits reste cependant faible 1 cm^2 [31], car limitée par la dimension du faisceau incident et donc des masques. Cette technique nécessite en outre un montage opto-mécanique exigeant en termes de positionnement relatif des réseaux.

2.2.2. Lithographie interférentielle à multi-expositions décalées

Un procédé publié en 2008, et utilisant la lithographie interférentielle multi-niveau a été développé au *Space Nanotechnology Laboratory* du MIT aux Etats-Unis [35]. Cette technique permet l'écriture de réseaux de diffraction de période 50 nm à partir d'un interférogramme de période 200 nm obtenu avec un laser à ions Argon émettant à la longueur d'onde $\lambda=351,1 \text{ nm}$. Une étape indispensable avant le début de l'écriture du premier niveau de lithographie est l'inscription de marques d'alignements qui n'est rien d'autre qu'un réseau de période 200 nm écrit de part et d'autre de la zone à graver. On aperçoit sur la Figure 2-17 ce réseau de part et d'autre de la zone d'écriture durant toutes les étapes.

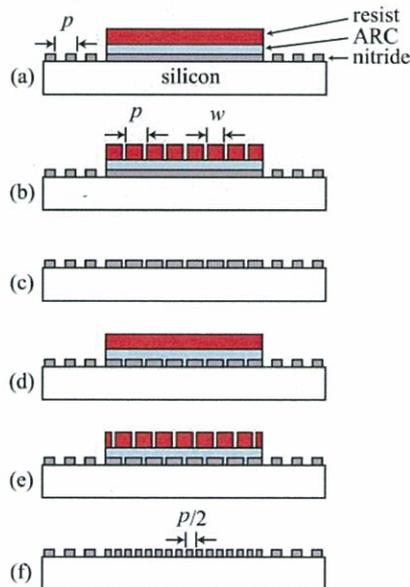


Figure 2-17: Schéma du procédé de fabrication utilisant la lithographie interférentielle multi-expositions décalées.

Le matériau qui va être structuré est une couche de Si_3N_4 (*nitride* sur la Figure 2-17, ou nitrure de silicium en français), c'est dans cette dernière qu'est inscrit le réseau de référence de période $p=200$ nm. Le premier niveau de lithographie (un réseau de période $p=200$ nm) est aligné avec un décalage de phase relatif par rapport au réseau de référence et est exposé en contrôlant la largeur de ligne (noté w). Le motif est alors transféré par gravure dans la couche de nitrure, et le procédé est alors répété en alignant la figure d'interférence pour le second niveau avec un déphasage de π .

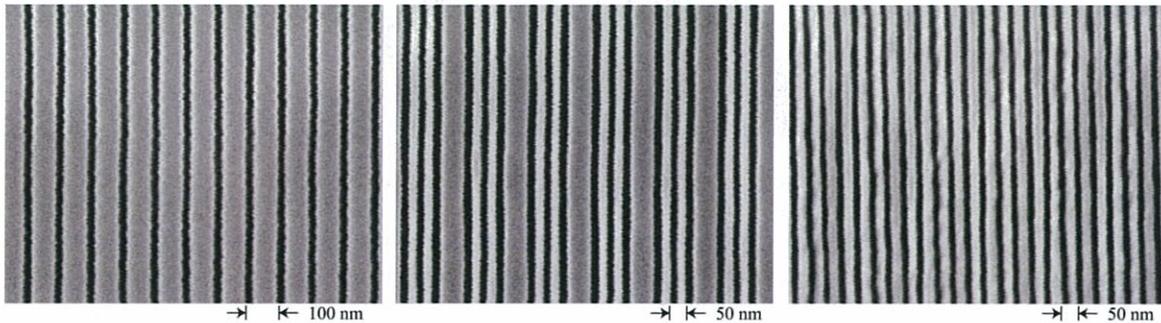


Figure 2-18: à gauche, image MEB d'un réseau de période 100 nm fabriqué en superposant deux interférogrammes de période 200 nm déphasé de π . Au centre image MEB de motifs réalisés après trois superpositions de l'interférogramme de période 200 nm. A gauche : Réseau de période 50 nm résultat de quatre superpositions.

Les images de la Figure 2-18 sont des images MEB des réseaux écrits durant les différentes étapes du procédé. A gauche un réseau de période 100 nm résultant de la superposition de deux interférogrammes de période 200 nm, au milieu après une troisième exposition sous le même interférogramme. Après quatre expositions sous un interférogramme de période 200 nm dont on a pris soin de contrôler le déplacement, un réseau de période 50 nm est écrit.

Les plus grands défis avec cette configuration sont la précision à atteindre dans le recouvrement des phases au moment de l'alignement, le contrôle de la largeur de ligne à écrire et le design de chaque couche pour chaque niveau. Tous ces paramètres sont discutés dans la référence [35], notamment le comportement de la couche anti-réfléctive qui ne réagit plus de la même façon quand elle est déposée sur une surface déjà structurée.

Cette méthode astucieuse permet de descendre en dessous des limites en termes de CD imposées par la longueur d'onde d'écriture et fait ainsi penser aux techniques de *double patterning* utilisé en micro-électronique. Il permet par conséquent d'utiliser des sources laser qui n'émettent pas dans l'UV profond (on fait référence ici aux sources laser à excimère ArF $\lambda=193$ nm ou F₂ $\lambda=157$ nm utilisées en lithographie), afin de réaliser de telles structures. L'avantage est énorme, il existe un grand nombre de matériaux transparents à ces longueurs d'onde, leur manipulation est maîtrisée. L'écriture de motif en deux dimensions est aussi envisagée avec ce type de montage si un réseau référence est aussi écrit dans la direction perpendiculaire au premier. Le principal obstacle reste l'alignement et le décalage à contrôler de manière précise qui en font une technique coûteuse et peu exploitable.

2.2.3. Ecriture directe de réseaux

L'écriture directe de réseaux est le fait d'écrire un réseau ligne par ligne comme le montre la Figure 2-19. C'est ainsi que les premiers réseaux ont été écrits, et c'est une

pointe en diamant (matériau utilisé pour sa dureté), de petite dimension, qui était utilisée [36]. Cette méthode permet d'écrire des réseaux sur de grandes surfaces avec des périodes micrométriques.

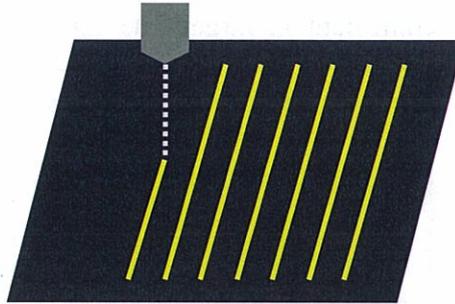


Figure 2-19: Schéma de principe de l'écriture directe de réseau.

Le profil des réseaux dépend de la forme de la pointe qui vient rayer une couche métallique déposée sur la surface que l'on veut structurer. Le temps d'écriture est très long et croît comme le carré de la dimension à écrire. De plus, les conditions environnementales (température, pression, humidité) doivent être contrôlées avec précision afin que la période ne varie pas à cause de la dilatation du matériau. Un autre inconvénient est qu'il est impossible d'écrire des réseaux de période inférieure au micron. Cette technique est devenue obsolète avec l'apparition de la lithographie interférentielle qui permet d'écrire des réseaux de faible période sur de grandes surfaces plus rapidement. Cependant le principe de l'écriture directe n'a pas disparu, mais la pointe diamant a été remplacée par un faisceau laser focalisé puis un faisceau électronique, qui structure une surface recouverte de résine photo sensible.

2.2.3.1. *Machine d'écriture laser*

Le substrat recouvert de résine photosensible est insolé grâce à un spot laser focalisé. Le motif est écrit soit en déplaçant la table sur lequel est déposé le substrat sous le faisceau et/ou soit le spot balaye la surface du substrat suivant les machines.



Figure 2-20: Photo d'une machine d'écriture laser; Heidelberg DWL 4000. On distingue sur l'image la table sur laquelle est posé le substrat ainsi que le laser.

Parmi les fabricants de telle machine citons l'allemand Heidelberg [37], le suédois Micronic [38] ou plus récemment le français Kloé [39]. Le choix et les caractéristiques sont larges et la sélection d'une machine dépendra des applications des structures que l'on

veut fabriquer. Les machines laser sont maintenant optimisées en termes de dimensions caractéristique ($0,5 \mu\text{m}$) de surface (jusqu'à un mètre carré) et de vitesse d'écriture ($1300 \text{ mm}^2/\text{min}$). Le Tableau 1 regroupe les performances des machines d'écriture laser Heidelberg et Micronic.

Fabricant	Référence	Vitesse d'écriture [mm ² /min]	Taille max wafer [mm ²]	Min struct size [μm]	Tps écriture 1 m ² , p=2μm	Tps écriture 10*10 cm ² , p=2μm
Heidelberg	VPG 1600	1300	1600*1400	1	12h49	0h08
	DWL 8000	340	800*800	0.7	NON	0h30
	DWL 4000	500	800*800	0.8	NON	0h20
		90	400*400	0.6	NON	1h51
	DWL 2000	480	400*400	0.8	NON	0h21
		55	200*200	0.6	NON	3h02
	μPG 101	320	200*200	0.8	NON	0h31
3		100*100	1	NON	55h33	
Micronic	Prexision	1200		1	13h52	0h08
	LRS 15000					
	TFT 3	750	1300*1300	0.75	22h13	0h13
	FPS 5300	260	1100*1100	0.75	64h06	0h38
700		1100*1100	1	23h48	0h14	

Tableau 1: Comparaison en termes de performances des machines d'écriture laser.

Les performances citées ne sont malheureusement pas disponible en même temps, il faut faire un compromis entre CD et vitesse d'écriture. De plus malgré les progrès dans l'adressage du faisceau laser sur le substrat, il subsiste des erreurs de raccordement des motifs entre deux champs écrit successivement. Les machines laser ne sont donc pas capables de fabriquer des réseaux pour les CPA par exemple.

2.2.3.2. Utilisation de faisceaux électroniques

La lithographie par faisceaux d'électrons (*electron beam lithography* en anglais ou simplement *e-beam lithography*) utilise la longueur d'onde associée aux électrons, plus petite que celle des sources UV même les plus profondes ; ce qui repousse les limites de la diffraction. Il est donc possible de focaliser le faisceau d'électrons sur quelques nanomètres ($\approx 2.5 \text{ nm}$ [40]), par rapport à la photolithographie classique (utilisation d'un faisceau laser focalisé) où la taille du spot focalisé est plus grande ($0.5 \mu\text{m}$ au minimum [41]). Les interactions entre les électrons et la résine photosensible sont plus complexes que celles mettant en jeu les photons, ils sont entre autres diffusés de manière aléatoire dans la résine, et forme une sorte de poire dans le matériau (Figure 2-21).

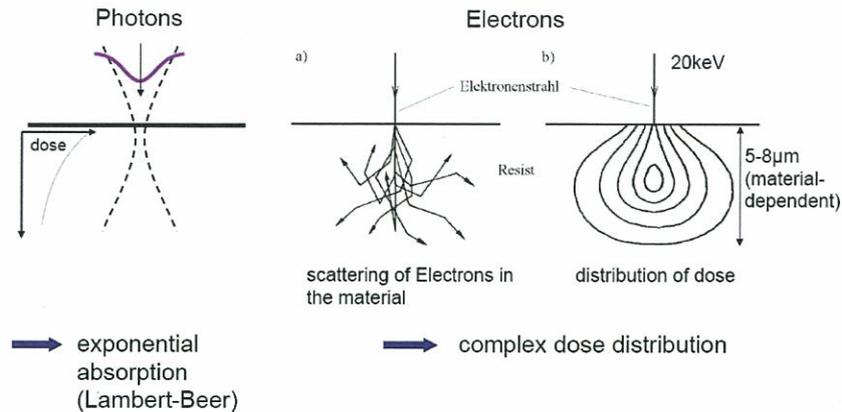


Figure 2-21: Comparaison de l'interaction entre le faisceau énergétique et le matériau, à gauche par des photons; à droite par des électrons [42].

Les machines d'écriture par faisceaux d'électrons ont fortement évolué depuis les premiers prototypes qui étaient des MEB transformés, et sont aujourd'hui un élément indispensable dans certains domaines comme celui des semi-conducteurs ou plus généralement dans le domaine des nanotechnologies pour la fabrication de masque, que ce soit au niveau de la recherche en laboratoire ou industrielle.

Une machine d'écriture par faisceau électronique consiste donc à générer un faisceau d'électron à l'aide d'un canon à électrons (FEG pour *Field Emission Gun*) à l'accélérer et à le focaliser sur le plan du substrat à l'aide de lentilles magnétiques. L'ensemble est placé dans une atmosphère sous ultra vide ($1 \cdot 10^{-10}$ Torr pour le canon, $1 \cdot 10^{-8}$ Torr dans la colonne d'accélération [43]). Le substrat est placé sur une table qui peut se déplacer dans le plan perpendiculaire au faisceau d'électrons suivant les axes x et y, la Figure 2-22 est une représentations schématique du principe d'une machine d'écriture par faisceau d'électrons.

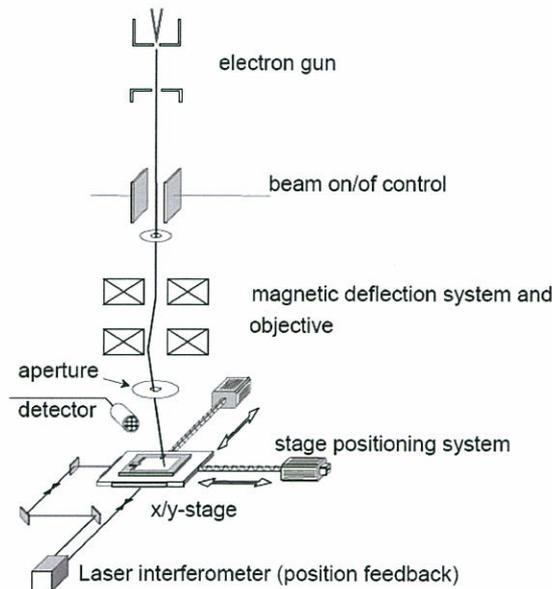


Figure 2-22: Schéma de principe d'une machine d'écriture par faisceau d'électrons. En haut le canon, puis les systèmes de focalisation magnétique au milieu et en bas la table où se trouve le substrat [42].

Compte tenu de la petitesse des motifs, le positionnement du substrat est un point important dans le bon fonctionnement du procédé. Durant l'écriture, la position en x et en y de la table est contrôlée à l'aide d'interféromètres laser avec une précision inférieure au nanomètre ($\lambda/1024$ soit avec un laser He-Ne : $632.8/1024 = 0.62$ nm), de même que la distance en z, c'est-à-dire pour s'assurer que le plan de la résine est toujours situé dans le plan focal du faisceau électronique. Un substrat est écrit par champs (*field*), ce sont des carrés dont les dimensions sont au maximum d' 1 mm^2 ($1064 \times 1064 \text{ } \mu\text{m}^2$). Dans cette surface, les paramètres sont considérés comme fixes : le déplacement du plateau est arrêté. Le système de positionnement du faisceau prend en compte les mouvements dans le plan x-y (le plateau sur lequel est déposé le substrat se déplace suivant les axes x et y dont les dimensions maximales sont 6×6 pouces $\approx 15 \times 15 \text{ cm}^2$). Dans cette configuration, un seul champ est écrit à la fois, un champ est divisé en sous-champs (*sub-field*) dont les dimensions sont de l'ordre de $8 \text{ } \mu\text{m}^7$, le faisceau électronique est amené et focalisé correctement dans ce champ à l'aide d'une paire de lentilles magnétique (*upper et lower main deflector*) (Figure 2-23).

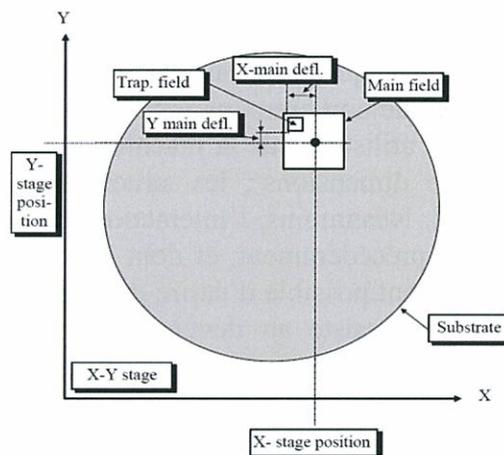


Figure 2-23: Schéma décrivant la stratégie d'écriture dans une machine de lithographie par faisceaux électroniques [43].

Le sous champ étant considéré comme suffisamment petit, les paramètres du spot restent les mêmes pour tout le sous champ. Les motifs contenus dans le sous-champ sont ensuite écrits par le *pattern generator*, c'est une lentille magnétique située entre les deux précédentes qui balaie le faisceau dans le sous-champ. Le spot projeté sur l'échantillon étant une réduction de la source dont on présume le profil comme gaussien, on appelle ces machines « à faisceau gaussien », elles n'écrivent qu'un pixel à la fois, le terme *shot* est parfois employé.

⁷ En fait la taille du sous-champ dépend de la tension d'accélération des électrons, la dimension diminue si la tension d'accélération augmente.

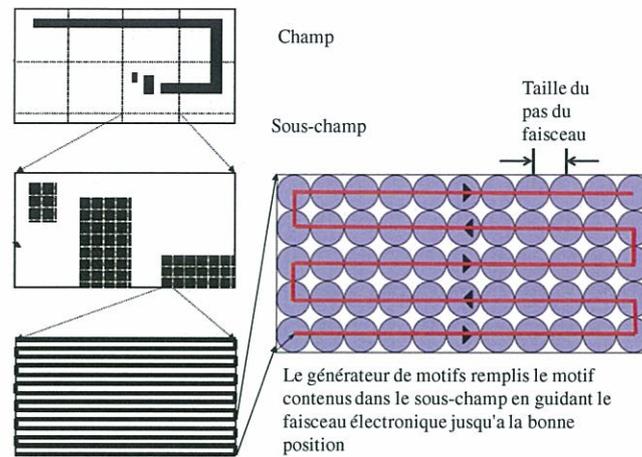


Figure 2-24: Schéma représentant la façon dont sont tracés les motifs dans une machine d'écriture par faisceau électronique [43].

Il existe d'autres méthodes d'écriture utilisant une machine *e-beam*, comme l'écriture par faisceaux variables (*variable shaped beam*), projection de motifs (*cell-projection*) ou écriture dite au vol, qui ne seront pas décrits ici. De même, la forme et la dimension des motifs dépendent de nombreux paramètres, comme l'énergie des électrons, la fréquence de balayage etc. L'utilisation de la machine d'écriture en mode gaussien est la plus flexible en termes de dimensions ; les structures peuvent aller de plusieurs micromètres jusqu'à 3 nm [44]. Néanmoins, l'interaction complexe entre les électrons et la résine photosensible décrite précédemment, et dont la chimie est le principal élément limitant, font qu'il est difficilement possible d'écrire des motifs de dimension inférieure à 15 nm à l'aide d'électron. On assiste au développement des machines d'écriture à faisceaux d'ions He, qui permettent de faire des motifs inférieurs à 10 nm [45].

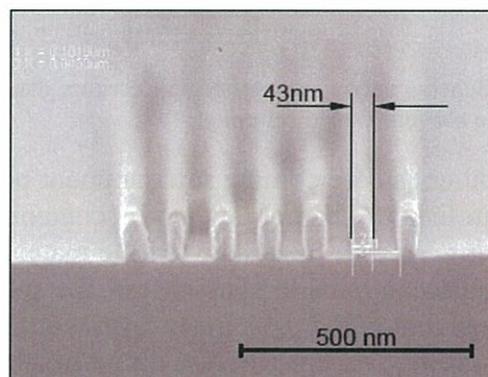


Figure 2-25: Réseau de période 100 nm écrit par *e-beam lithography* [42].

Malgré sa formidable flexibilité et la possibilité d'écrire des motifs avec des dimensions de l'ordre de la dizaine de nanomètres, l'écriture de réseaux par *e-beam* n'est pas exempte de tout reproche. Tout d'abord la dimension des substrats est limitée par la taille de la chambre où se trouve la table de translation. Celle-ci possède des dimensions limitées car le vide doit y régner, ce type de lithographie ne peut, par conséquent pas être utilisée pour l'écriture de réseaux sur de grandes surfaces (la dimension maximale des échantillons se situe au alentour de 30 cm*30cm [46]). Un autre problème dans l'écriture de structures sur de grandes dimensions concerne le temps d'écriture : en effet dans cette configuration le réseau est écrit ligne par ligne, ce qui signifie que pour écrire des petites

périodes sur des grandes surfaces, le temps d'écriture peut atteindre plusieurs dizaines d'heures. Enfin, un réseau doit pour de nombreuses applications être très homogène, c'est-à-dire que sa période doit être la même, faute de quoi le front d'onde peut être perturbé. Le raccordement de champs est donc critique dans cette stratégie d'autant plus que la période est petite. Cette inhomogénéité peut être problématique dans l'écriture de réseaux par masque de phase [47], c'est pour cela que des recherches ont été menées pour tenter de réduire au maximum les erreurs de positionnement de la table lors du passage d'un champ à un autre [48]. Cette technique reste cependant la plus précise dans le contrôle des motifs écrits.

2.3 Le banc d'écriture au vol

Le laboratoire Hubert Curien, dans lequel s'est déroulée cette thèse de doctorat, possède un groupe de recherche en micro-nano structuration de surface, qui historiquement s'est intéressé à la fabrication de réseaux de diffraction. Le laboratoire utilise la technique de masquage, ou de lithographie interférentielle. Au début des années 2000, une méthode d'écriture originale de réseaux de diffraction sur de grandes surfaces a été mise au point. Cette technique associe l'écriture par masque de phase avec le déplacement du substrat pour étendre la zone. Le développement de ce banc d'écriture a été réalisé dans le cadre d'une thèse de doctorat soutenue en décembre 2006 [3]. La Figure 2-26, est un schéma simplifié qui illustre le principe du banc d'écriture au vol, pour l'écriture de réseaux de période 500 nm.

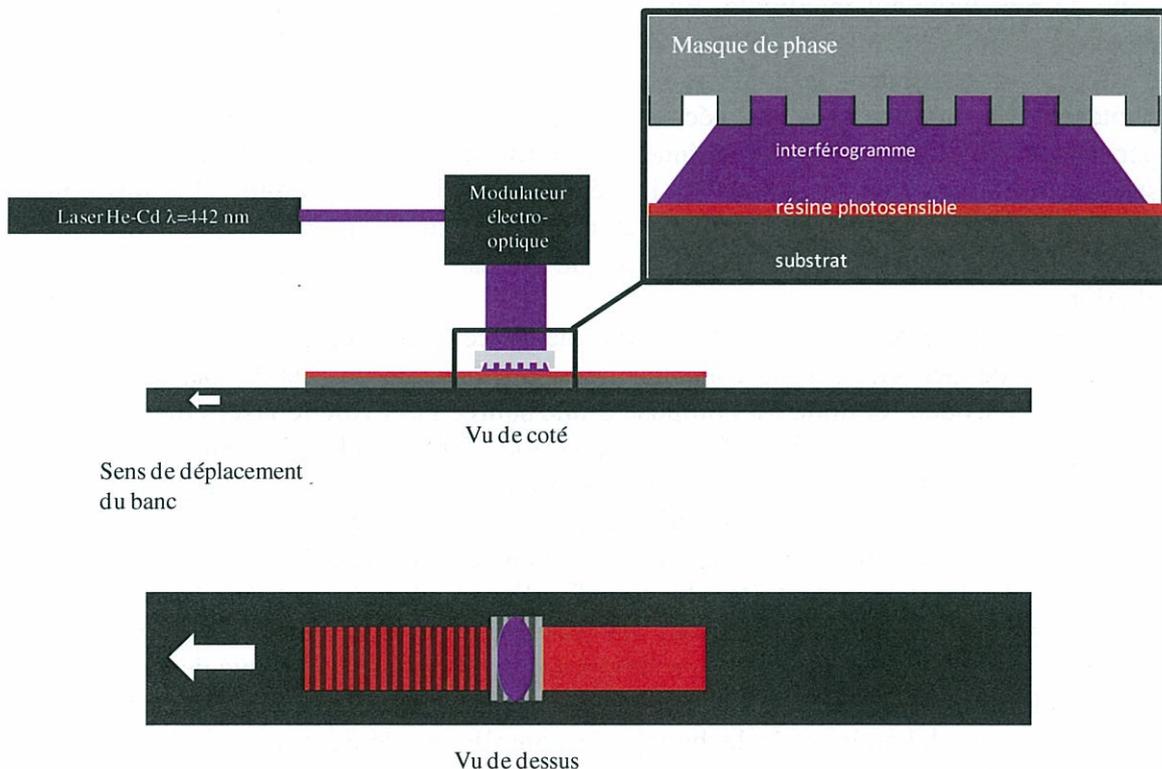


Figure 2-26: Schéma de principe du banc d'écriture au vol vu de côté (haut) et de dessus (bas). Durant l'écriture, la modulation du faisceau est synchronisée avec le déplacement du chariot pour écrire des structures périodiques.

Le substrat recouvert de résine photosensible est déposé sur le chariot qui se déplace en translation, de manière continue sous l'interférogramme généré par le masque de phase. Le masque de phase est en fait un réseau de diffraction binaire gravé dans de la silice fondue. Un laser He-Cd émettant à la longueur 441,6 nm éclaire le masque de phase de période 500 nm, en incidence normale pour générer une distribution d'intensité sinusoïdale de période 250 nm dans l'interférogramme. Le même masque peut être éclairé sous incidence de Littrow dans l'ordre -1, dans ce cas la période de l'interférogramme est identique au masque de phase, c'est-à-dire 500 nm, la Figure 2-27 représente les deux configurations ainsi que la figure d'interférence générée.

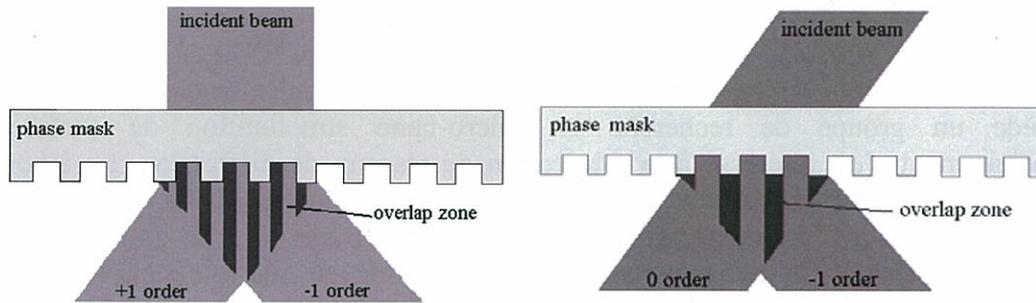


Figure 2-27: réseaux de diffraction utilisés comme masque de phase.
Gauche: éclairé en incidence normale. Droite: en incidence de Littrow

Le substrat est placé le plus proche possible du masque de phase afin d'avoir la zone de recouvrement maximale. En pratique c'est le masque qui est situé à quelques dizaines de micromètres du substrat déposé sur le chariot. L'écriture de longs réseaux s'effectue en tradant le substrat sous la zone de recouvrement. Afin que la résine photosensible ne soit pas insolée uniformément (c'est-à-dire garde son insolation périodique), le faisceau doit être atténué chaque fois que le chariot sur lequel est déposé le substrat se déplace de la moitié de la période de l'interférogramme. Le faisceau est rallumé pendant l'autre demi période et ainsi de suite. L'atténuation du faisceau est assurée grâce à un modulateur électro-optique qui est synchronisé sur le déplacement du chariot.

Le déplacement du chariot est contrôlé grâce à une règle optique (un réseau de diffraction de période 1 μm , considéré comme parfaite) qui est lu par un encodeur optique. L'encodeur optique est composé d'une source laser (diode laser émettant dans le rouge) et de deux réseaux de diffraction de période 500 nm [49]. Le principe de mesure est basé sur le principe d'interférométrie diffractive, l'encodeur délivre donc un signal sinusoïdal de période 500 nm lorsqu'il se déplace sur la règle. Le signal sinusoïdal de période 500 nm est transformé électroniquement en signaux TTL (0-5 V) de même fréquence. La fréquence peut être divisée afin d'écrire des réseaux de période (1 μm , 2 μm ou 4 μm) ou doublée afin d'écrire des réseaux de période 250 nm. Le signal avec la période correspondant à celle de l'interférogramme généré par le masque de phase, sert de commande de modulation du modulateur électro-optique. La Figure 2-28 est une représentation schématique de la boucle de contrôle du déplacement du banc, avec la commande du modulateur.

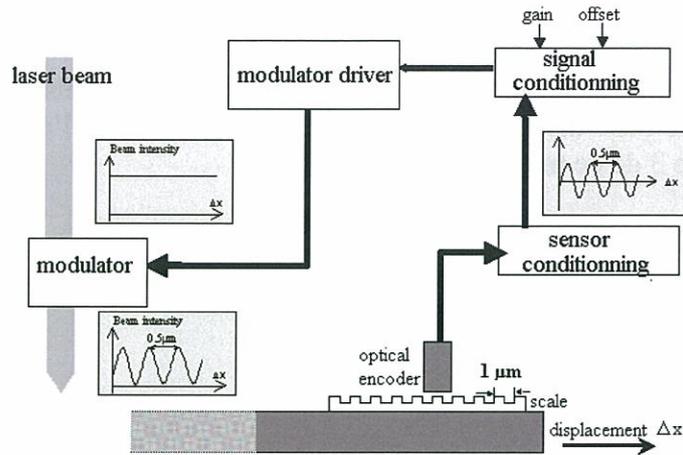
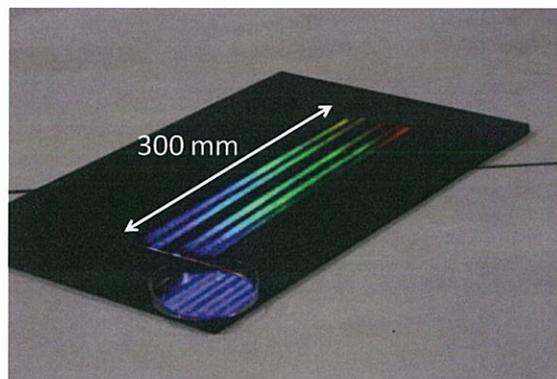


Figure 2-28: Schéma de la boucle de contrôle du déplacement

Le banc d'écriture au vol, a permis d'écrire des pistes de réseaux de diffraction de période 500 nm. La dimension maximale des réseaux écrits est de 1 cm (la largeur du masque de phase utilisé) sur 30 cm (la longueur de la plus longue règle optique disponible au laboratoire). Le banc ne se déplaçant que dans une seule direction, la largeur du réseau est limitée par la dimension du spot, alors que sa longueur est limitée par la course du banc. La Figure 2-29 représente une photo de réseaux écrit, à la vitesse de 1 mm/s.

Figure 2-29: Photo de réseaux de diffraction (300*1 mm²) de période 500 nm

Le point clé de ce dispositif, outre un banc de translation de grande qualité, est le masque de phase. L'utilisation d'un masque de phase permet de s'affranchir de nombreuses contraintes que l'on trouve avec les dispositifs classiques. En effet si l'on compare avec le nanoruler du MIT décrit dans le paragraphe 2.1.3, des variations de paramètres tels que la température, l'humidité ou la pression de l'air ne perturbent pas l'interférogramme qui est généré sous le masque de phase. L'écriture étant continue, la période est constante sur toute la longueur du réseau. C'est une caractéristique que l'on ne trouve pas lorsque de grands réseaux sont écrits par réplique, le problème se trouvant en particulier à la jonction de deux champs (*stitching errors* en anglais). Cette caractéristique est importante, car elle signifie qu'une telle technique peut écrire des réseaux de période homogène dont les dimensions sont limitées par la longueur du chariot. Le futur de cette technique tient donc dans le développement des masques de phase capables de générer des interférogrammes de périodes extrêmes (inférieur à 100 nm et jusqu'à plusieurs micromètres), mais aussi de grande largeur (plusieurs dizaine de

centimètres) afin d'aboutir à une méthode capable de structurer de grandes surfaces de façon rapide et homogène.

L'étude, incluant la modélisation et la fabricabilité de tels masques pouvant être implémentés sur le banc disponible au laboratoire et permettant l'écriture de réseaux, fait l'objet du chapitre 3 de ce manuscrit de thèse.

Chapitre 3: La solution masque de phase pour écrire l'ultime

Ce chapitre se propose de présenter dans un premier temps l'intérêt de l'écriture de réseaux de diffraction à l'aide de masques de phase par comparaison aux autres méthodes existantes. Le masque de phase étant l'élément-clé du banc d'écriture au vol, le développement de cette technique passera forcément par une amélioration conséquente sur ce dernier. Les verrous limitant l'écriture de réseaux vers les petites et les grandes périodes, ainsi que les solutions proposées seront présentés dans deux paragraphes différents.

3.1 Intérêt de l'écriture par masque de phase

Le premier chapitre a passé en revue les applications qui nécessitent des réseaux de diffraction écrits sur de grandes surfaces. Les périodes peuvent varier de 100 nm à plusieurs micromètres, les structures pouvant même ne pas être strictement périodiques. Le chapitre deux, qui a traité de l'état de l'art, a détaillé les techniques d'écriture disponibles pour fabriquer de tels éléments. Il en est ressorti qu'aucune d'entre elles n'était capable de convenir pour toutes les applications. La Figure 3-1 regroupe les différentes applications et les principales techniques de fabrication abordées elles aussi dans l'état de l'art.

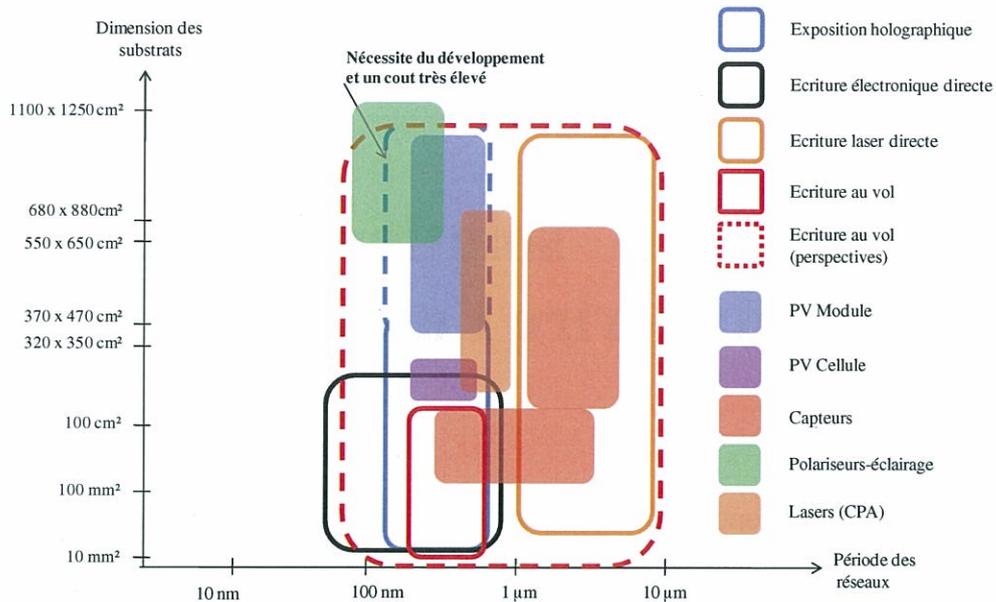


Figure 3-1: Graphe représentant les applications des réseaux et les méthodes de fabrication en fonction de leur dimension et de leur période [50].

La Figure 3-1 place l'écriture au vol par rapport aux autres techniques d'écriture mais aussi la situe en fonction des applications probables. La forme en pointillé rouge représente les perspectives en termes de périodes et de surfaces pour l'écriture au vol qui permet d'englober la quasi-totalité des applications nécessitant un réseau sur une grande surface.

3.1.1. Les limites de l'écriture au vol.

Le premier verrou qui freine cette technique vient de la limitation du domaine des périodes inscriptibles au moyen d'un masque de phase. En effet, pour pouvoir être utilisé pour écrire des réseaux, un masque de phase doit générer deux ordres de diffraction seulement. Pour ce faire, il existe deux solutions :

La première consiste à l'éclairer sous incidence de Littrow dans l'ordre -1. En d'autres termes, l'ordre -1 réfléchi doit se propager dans la même direction que le faisceau incident mais en sens inverse. Dans ce cas, la période de l'interférogramme généré est la même que celle du masque.

La deuxième solution consiste à illuminer le masque de phase sous incidence normale et de faire en sorte que l'ordre zéro transmis soit nul. Dans ce cas, seuls les ordres + et - 1 transmis interviennent dans la génération de l'interférogramme. La période de ce dernier est alors deux fois plus petite que celle du masque de phase. C'est cette technique qui permet l'écriture de petites périodes.

Le graphe de la Figure 3-2 représente la plage de périodes inscriptibles par masque de phase.

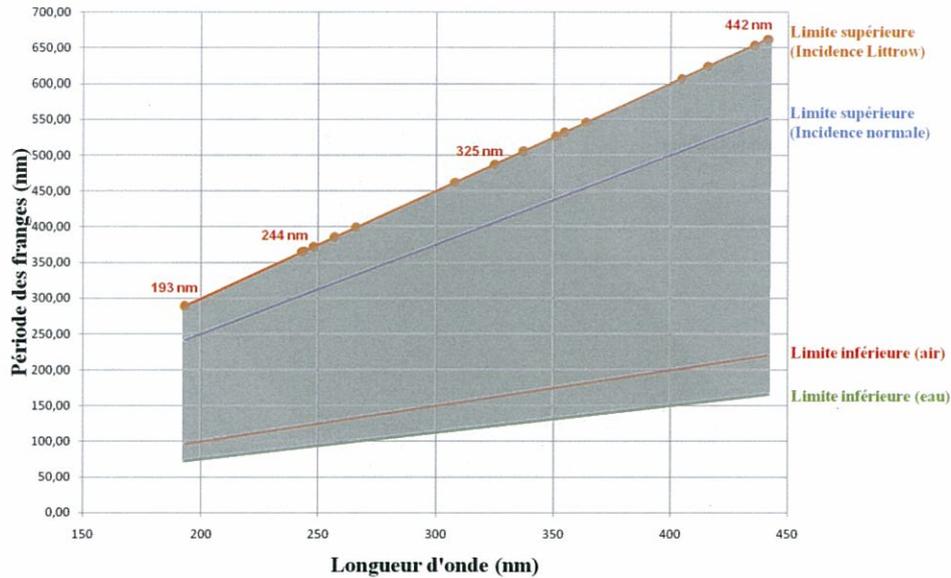


Figure 3-2: Graphe représentant les périodes inscriptibles avec un masque de phase monolithique.

Sur le graphe de la Figure 3-2 les périodes inscriptibles à l'aide d'un masque de phase monolithique sont représentées par la zone grisée. Les frontières de cette zone sont imposées pour les longueurs d'onde basses par les sources DUV disponibles (on s'arrête à la longueur d'onde $\lambda=193$ nm d'un laser ArF car il n'existe pas de matériau de suffisamment haut indice à 157 nm de longueur d'onde) et vers les longueurs d'onde hautes à $\lambda=442$ nm (Laser He-Cd). Cette dernière limite est imposée par le fait que les résines ne sont plus, où beaucoup moins, photosensibles pour des longueurs d'onde plus grandes.

Les limites du domaine des périodes sont déterminées vers le bas par la condition de propagations des ordres de diffraction + et - 1 en fonction de la longueur d'onde. Si la période du masque est trop faible, le faisceau le traverse sans être diffracté. Il est cependant possible de gagner quelques dizaines de nanomètres en travaillant sous immersion, le liquide ($n>1$) augmentant l'ouverture numérique. Pour ce qui est de l'incidence de Littrow, si l'on augmente la période du masque de phase en vue d'augmenter la période de l'interférogramme, il arrive un point où les ordres +1 et -2 sont eux aussi transmis. Or, s'il y a plus de deux ordres qui interfèrent, l'interférogramme se trouve brouillé. La période maximale dépend donc de cette condition, qui dépend elle-même de la longueur d'onde d'exposition d'après l'équation des réseaux.

3.1.2. Perspectives pour le banc d'exposition.

Dans l'objectif d'augmenter la largeur du spectre de périodes et la surface inscriptibles à l'aide d'un banc d'écriture au vol, deux verrous technologiques sont à faire sauter. Le premier consiste à trouver des solutions pour élargir la zone rouge de la Figure 3-1 vers les périodes hautes et basses. Pour cela, un travail sur le design des masques de phase devra être fait. Le futur banc d'écriture au vol pourrait ressembler à celui de la Figure 3-3 ci-dessous.

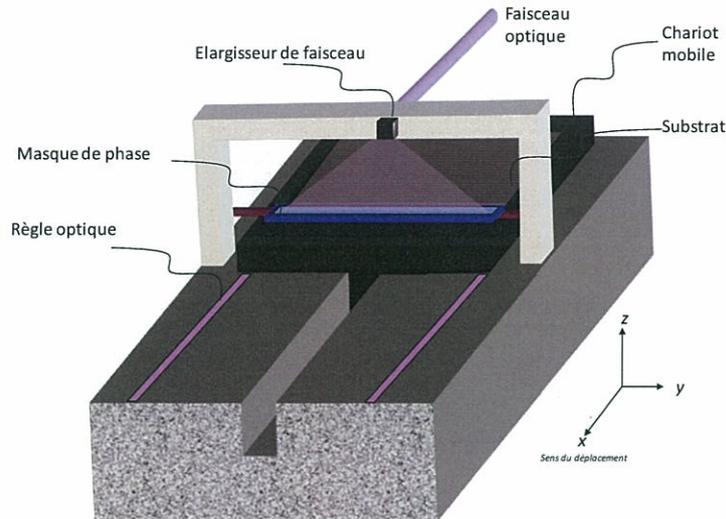


Figure 3-3: Schéma du banc d'écriture au vol capable d'écrire des réseaux sur de grandes surfaces.

Le banc présenté sur la Figure 3-3 présente un système capable d'écrire des réseaux de diffraction sur de grandes surfaces. D'autres problèmes devront aussi être résolus : le faisceau lumineux éclairant le masque de phase devra être d'une largeur au moins équivalente à la largeur du réseau final. La répartition de l'intensité lumineuse devra être homogène. Des solutions ont été étudiées et seront présentées dans le prochain chapitre. L'autre question soulevée pour augmenter la dimension des réseaux inscriptibles est le fait que le masque de phase devra avoir une largeur au moins identique à celle des réseaux devant être écrits. Or, si l'on part dans l'optique de structurer des surfaces d'une largeur minimale d'un mètre, le masque de phase doit être au minimum de cette dimension. Or, il n'est pas concevable de fabriquer un tel masque à l'aide d'un *e-beam* compte tenu de la dimension de leur chambre d'écriture limitée à une trentaine de centimètres. Les machines d'écriture laser des « *mask-shops* » ne constituent pas non plus une solution car elles ne sont pas prévues non plus pour écrire des masques plus grands que 300 mm. Quant aux machines d'écriture laser de grande dimension pour la technologie des écrans plats de grande dimension (Micronics, Heidelberg Instruments), leur précision n'est pas suffisante pour écrire des grands réseaux de très grande cohérence spatiale.

La solution retenue dans notre stratégie est celle de l'écriture dite en cascade. Son origine se trouve dans les premiers réseaux écrit par le banc qui étaient longs mais étroits [3]. Les traits de ces derniers étaient perpendiculaires à la longueur du réseau. Dans le cas d'un long masque de phase, les traits de réseau doivent cette fois-ci être parallèles à la longueur. Il est donc possible d'utiliser un montage sensiblement identique pour écrire le masque mais en tournant le masque de phase de 90° . Dans cette configuration la modulation n'est évidemment pas nécessaire. Le principe en est illustré dans la Figure 3-4.

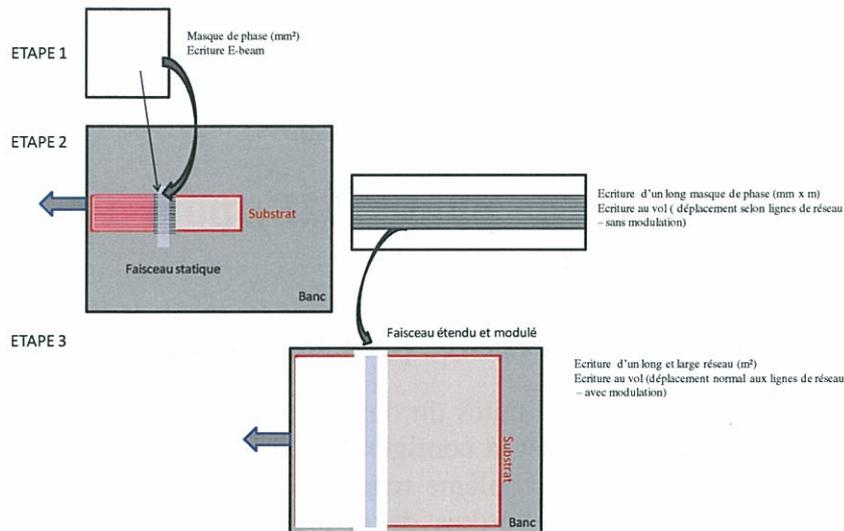


Figure 3-4: Schéma de principe de l'écriture de réseau dite en cascade.

Le principe décrit dans la Figure 3-4 fera l'objet d'un paragraphe où il sera présenté en détail dans le chapitre suivant (§ 4.1.3).

3.1.3. Méthode de calcul des efficacités de diffraction

Les codes utilisés pour la modélisation des réseaux font partie d'un ensemble développé par le Dr. N. Lyndin, de l'Institut de Physique Générale de Moscou, qui sont disponibles commercialement [51] avec une étroite collaboration entre ce dernier et le Laboratoire Hubert Curien. La Figure 3-5 est une série de captures d'écran présentant quelques interfaces.

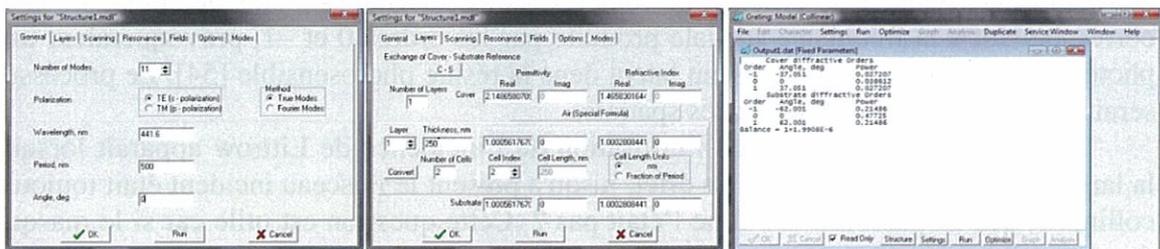


Figure 3-5: Captures d'écran de différentes interfaces du code de modélisation utilisé.

Les profils des réseaux des masques de phase sont calculés par la méthode exacte des « vrais modes de réseaux » (le terme « *True-mode method* » est employé dans la littérature anglophone) qui est bien adaptée aux profils rectangulaires binaires. C'est sur cette méthode qu'est basé le code *Grating* utilisé. Les vrais modes sont les configurations de champs où ceux-ci se propagent entre les fentes et les parois en satisfaisant les conditions limites aux interfaces entre fentes et parois. En incidence normale, et en fonctionnement comme masque de phase, deux modes essentiellement contribuent à la création de l'interférogramme d'exposition du réseau latent dans une couche de résine photosensible. On peut déjà obtenir une bonne représentation phénoménologique en ne considérant que ces deux modes qui sont les TE_0 et TE_2 . Une résolution exacte devra considérer un grand nombre de modes qui sont dans notre cas tous évanescents [52] dès le mode TE_4 car les plots des réseaux utilisés ayant le rôle de guides d'onde, sont souvent de dimensions et d'indice ne permettant pas de satisfaire leurs conditions de guidage. Pour

les réseaux exposés, le profil peut varier d'une forme binaire à sinusoïdale suivant le régime de la résine photosensible. Dans le cas sinusoïdal, les réseaux seront préférablement modélisés par la méthode « C » (pour Chandezon) qui est très bien adaptée au traitement exact de réseaux de profil continu.

3.2 Le masque de phase (MP) pour l'écriture des grandes périodes

3.2.1. Limites des MP binaires pour les grandes périodes

La Figure 3-2 présente les limites du domaine de périodes lorsqu'un masque de phase monolithique est utilisé ; c'est la configuration de Littrow qui permet d'imprimer les périodes les plus grandes. Le problème rencontré lorsque l'on désire imprimer des grandes périodes est l'apparition d'ordres de diffraction supérieurs. Par exemple, en Littrow, ce sont les ordres 0 et -1 qui sont utilisés; dans ce cas, le programme de modélisation décrit précédemment est utilisé pour définir la structure des plots afin que les ordres 0 et -1 aient la même efficacité de diffraction. C'est à cette condition que le contraste de l'interférogramme est de 100%. D'après l'équation des réseaux, à la longueur d'onde 442 nm, la période maximale du masque de phase éclairé en Littrow pour laquelle il n'y a que deux ordres transmis est 650 nm. Au delà de cette période, les ordres -2 et +1 commencent à se propager ; or, si la figure d'interférence comporte plus de deux ordres, il y a apparition d'une modulation dans la direction normale au masque (z sur la Figure 3-3). La solution consistant à augmenter la longueur d'onde n'est pas réalisable non plus, car au delà de $\lambda = 500$ nm les résines sont beaucoup moins photosensibles. L'utilisation éventuelle d'un laser à impulsions ultra-courtes et de haute énergie (un laser femtoseconde à 800 nm) est plausible en lithographie à deux photons [53]. Dans cette configuration seuls les ventres de champ de l'interférogramme le plus intense, correspondant à la fréquence spatiale produite par les ordres 0 et -1, provoqueraient une photodissociation, et donc un réseau latent dans la résine photosensible [54]. Le processus serait donc un filtrage de fréquences spatiales.

Un autre point limitant de l'utilisation de l'incidence de Littrow apparaît lorsque la largeur du masque augmente. En effet, jusqu'à présent le faisceau incident était toujours collimaté, que se passerait-il s'il ne l'était pas ? Cette question est utile car si le masque de phase doit avoir une largeur d'un mètre, il faut imaginer un système de collimation (lentille ou miroir parabolique) de dimension identique. Or le coût de tels éléments grandit de manière exponentielle avec leur dimension. Donc est-il possible de s'en passer ? La Figure 3-6 représente de manière vectorielle l'effet de la diffraction d'un masque éclairé par un faisceau divergent qui fait un angle ϕ avec la normale.

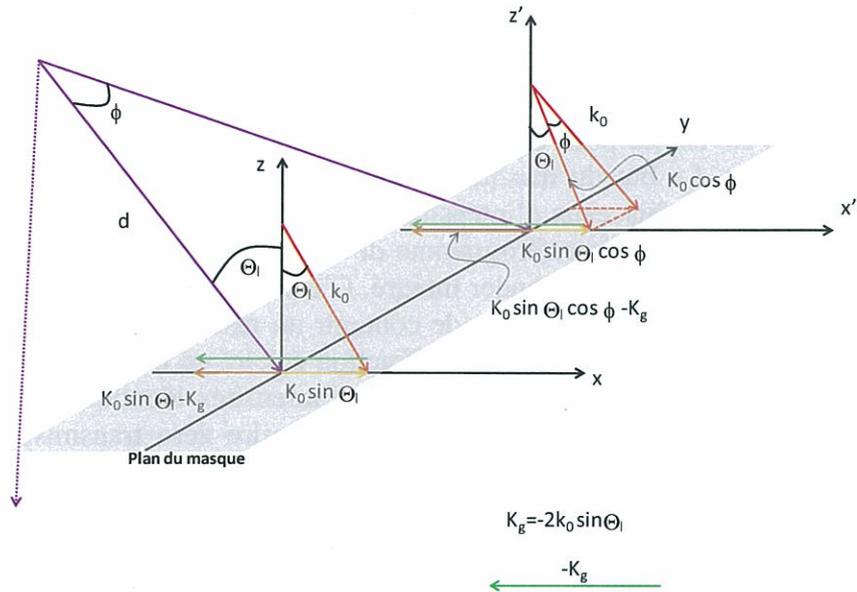


Figure 3-6: Représentation à l'aide des vecteurs d'onde et de leurs projections d'un masque éclairé sous incidence de Littrow avec un faisceau de divergence ϕ .

La Figure 3-6 montre que la période de l'interférogramme varie en fonction de la position choisie sur l'axe y à cause de la présence du terme en $\cos \phi$ sur la projection qui donne la position de l'ordre zéro. De plus, ce même terme provoque une dépendance en y de l'interférogramme qui tendrait à donner un rayon de courbure si l'on regardait la figure d'interférence en plongée comme le schématise la Figure 3-7.

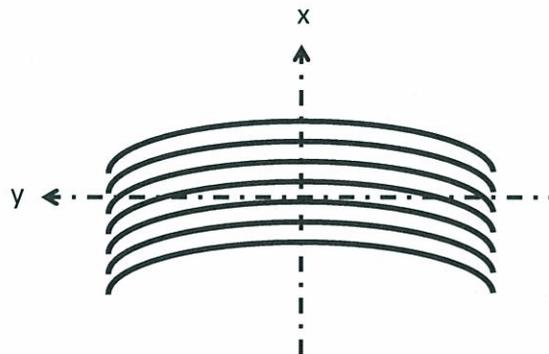


Figure 3-7: Représentation schématique de la vue en plongée de la figure d'interférence générée quand le masque est éclairé en incidence de Littrow avec un faisceau divergent.

La Figure 3-7 est à prendre avec précaution car la variation de période n'est pas spécialement visible en fonction de la position sur l'axe y . Une telle variation rend caduque l'utilisation de cette incidence pour l'écriture au vol sans système de collimation car, la modulation du faisceau étant constante, elle brouillera la figure latente dans la résine suite aux multiples expositions lorsque la position sera loin de l'axe où la divergence du faisceau est nulle. Il convient donc de penser à créer un nouveau type de masque si l'on veut utiliser l'écriture au vol pour écrire des grandes périodes.

3.2.2. Interféromètre Mach-Zehnder intégré

3.2.2.1. Présentation

La solution envisagée pour écrire des grandes périodes avec un masque de phase est présentée ci-après. Le but du masque de phase monolithique idéal est de diviser le faisceau incident en deux faisceaux d'intensités identiques et dont l'angle avec la normale est identique afin de créer un interférogramme de contraste maximum. C'est en quelque sorte un interféromètre de Mach-Zehnder intégré. C'est dans cette optique qu'a été pensé le nouveau masque de phase qui, au lieu de contenir un réseau, en contiendrait trois. Le principe est simple : un premier réseau de diffraction éclairé en incidence normale divise le faisceau incident en deux faisceaux diffractés d'intensités identiques. Le design des plots de ce réseau est optimisé afin de minimiser l'ordre zéro transmis, inutile, ou à l'absorber en cas de nécessité, afin que le maximum de puissance soit utilisée par les deux ordres utiles. Les deux faisceaux générés éclairent ensuite deux réseaux dont les caractéristiques sont identiques et dont le rôle sera de faire sortir du masque deux faisceaux avec le maximum de puissance (les dimensions des plots doivent être ajustées) et avec un angle choisi selon la période à écrire. L'avantage de ce type de masque est qu'étant éclairé en incidence normale, le faisceau incident peut être divergent et ne nécessite donc pas d'élément de collimation de grande taille, contrairement à la configuration Littrow. Un second point positif vient de l'aspect monolithique qui réduit les alignements comparés à la méthode présentée dans le paragraphe 2.2.1. du chapitre 2.

3.2.2.2. Design des masques

Pour ce type de masque, deux designs sont possibles : le premier avec les réseaux situés de part et d'autre du substrat et le deuxième avec les trois réseaux situés sur la même face. Les deux représentations sont présentées dans la Figure 3-8 ci-dessous. Dans la suite du manuscrit, le réseau 1 ayant le rôle *beam splitter* sera noté G1 et les réseaux ayant pour fonction de rediriger les faisceaux dans l'ordre -1 seront appelés G2. L'acronyme TIR sera aussi souvent évoqué, il signifie *Total Internal Reflection* pour réflexion interne totale.

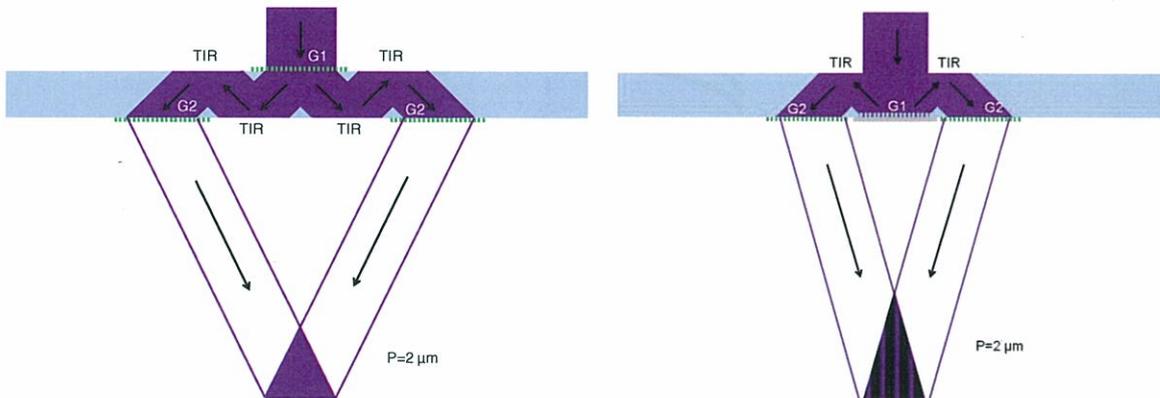


Figure 3-8: Représentation des deux configurations possibles pour les masques de phase à trois réseaux. Gauche: les réseaux sont situés sur deux cotés différents. Droite: les réseaux sont du même coté du substrat.

Pour démontrer la faisabilité d'un tel masque, il a été décidé de modéliser un masque avec pour objectif d'écrire un réseau de période $2 \mu\text{m}$, ce qu'un masque de phase standard ne peut écrire sans que son interférogramme ne soit pollué par de nombreux

ordres de diffraction supérieurs. Il faut dans tous les cas modéliser les paramètres des plots constituant les réseaux G1 et G2. La première chose concerne leurs périodes. Le réseau G1 doit servir de *beam splitter*, donc il doit pouvoir générer des ordres + et -1 dans un substrat en SiO₂ s'il est éclairé en incidence normale. Cette condition donne une limite basse de la période de ce réseau. Pour $\lambda = 442$ nm elle se situe à 302 nm. Il ne doit pas non plus y avoir d'ordres + et - 2 ; pour cela, une limite haute peut être fixée pour la période de G1 : elle est de 605 nm. Un autre point est important pour pouvoir bénéficier de la réflexion totale à l'interface SiO₂/air et faire l'économie d'une couche d'aluminium synonyme d'absorption ; l'angle par rapport à la normale doit donc être au minimum de 43,2°. Cette condition restreint la limite haute pour la période de G1, elle devient ainsi égale à 440 nm. Pour résumer, la période Λ_1 du réseau G1 doit être située dans l'intervalle $302\text{ nm} < \Lambda_1 < 440\text{ nm}$.

La période Λ_2 du réseau G2 dépend quant à elle de la période du réseau à inscrire. Si l'on appelle p la période de l'interférogramme et θ le demi-angle entre les faisceaux, p vérifie la relation $p = \lambda / (2 \times \sin \theta)$. D'après la relation précédente, l'angle que fait l'ordre -1 par rapport à la normale au réseau est aussi θ . Le réseau G2 étant éclairé par les ordres + et -1 générés par G1, leur angle d'incidence dépend donc de Λ_1 . Il en ressort que la période Λ_2 de G2 ne peut pas être quelconque et est fonction de Λ_1 et p . Cette relation est donnée par l'équation 3-1.

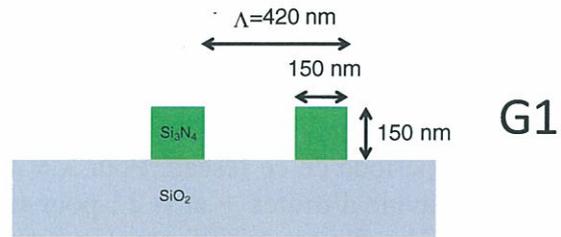
$$\frac{1}{p} = 2 \left(\frac{1}{\Lambda_2} - \frac{1}{\Lambda_1} \right) \quad \text{Équation 3-1}$$

L'équation 3-1 montre que la période de l'interférogramme n'est pas liée à la longueur d'onde d'exposition et que n'importe quelle période peut être écrite en choisissant les périodes Λ_1 et Λ_2 appropriées. Les petites périodes restent cependant à proscrire compte tenu que Λ_2 est toujours plus petit que p .

L'avantage de situer les réseaux de part et d'autre du substrat est certain, l'efficacité est plus grande, et se situe par exemple à près de 80%. Cette valeur est obtenue en modélisant des réseaux dont les plots sont en Si₃N₄, en prenant pour G1 un ordre zéro minimum et pour G2 un ordre -1 transmis maximum, elle correspond au produit de l'efficacité de l'ordre +1 transmis par G1 noté S1 par celle transmise par G2 dans l'ordre -1 noté S-1 ; le tout multiplié par deux. Les paramètres optimums des réseaux G1 et G2 ainsi que les efficacités sont visibles dans la Figure 3-9.

Le masque de phase (MP) pour l'écriture des grandes périodes

S1-Grating 1		
period	420 nm	
incident angle	0°	
Si3N4 layer thickness	150nm	
Si3N4 cell length	150nm	
Order	angle	efficiency
C0	0°	0,06%
S-/ +1	45,831°	49,10%
S0	0°	0,01%



S1-Grating 2		
period	380 nm	
incident angle	45,831°	
Si3N4 layer thickness	210 nm	
Si3N4 cell length	115 nm	
Order	angle	efficiency
C-2	-60,262°	0,06%
C-1	-4,33°	6,50%
C0	45,831°	7,90%
S-1	-6,3529°	81,09%

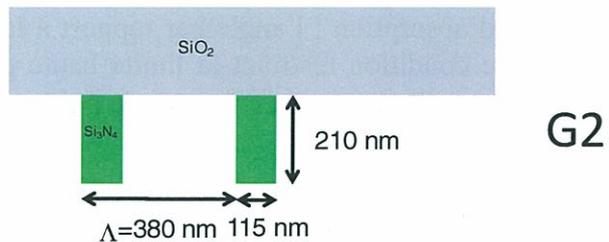
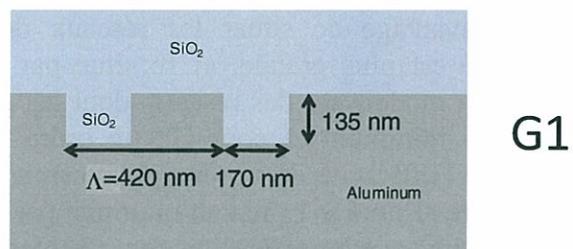


Figure 3-9: Paramètres et schéma des réseaux G1 et G2 constituant un masque de phase monolithique avec les réseaux situés de part et d'autre du substrat. Haut: G1. Bas: G2.

Cette technique comporte néanmoins un inconvénient majeur: les lignes des réseaux G1 et G2 doivent être strictement parallèles et leurs alignements au moment des phases d'écriture est très difficile surtout si la largeur du masque est grande. C'est pour cette raison que la deuxième solution consistant à placer les réseaux du même côté est envisagée. L'inconvénient est que l'efficacité est moindre car un des réseaux devra fonctionner en réflexion, et donc devra être métallisé (ce qui signifie des pertes par absorption) afin d'augmenter son efficacité. La structure optimale décrite dans la Figure 3-10 montre néanmoins qu'il est possible d'atteindre une efficacité 73%.

S2-Grating 1		
period	420 nm	
incident angle	0°	
SiO2 layer thickness	135 nm	
SiO2 cell length	170 nm	
Order	angle	efficiency
C0	0°	0,02%
C-/ +1	45,831°	41,67%
S0	0°	0,00%



S2-Grating 2		
period	380 nm	
incident angle	45,831°	
Si3N4 layer thickness	210 nm	
Si3N4 cell length	105 nm	
Order	angle	efficiency
C-2	-60,262°	2,92%
C-1	-4,33°	5,08%
C0	45,831°	1,21%
S-1	-6,3529°	87,85%

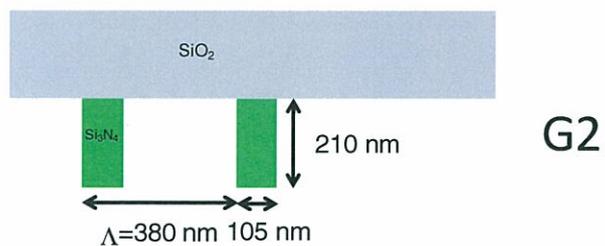


Figure 3-10: Paramètres et schéma des réseaux G1 et G2 constituant un masque de phase monolithique avec les réseaux situés sur la même face du substrat. Haut: G1. Bas: G2.

Un prototype a été réalisé au laboratoire avec des lignes de réseau en résine et basé sur cette dernière configuration en vue de vérifier la fonctionnalité de cette approche.

3.2.2.3. Démonstration de fonctionnalité

Le masque servant à démontrer la faisabilité et la fonctionnalité du concept de masque à 3 réseaux coplanaires a été fabriqué au laboratoire. Le principe consiste à placer les réseaux du même côté d'un substrat en SiO_2 de 5 mm d'épaisseur. Les réseaux sont placés sur la partie supérieure du substrat, les réseaux G2 seront donc à métalliser pour augmenter leur efficacité. Le principe de fonctionnement est identique et la relation donnée par l'équation 3-2 est toujours valable. Le schéma du masque est donné par la Figure 3-11.

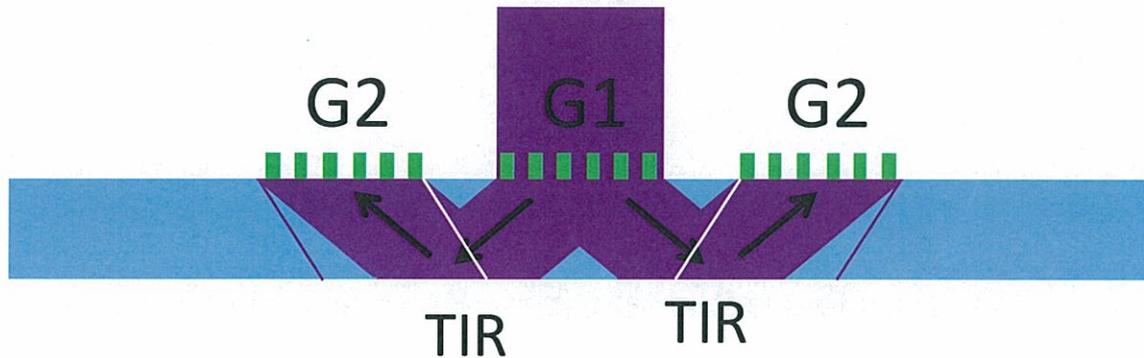


Figure 3-11: Schéma de principe du prototype réalisé.

La période des réseaux a été choisie comme étant égale à 431 et 389 nm pour G1 et G2 respectivement, pour écrire un réseau de période $2 \mu\text{m}$. La différence entre les deux périodes étant faible, les réseaux ont été fabriqués par exposition holographique (interféromètre de Mach-Zehnder utilisant un laser He-Cd à $\lambda=442 \text{ nm}$) en changeant l'inclinaison des miroirs pour écrire les périodes désirées. L'utilisation d'un masque adéquat a été rendue nécessaire pour la fabrication, car pour garantir le parallélisme entre les lignes il était indispensable de ne pas enlever le masque du porte substrat entre deux expositions. Enfin les réseaux G2 sont recouverts par de l'aluminium ; une photo d'un des prototypes est visible dans la Figure 3-12. Les astuces photolithographiques sont le fait du Dr. S. Tonchev, Institut de Physique du Solide de Sofia, CDD au Laboratoire H. Curien.

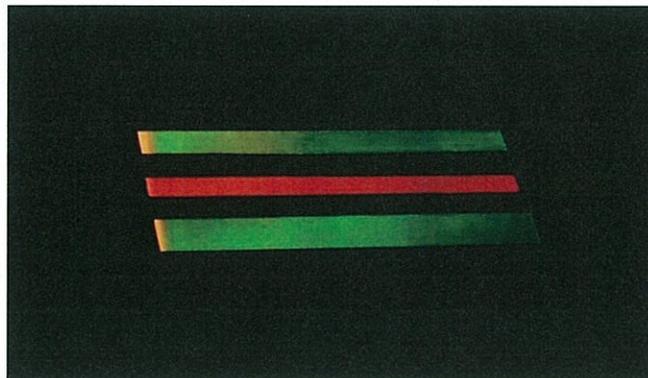


Figure 3-12: Photo du masque après développement de la résine et dépôt de la couche d'aluminium.

L'épaisseur de la résine a été choisie pour correspondre à des maxima d'efficacité pour tous les ordres de diffraction impliqués. L'épaisseur trouvée est de 260 nm, ce qui peut être atteint par un dépôt par *spin coating*. Le rapport ligne/espace des réseaux G1 et

G2 est considéré comme étant égal à 1, car écrit par holographie. La modélisation donne une efficacité globale pour ce masque de 20% ; c'est-à-dire 10% de la puissance incidente ressortant dans les ordres -1 en transmission.

Des essais ont été réalisés en insolation statique afin d'affiner les paramètres d'écriture (notamment le temps d'exposition) et le masque a ensuite été implémenté sur le banc d'écriture au vol. Des pistes de réseaux de période 2 μm et longues de 7 cm ont pu être écrites comme le montre la Figure 3-13.

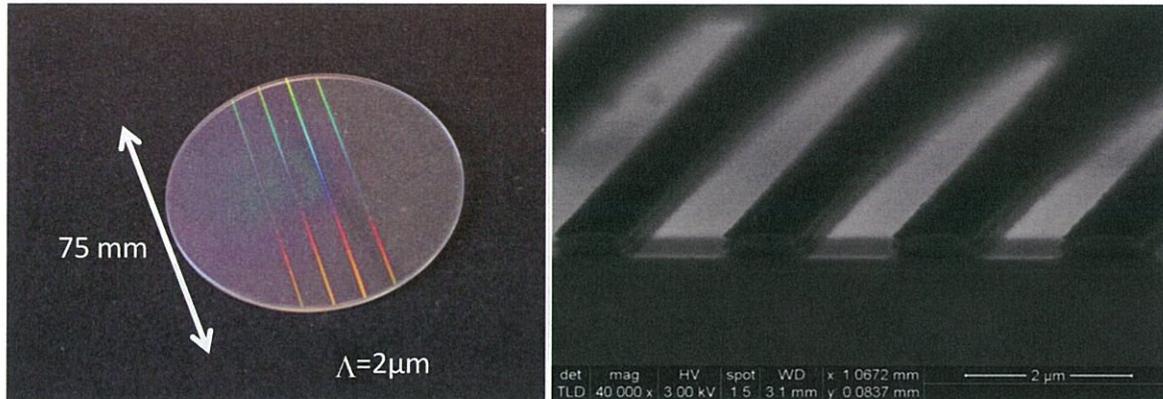


Figure 3-13: Gauche: photo de pistes de réseaux de diffraction de période 2 μm écrites au vol avec le masque à 3 réseaux. Droite: image MEB d'un réseau écrit au vol grossie 40 000 fois.

Le principe du masque de phase trois réseaux coplanaire, ainsi que son implémentation sur le banc d'écriture au vol ont été démontrés avec succès, comme le montrent les images de la Figure 3-13. Ces résultats ont été publiés [55] et présentés à l'occasion de conférences [56]. Le travail suivant a consisté à améliorer l'efficacité du masque en choisissant de structurer les réseaux dans une couche haute indice, et en utilisant une machine *e-beam* pour affiner les paramètres de ces derniers. Ces travaux font l'objet du chapitre 4 de ce manuscrit.

3.3 Optimisation pour l'écriture des petites périodes.

La section 1.2 du présent manuscrit a été consacrée à l'extension du domaine des périodes inscriptibles par masque de phase du côté des grandes périodes. La présente section sera consacrée à l'extension du côté des petites périodes. Pour l'écriture de réseau de diffraction de petites périodes la solution la plus judicieuse consiste à éclairer un masque de phase en incidence normale. Dans ces conditions, et d'après l'équation des réseaux, trois ordres de diffraction sont générés : les ordres 0 et + et - 1. Si l'ordre zéro a une intensité nulle, l'interférogramme est alors généré par le recouvrement des seuls ordres + et - 1. Dans ce cas la période de l'interférogramme est égale à la moitié de celle du masque de phase, comme présenté dans le paragraphe 2.3 du chapitre 2.

3.3.1. Annulation de l'ordre zéro

La solution pour annuler l'ordre zéro ou, du moins, faire tendre son intensité vers zéro, consiste à trouver les bons paramètres de la structure du masque de phase. Les paramètres géométriques sur lesquels il est possible de jouer sont la largeur des plots du réseau et leur profondeur. Les valeurs de ces derniers doivent être optimisées afin que les

modes guidés dans les plots, les modes TE_0 et TE_2 , se retrouvent déphasés de π en sortie. Cette condition est trouvée en faisant une analogie du masque haut indice avec un interféromètre de Mach-Zehnder, les modes TE_0 et TE_2 représentant deux bras différents. Une description exhaustive et complète peut être trouvée dans la référence [52] des auteurs du laboratoire. Il a été aussi démontré dans cette même référence qu'il n'était pas possible d'obtenir une annulation de l'ordre zéro quand la période du masque de phase est légèrement supérieur à celle de la longueur d'onde d'exposition avec un masque de phase monolithique. La seule solution pour arriver à obtenir une extinction notable est d'utiliser un matériau haut-indice pour fabriquer la structuration. La Figure 3-14 représente la différence entre un masque de phase monolithique et haut-indice. La différence d'indice sera ainsi suffisamment élevée pour arriver à déphaser correctement les modes.

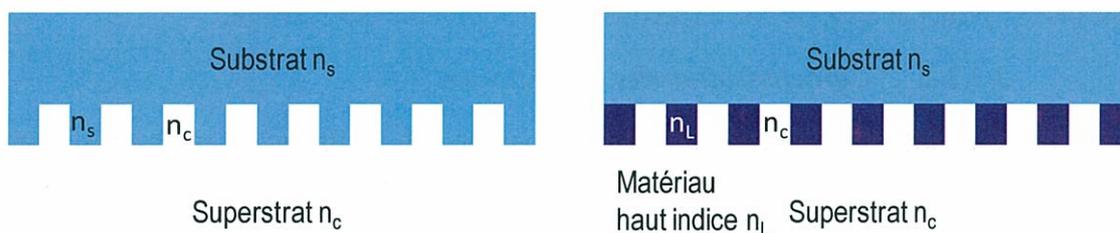


Figure 3-14: Schéma montrant la différence entre un masque de phase monolithique à gauche et masque de phase haut-indice à droite.

Dans l'objectif d'écrire des petites périodes, il est donc nécessaire de travailler avec des longueurs d'onde plus petites. La plus basse actuellement utilisée en lithographie est celle à $\lambda = 193$ nm d'un laser ArF. Le problème est qu'à cette longueur d'onde il y a un déficit de matériau transparent. Les quelques-uns qui existent ne sont soit pas disponibles sous forme de couches minces, soit n'ont pas un indice de réfraction suffisamment élevé pour parvenir à la condition sur le déphasage. C'est pour cette raison qu'une technique d'écriture de réseau à cette longueur d'onde consiste à faire interférer les ordres -2 générés par un système composé de deux masques de phase [32] [33].

L'utilisation d'un masque de phase monolithique sera possible quand des matériaux répondant aux critères cités précédemment seront disponibles. C'est dans cette optique qu'il a été décidé d'explorer un nouveau matériau : le LuAG.

3.3.2. Intérêt pour le LuAG

Récemment un nouveau matériau de synthèse, produit par la société allemande Schott, a fait son apparition sur le marché de l'optique : le LuAG. Ce matériau a été conçu pour être utilisé dans les *steppers* à la longueur d'onde 193 nm. Il a des pertes d'absorption très faibles à cette longueur d'onde et un indice de réfraction supérieur à 2. Ces caractéristiques nous ont conduit à nous intéresser à ce matériau qui se révèle être le passage obligé pour réaliser un masque de phase à 193 nm avec suppression de l'ordre 0. Un réseau de période 200 nm, éclairé sous incidence normale à la longueur d'onde 193 nm génère un interférogramme de période 100 nm. Si un liquide d'immersion est placé entre le masque et le substrat, la période du masque de phase peut être abaissée jusqu'à 140 nm et ainsi atteindre le *node* des 45 nm, voire celui des 32 nm si l'on optimise le liquide d'immersion.

3.3.2.1. Présentation

Le LuAG est un acronyme pour *Lutécium Aluminum Garnet* ou grenat d'aluminium et de lutécium ($\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$). Il est fabriqué artificiellement, par la technique du tirage [57]. Un financement a été obtenu par notre équipe de la part du laboratoire pour l'achat de trois substrats de LuAG massif auprès de la société Schott. Un projet a été monté avec deux autres équipes de recherche française en vue de fabriquer un premier prototype de masque de phase pour écrire des réseaux à $\lambda = 193 \text{ nm}$. Il s'agit du laboratoire IS2M (Institut de Science des Matériaux de Mulhouse), qui possède un laser ArF mais aussi un savoir-faire dans la lithographie à 193 nm, et du LPN (Laboratoire de Photonique et de Nanostructures) qui apporte ses compétences dans le domaine de la fabrication (écriture *e-beam*, gravure et caractérisation). Le laboratoire Hubert Curien centralise le projet et apporte son expertise dans le domaine des réseaux.

3.3.2.2. Caractérisation des échantillons.

Les échantillons ont été reçus brut de la part de Schott, ils ont été polis en Bulgarie par l'intermédiaire de notre collègue S. Tonchev. Les échantillons ont ensuite été envoyés à l'IS2M pour la mesure de leur transmission. La Figure 3-15 est une courbe représentant le pourcentage de la puissance lumineuse transmise en fonction de la longueur d'onde.

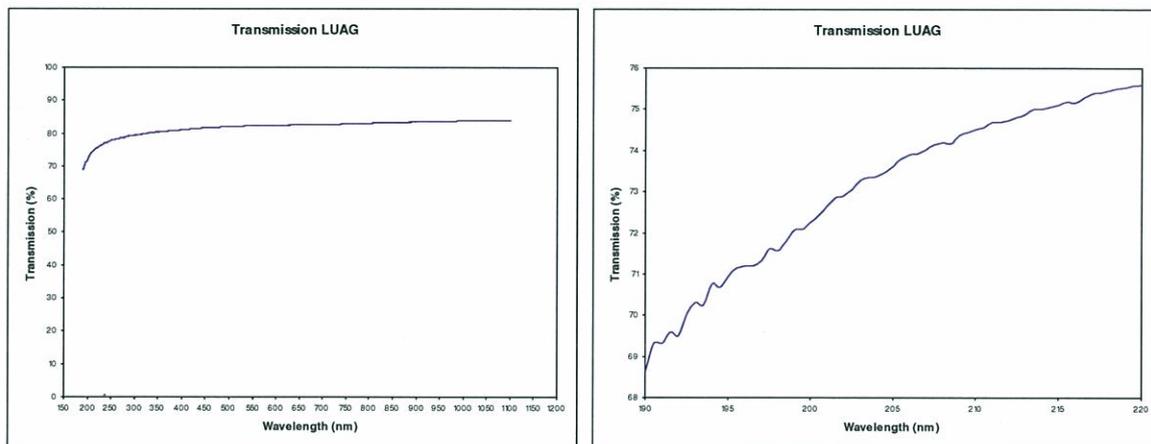


Figure 3-15: Evolution de la puissance transmise (en %) en fonction de la longueur d'onde. Gauche : sur une grande plage de longueur d'onde. Droite : zoom sur l'intervalle spectral autour de 193 nm.

Une seconde mesure a été réalisée avec le laser ArF, pour obtenir l'absorption pour la longueur d'onde à laquelle le masque sera utilisé. Les résultats des mesures sont présentés dans le Tableau 2.

Puissances	en mW		en %
	Incident	Transmis	
Incidente	2,8	+/- 0,1	100
Réfléchie	2,1	+/- 0,1	21
Transmise	0,6	+/- 0,1	75

Tableau 2: Résultats des mesures de transmission et d'absorption du LuAG à $\lambda=193 \text{ nm}$.

Les mesures réalisées à $\lambda = 193 \text{ nm}$ montrent que 4% de la puissance incidente a été absorbée en traversant l'échantillon. L'épaisseur de l'échantillon ayant été mesurée et

égale à 1.69 mm, on trouve le coefficient d'absorption linéique ainsi que la partie imaginaire de l'indice de réfraction.

$$\alpha = \frac{-\log \frac{I}{I_0}}{e} = \frac{-\log \frac{2,1}{2,2}}{0,169} = 0,119 \text{ cm}^{-1}$$

La valeur expérimentale donne un coefficient d'absorption égale à 0,119 cm⁻¹ très proche de la valeur donnée par le fabricant qui est de 0,113. Ce coefficient permet de remonter à la valeur de l'indice de réfraction imaginaire grâce à la relation :

$$k = \frac{\lambda \alpha}{4\pi} = \frac{193 \times 10^{-7} \times 0,119}{4\pi} = 1,83 \times 10^{-7}$$

La valeur de l'indice de réfraction imaginaire calculée expérimentalement est très faible et confirme la transparence de ce matériau à cette longueur d'onde. Cette valeur étant suffisamment faible, elle sera négligée par la suite dans la modélisation de la structure.

3.3.2.3. Modélisation des paramètres du masque

La période du masque de phase est choisie à 300 nm pour pouvoir être utilisé sans liquide d'immersion (une période de 200 nm diffracterait dans l'air les ordres + et -1 sous un angle trop grand à 193 nm de longueur d'onde). Cette période permet de générer les ordres + et - 1 dans l'air, le réseau inscrit aura donc une période de 150 nm soit très proche du *node* des 70 nm. Cette période est aussi suffisamment large pour être fabriquée sans difficulté.

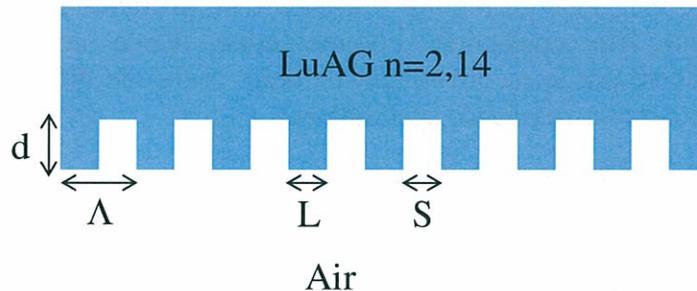


Figure 3-16: Représentation schématique de la structure du masque de phase en LuAG avec corrugation réalisée dans la masse.

On utilise ici le code décrit dans le paragraphe 3.1.3 et la partie optimisation en particulier qui permet de trouver les paramètres d, L et S (pour profondeur, largeur de ligne et espace) du masque repérables sur la Figure 3-16. Ces paramètres et les résultats sont résumés dans le Tableau 3 ci-dessous :

Période du réseau	300 nm
longueur d'onde d'exposition	193 nm
indice de réfraction du LuAG @ 193nm	2,14
indice de réfraction de l'air @ 193 nm	1,0003
hauteur des plots	97 nm
largeur des plots	105 nm
largeur de l'espace entre les plots	195 nm
polarisation du faisceau incident	TE
angle d'incidence	0°

Tableau 3: Résumé des caractéristiques du masque de phase en LuAG.

La modélisation donne les valeurs de la profondeur de gravure et du rapport ligne/espace permettant la propagation d'un ordre zéro le plus faible associé avec des ordres +/- 1 les plus élevés. Le Tableau 4, récapitule les valeurs de l'intensité lumineuse théorique obtenue avec les paramètres de modélisation.

ordre	Efficacité en %
0	0,005
+ / - 1	20

Tableau 4: Efficacités théoriques des ordres de diffraction en utilisant les paramètres optimums fournis par la modélisation.

Le LuAG permet donc de réduire l'efficacité de diffraction de l'ordre zéro à un point où elle peut être considérée comme nulle. Cette condition garantit un interférogramme généré par le recouvrement de deux ordres de diffraction, et donc une répartition d'intensité mono-fréquence spatialement.

3.3.2.4. Réalisation : lithographie, gravure

Des essais de gravure sur les substrats en LuAG massifs ont été menés dans le cadre d'un séjour au LPN. Le LPN dispose d'une centrale de technologie faisant partie du réseau RENATECH, disposant de tous les équipements nécessaires à la fabrication des masques de phase: lithographie *e-beam*, dépôt de couches minces pouvant servir de masque. Il y a également de nombreux bâtis de gravure permettant d'explorer différentes techniques (IBE, RIE, ICP) ainsi que des outils de caractérisation adéquats (MEB, AFM). Cette partie résume les essais qui y ont été réalisés.

La principale difficulté avec le LuAG est sa dureté qui nécessite soit que le masque utilisé pour le graver soit suffisamment épais s'il est en résine, soit qu'il soit fabriqué dans une couche plus mince mais dans un matériau plus résistant à la gravure, de type métal ou diélectrique. Deux types de structures ont été écrits lors de ces essais : des traits de largeur 1 μm , suffisamment larges pour s'affranchir de problèmes liées à la fabrication de nanostructures et ainsi vérifier la gravabilité, et un réseau de période 300 nm avec les spécifications requises. Les seuls trois *process* ayant donné des résultats concluants sont présentés dans la Figure 3-17.

Technique utilisée: **IBE (ions Argon)**, 6 minutes Substrat: LuAG

Masque utilisé: Titane, épaisseur: 110 nm obtenu par *lift off*

Résultats sur les traits 1 μm

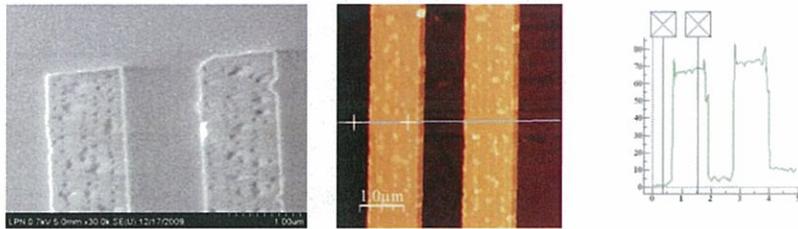


Image MEB, Scan AFM et profil, la profondeur de gravure est de 67 nm

Résultats sur le réseau de 300 nm

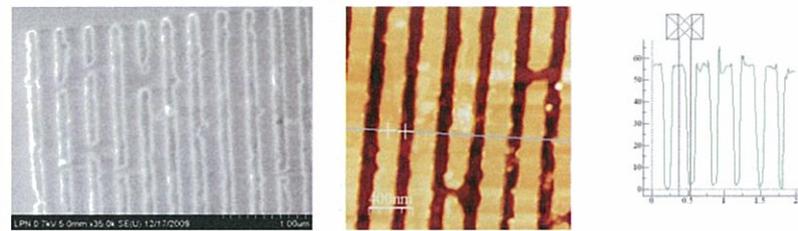
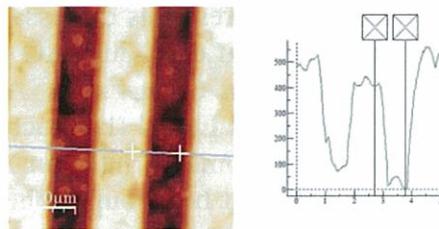


Image MEB, Scan AFM et profil, la profondeur de gravure est de 55 nm

Technique utilisée: **RIE-CCP (SiCl_4)**, 8 minutes. Substrat: YAG

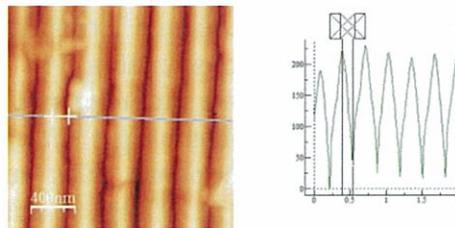
Masque utilisé: Si_3N_4 , épaisseur: 300 nm PECVD, supprimé par IBE

Résultats sur les traits 1 μm



Scan AFM et profil, la profondeur de gravure est de 406 nm

Résultats sur le réseau de 300 nm



Scan AFM et profil, la profondeur de gravure est de 180 nm

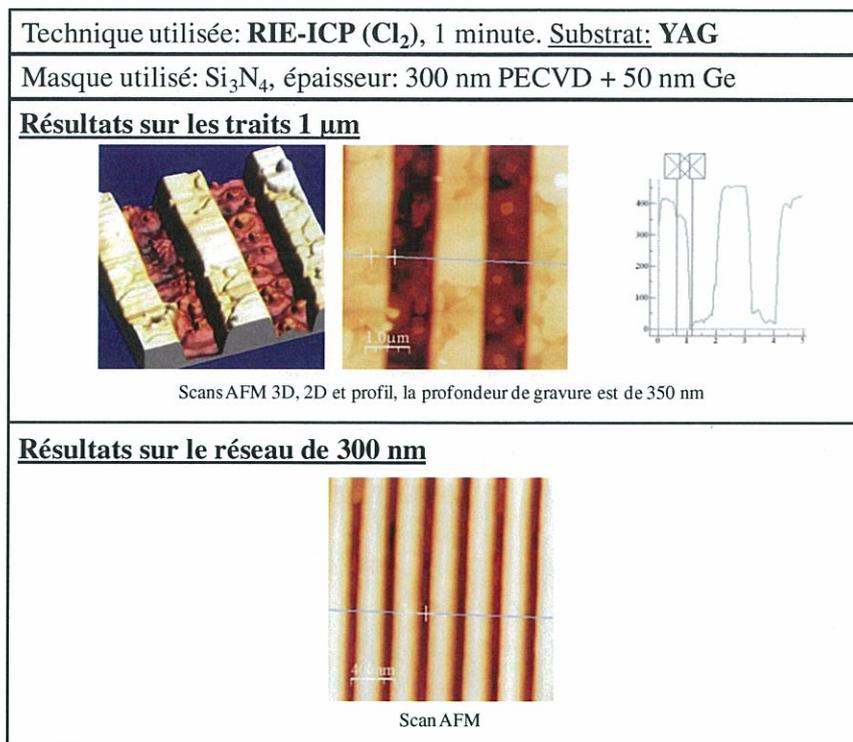


Figure 3-17: Résultats des essais de gravure du LuAG classés en fonction de la technique utilisée : IBE, RIE-CCP (SiCl₄) et RIE ICP (Cl₂).

La figure Figure 3-17 présente les résultats des essais de gravure sur des substrats en LuAG réalisés par la technique IBE ou dans du YAG en utilisant la technique RIE-CCP et ICP. Le YAG (*Yttrium Aluminum Garnet* : Y₃³⁺Al₅³⁺O₁₂²⁻) étant un grenat aux propriétés chimiques similaires à celles du LuAG (la structure cristalline est la même, un atome d'yttrium prenant la place d'un atome de lutécium), avec un avantage certain au niveau du prix des substrats, le YAG étant beaucoup moins onéreux que le LuAG. Il est donc pensable de développer les procédés RIE sur un substrat YAG et de transférer ensuite la technique sur du LuAG.

En conclusion : la gravure IBE semble graver 11,1 nm de LuAG par minute et 12,66 nm de Titane par minute. Pour obtenir une profondeur de 100 nm il faudra graver pendant 9 minutes ce qui, en théorie, consommera 114 nm de Ti. Ceci demande un masque épais (~200 nm) ce qui est difficile à obtenir par *lift-off* sur cette géométrie de traits. Un problème des masques épais obtenus par *lift-off* est visible sur le réseau de période 300 nm : il présente des discontinuités dues aux collerettes (le titane reste accroché sur les flancs en résine) durant le *lift-off*. L'utilisation de cette méthode qui permet en principe des flancs droits et une faible rugosité passera par une amélioration de la fabrication du masque en titane.

Les gravures utilisant le procédé RIE-CCP gravent elles aussi le YAG, et donc graveront le LuAG. Quand le procédé ICP est utilisé, le temps de gravure s'en retrouve particulièrement réduit. Ces techniques permettent l'utilisation de masques en Si₃N₄ pour la gravure. Les procédés de fabrication de ces masques sont relativement bien maîtrisés et il est possible de fabriquer des masques très épais (300 nm). Le problème qui est apparu durant ces essais fut comment supprimer les masques de nitrure après gravure. Les procédés de gravure chimique supprimant le Si₃N₄ semblent eux aussi attaquer le YAG. La solution trouvée fut celle d'éliminer le masque par IBE. Un autre problème est visible sur les images AFM, qui confirment la présence de grains dans les sillons après les

procédés RIE. Il est fort possible que ces rugosités soient le produit d'une réaction chimique durant la RIE. Pratiquer une IBE en fin de *process* pourrait permettre d'atténuer ce phénomène mais il faudra penser à une solution pour éviter que ces agrégats ne se forment et restent au fond des sillons.

3.4 Conclusion

En conclusion de ce chapitre, des solutions ont été trouvées pour dépasser les limites du domaine de périodes inscriptibles par masque de phase vers les faibles fréquences spatiales (périodes supérieures à 650 nm). Le premier prototype du masque trois réseaux nous a donné satisfaction, et il a été décidé de poursuivre dans cette direction en fabriquant un masque avec des plots en Si_3N_4 de plus fort indice et dont les dimensions ont été optimisées. Le prochain chapitre sera consacré à ce masque.

Concernant les petites périodes, l'utilisation d'un masque de phase monolithique utilisé en incidence normale à la longueur d'onde $\lambda=193$ nm semble difficilement réalisable aujourd'hui, mais des perspectives prometteuses existent. Il est néanmoins possible de vérifier le concept en choisissant une longueur d'onde d'exposition plus grande où il existe des matériaux haut-indice et nanostructurables en attendant de pouvoir disposer du LuAG. A noter que nous avons démarré en parallèle, en coopération avec l'Université de Leipzig, une évaluation de couches de LuAG déposé par PLD (*Pulsed Laser Deposition*) sur des substrats de SiO_2 . Les résultats obtenus sur des couches uniformes sont plutôt encourageants : le « k » de l'indice de réfraction complexe à 193 nm est de 0.06, ce qui entretient l'espoir qu'un masque de phase puisse être fabriqué par lift-off.

Chapitre 4: Vers les grandes dimensions

Ce chapitre va s'attacher, après avoir décrit le banc d'écriture au vol, au processus qui a permis au banc d'écriture au vol de passer de l'écriture de piste de réseaux à des réseaux de grande largeur. Ce chapitre contient la description des éléments du banc, la description de la fabrication d'un masque de phase suffisamment grand, de la méthode d'expansion du faisceau et enfin de l'écriture.

4.1 Etat de l'art du banc d'écriture au vol

4.1.1. Description du banc

Ce paragraphe décrit les différents éléments qui composent le banc d'écriture au vol allant de la source au banc lui-même, en passant par les éléments optiques utilisés permettant le contrôle et la mise en forme temporelle du faisceau.

4.1.1.1. Source laser

La source lumineuse utilisée sur le banc d'insolation est un laser He-Cd de marque Kimmon (montré en Figure 4-1) émettant à la longueur d'onde 441.6 nm. La puissance lumineuse en sortie de laser est de 180 mW et reste stable à +/- 2 % sur une durée de 4 heures. Une puissance lumineuse élevée et stable garantit un temps d'insolation plus court de la résine et permet par conséquent une vitesse d'écriture plus grande.



Figure 4-1: Photo du laser He-Cd Kimmon utilisé.

4.1.1.2. Modulateur électro-optique

Lors de l'écriture au vol, les traits de réseau étant perpendiculaires à la direction de déplacement du banc, il est donc indispensable de moduler l'intensité du faisceau en insolvant la résine périodiquement dans le temps, afin d'éviter une insolation continue. La solution choisie est l'utilisation d'un modulateur électro-optique qui permet d'atténuer fortement le faisceau entrant d'un facteur 250. La fréquence de modulation est aussi très importante car elle doit pouvoir suivre la fréquence imposée par la vitesse de déplacement; avec le modèle choisi (Figure 4-2) elle peut atteindre 2 MHz.

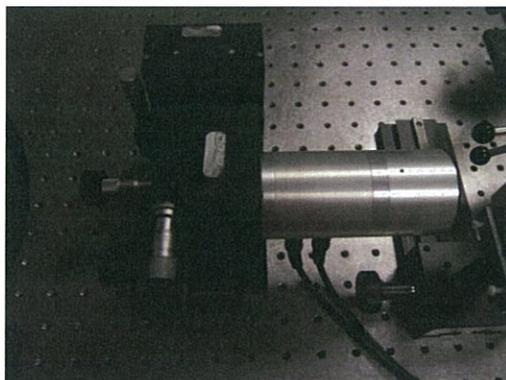


Figure 4-2: Modulateur électro-optique utilisé monté sur un support 3 axes.

Le modulateur est en fait un cristal de KDP (*Potassium Dihydrogen Phosphate*) entouré de deux électrodes; le champ électrique produit par l'application d'une tension aux bornes de ces dernières provoque un changement de polarisation par effet Pockels. Il convient particulièrement bien à notre application, le faisceau entrant étant polarisé linéairement, et le système de contrôle du déplacement générant un signal électrique périodique qu'il suffira d'amplifier pour piloter en temps réel le modulateur.

4.1.1.3. Transport du faisceau

Le banc et le modulateur électro-optique se trouvent sur une table optique indépendante du banc de manière à ce que les vibrations créées par le système de refroidissement du laser (ventilateur générant une perturbation périodique de fréquence 40 Hz) ne se transmettent pas au banc. La solution retenue pour le transport du faisceau est l'utilisation d'une fibre optique qui a l'avantage de ne pas nécessiter de réglage une fois que le faisceau est parfaitement aligné à l'entrée et permet de façon très souple de modifier la place de la source en fonction de la configuration du banc en déplaçant simplement la sortie de fibre.

Le système utilisé est une fibre optique monomode à $\lambda=442$ nm de la société allemande Schäfter+Kirchhoff à maintien de polarisation de type « panda » à laquelle est intégré un système de couplage. Le couplage se fait grâce à un connecteur FC-APC d'ouverture numérique $NA = 0.16$ avec une distance focale de 8 mm. La fibre en elle-même mesure 7 m de long et est reliée au système de couplage et découplage par des connecteurs FC-APC inclinés de 8° pour supprimer les réflexions dans le cœur de fibre qui pourraient perturber le fonctionnement laser par « *self-mixing* ».

Le cœur de la fibre ayant un diamètre de $3 \mu\text{m}$, la fibre sert aussi de système de filtrage spatial pour le faisceau. Ce système est globalement satisfaisant car il permet de changer la position de la source lumineuse sur le banc en fonction de l'utilisation.

L'inconvénient majeur est quand-même la perte de puissance générée par ce système. En effet, globalement, la puissance lumineuse récupérée en sortie est d'environ 66 % de la puissance incidente. Les pertes sont dues aux réflexions, même si celles-ci sont minimisées par des couches anti-réfléchissantes sur les optiques, mais aussi à la diffusion Rayleigh.

4.1.1.4. Capteur de déplacement

La position du banc ou, du moins, son déplacement relatif, doit être contrôlée avec précision lors de l'écriture au vol afin de synchroniser la modulation d'intensité du faisceau sur le déplacement du banc. La couche de résine photosensible doit être insolée de façon périodique, le temps d'insolation dépendant de la vitesse de translation, de la largeur de la fente déposée sur le masque utilisée pour délimiter clairement le faisceau incident et du rapport cyclique variable. Le système retenu est celui de la lecture du déplacement grâce à un capteur interférométrique développé au laboratoire [49] se déplaçant sur une règle optique. La règle est un réseau de diffraction de période $1 \mu\text{m}$ inscrit dans une barre d'acier trempé. Les règles utilisées seront considérées comme parfaites (la période est constante sur toute leur longueur).

La tête de lecture intègre une diode laser rouge qui éclaire un réseau transparent de période 500 nm en incidence normale. Le faisceau éclaire le réseau métallique de la règle de période $1 \mu\text{m}$ qui génère deux ordres en réflexions qui sont recombinaés par le réseau de la tête. Le déphasage entre les deux faisceaux est mesuré à l'aide de photodiodes intégrées dans la tête qui livrent un signal sinusoïdal de période 500 nm . Le principe est montré schématiquement sur la Figure 4-3.

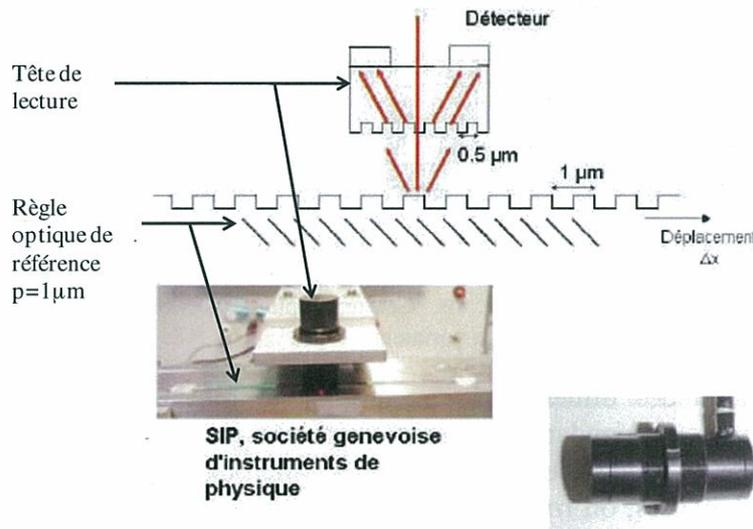


Figure 4-3: haut: schéma du principe de lecture de la règle. Bas : photos de la règle et de la tête.

Le signal est découpé électroniquement et interpolé de façon à mesurer des déplacements nanométriques. Un boîtier permet aussi de multiplier ou diviser électroniquement la fréquence du signal renvoyée par le capteur de déplacement. Cette option permet d'envoyer un signal électrique périodique correspondant à un déplacement relatif du banc de 250 nm si la fréquence est multipliée par deux, 500 nm si le boîtier n'est pas utilisé (on utilise alors directement le signal renvoyé) ou des multiples de deux pour écrire des périodes de $1 \mu\text{m}$, $2 \mu\text{m}$...

A noter qu'un autre boîtier permet de modifier électroniquement le rapport cyclique et d'insoler la résine toujours de façon périodique, mais en ajustant la dose.

4.1.1.5. Le banc d'écriture

Le banc utilisé pour l'écriture au vol est un charriot qui se déplace en translation sur deux rails strictement parallèles. Ce banc, construit il y a une soixantaine d'années, appartenait à la société SIP (Société Genevoise d'Instrumentation) qui était basée à Genève - Suisse. Cette société était spécialisée dans la mécanique de haute précision et la métrologie dimensionnelle. Le principe d'écriture est sensiblement le même quelle que soit la stratégie employée : il s'agit de faire déplacer un substrat recouvert de résine photosensible posé sur le charriot sous un masque de phase qui, lui, reste fixe. Le déplacement du banc est réalisé par un système motorisé : le charriot se déplace sur un axe de type vis sans fin mis en rotation par un moteur asynchrone LS Unimotor alimenté et piloté par un variateur de vitesse LS Unidrive SP. Une interface réalisée grâce au logiciel *Labview* (édité par la société *National Instrument*) permet de piloter le moteur à partir d'un microordinateur relié au variateur par une liaison série RS 232. La Figure 4-4 est un ensemble de photos illustrant le moteur, le variateur et l'interface Labview.

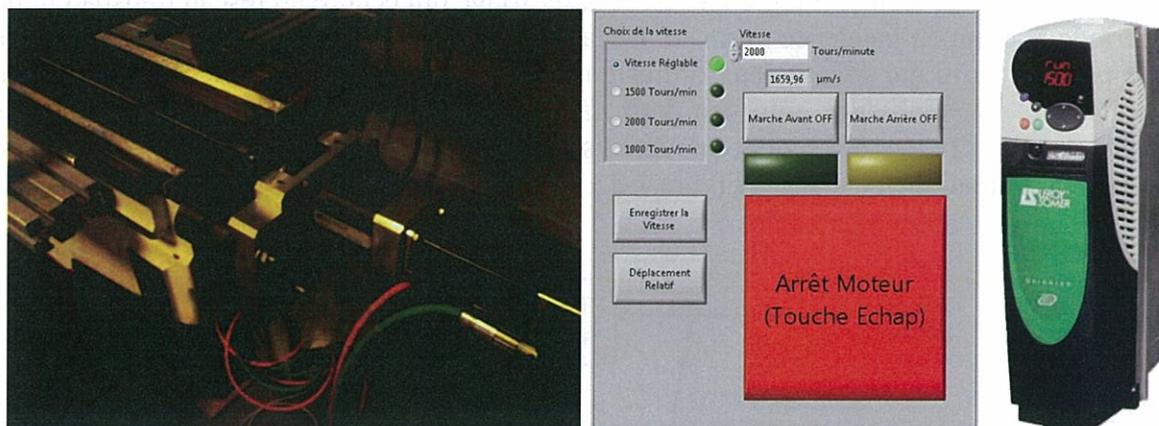


Figure 4-4: Gauche: Photo du moteur utilisé pour translater le charriot du banc d'écriture au vol. On aperçoit également le système de couplage ainsi que le début de la vis. Centre: capture d'écran de l'interface graphique. Droite: Photo du variateur.

Compte tenu des dimensions des motifs, la translation doit être parfaitement rectiligne, la tolérance dépendant évidemment de la période et de la largeur des motifs. Le lacet, le tangage ou le roulis que le banc peut produire quand il se déplace engendrant des mouvements indésirables, on fixera la limite tolérable de ces derniers à un dixième de la période à inscrire. Des mesures ont été réalisées par la société Trioptics à l'aide d'un système interférométrique de la société SIOS GmbH. La mesure est basée sur un système comprenant un laser He-Ne stabilisé qui alimente trois têtes interférométriques (Figure 4-5). L'interféromètre trois faisceaux est capable de réaliser des mesures de longueur triaxiale avec une résolution de 0,1 nm. La résolution angulaire pour le lacet et le tangage est en dessous de 0,02 arcsec. La pression atmosphérique ambiante ainsi que la température sont mesurées afin de compenser d'éventuelles variations d'indice de réfraction de l'air durant la mesure.



Figure 4-5: Mesure interférométrique des performances mécaniques du banc. Gauche: Schéma du montage. Centre: Photo prise lors des mesures dans la direction perpendiculaire au déplacement. Droite: Mesures du lacet et du tangage.

Les résultats des mesures réalisées à l'aide de l'interféromètre sont résumés dans le Tableau 5 ci-dessous. Ces résultats montrent que les spécifications du banc sont bonnes et permettent l'écriture de réseaux en translation

	Tangage	lacet	bruit mécanique
mrad	0,03	0,04	25 nm +/- 5 nm
arcsec	6	8	marche avant

Tableau 5: Caractéristiques du banc mesurées.

4.1.2. Écriture de pistes de réseaux de période 500 nm.

Comme décrit dans le dernier paragraphe du chapitre 2, le banc d'écriture au vol a permis l'écriture de réseaux de diffraction de période 500 nm, larges d'un cm et longs de 30 cm. Ce paragraphe ne va pas reparler de ce résultat mais plutôt s'attacher à décrire les réglages qui permettent d'écrire des structures nanométriques.

4.1.2.1. Réglage de la distance masque-substrat.

La distance entre le masque et le substrat n'est pas très importante dans le cas où un masque de phase binaire est utilisé car les deux ordres se recouvrent sous le masque et la période de l'interférogramme est invariante dans la direction normale au masque (i.e. z). Il demeure néanmoins utile de placer le substrat le plus près possible du masque afin d'avoir la zone de recouvrement de frange maximale, et ainsi d'optimiser le temps d'écriture. La distance masque-substrat devient par contre importante lorsqu'un masque trois réseaux est utilisé, car la zone de recouvrement des deux faisceaux générés n'est pas située directement sous le masque mais à une distance dépendant de la période à inscrire et de la distance entre les réseaux de sortie comme le montre la Figure 4-6. Connaissant ces paramètres il est possible d'estimer cette distance, mais pour obtenir la distance optimale, il est nécessaire d'effectuer des insulations statiques à différentes distances et d'observer ces dernières à l'aide d'un microscope optique pour déterminer avec précision la distance de travail.

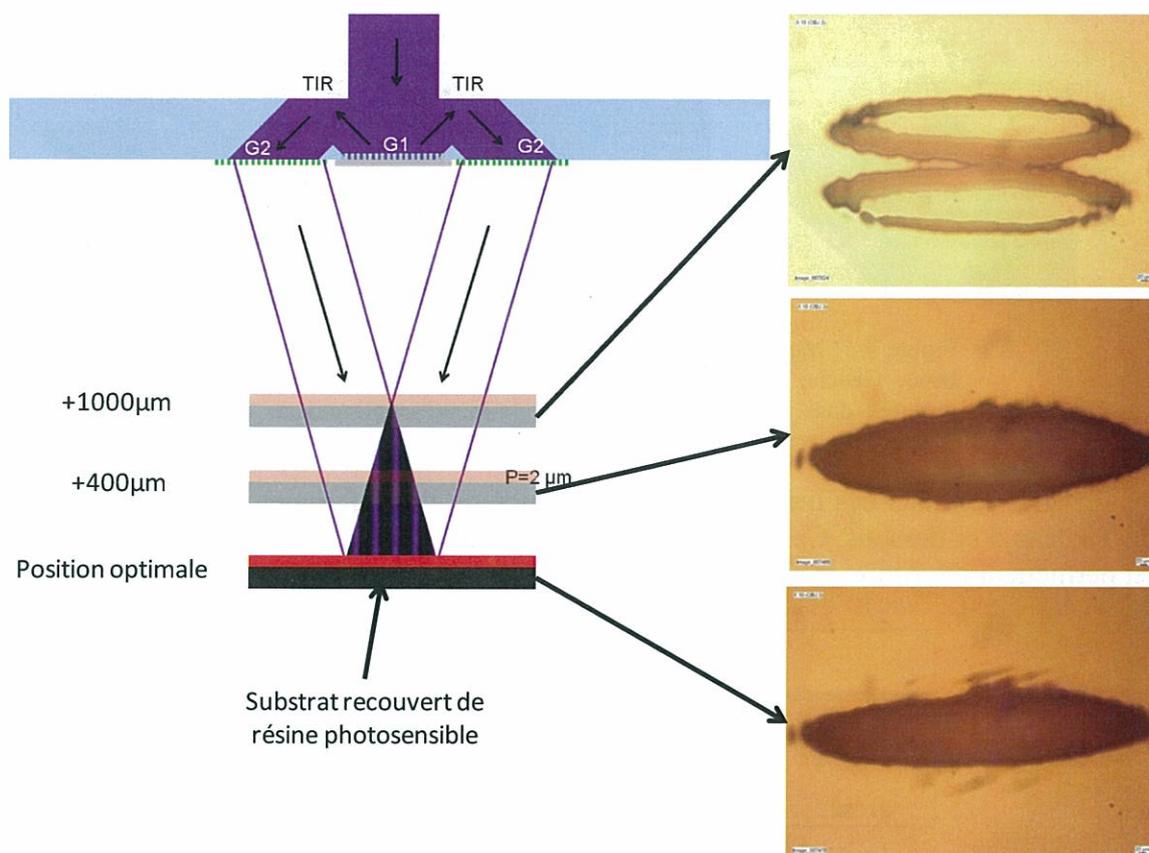


Figure 4-6: Schéma de la procédure permettant de trouver la distance optimale substrat-masque et images prises au microscope optique des réseaux insolés statiquement à ces positions. Haut: à +1000 μm de la hauteur optimale. Centre: à +400 μm de la hauteur optimale. Bas: à la hauteur optimale.

La position optimale est celle où la zone de recouvrement des franges est la plus grande et où le centre des deux faisceaux est confondu. Cette méthode est très tolérante car la zone de recouvrement des faisceaux est assez grande dans la direction z . De plus, seulement deux faisceaux étant à l'origine de la figure d'interférence, il n'y a pas comme dans le cas d'un masque de phase binaire de dépendance de la période en z . Cette position permet l'optimisation du temps d'écriture. Les substrats utilisés provenant du même fournisseur et étant standards, on considère qu'ils ont une épaisseur identique, et qu'il n'est pas nécessaire de régler la distance masque-substrat entre chaque insolation.

4.1.2.2. *Alignement du masque par rapport à la direction de déplacement*

Afin de réduire au maximum les erreurs d'alignement, l'axe de déplacement du banc doit être strictement parallèle aux lignes des réseaux dans le cas de l'écriture de longs masques de phase, ou perpendiculaire lors de l'écriture au vol. La Figure 4-7 illustre ce principe pour l'écriture de longs masques de phase.

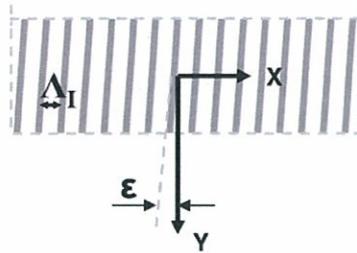


Figure 4-7: Schéma de l'alignement entre les traits de réseaux et la direction de propagation du banc. Cas de l'écriture d'un long masque de phase.

Afin de s'assurer d'une telle précision d'alignement à une échelle nanométrique, un ingénieux système a été mis au point par un étudiant allemand travaillant sur l'écriture des longs masques de phase [58]. Le principe de ce système est le suivant : deux croix d'alignement (épaisseurs des traits $10\ \mu\text{m}$ séparés de $50\ \mu\text{m}$) sont inscrites par *e-beam* en même temps que les traits du réseau. Le système de position du substrat dans une machine *e-beam* étant basé sur des interféromètres de haute précision, les lignes de réseaux et celles des croix peuvent être considérées comme parfaitement parallèles (ou perpendiculaires suivant le type de masque). Une caméra CMOS munie d'un objectif de microscope permet de visualiser les croix situées à $10\ \text{cm}$ de distance. Afin de les aligner sur le même axe, une règle de référence fixée sur le banc est déplacée sous les croix. La procédure d'alignement consiste à superposer le centre des croix sur la même valeur de la règle de référence. La Figure 4-8 présente le système d'alignement.

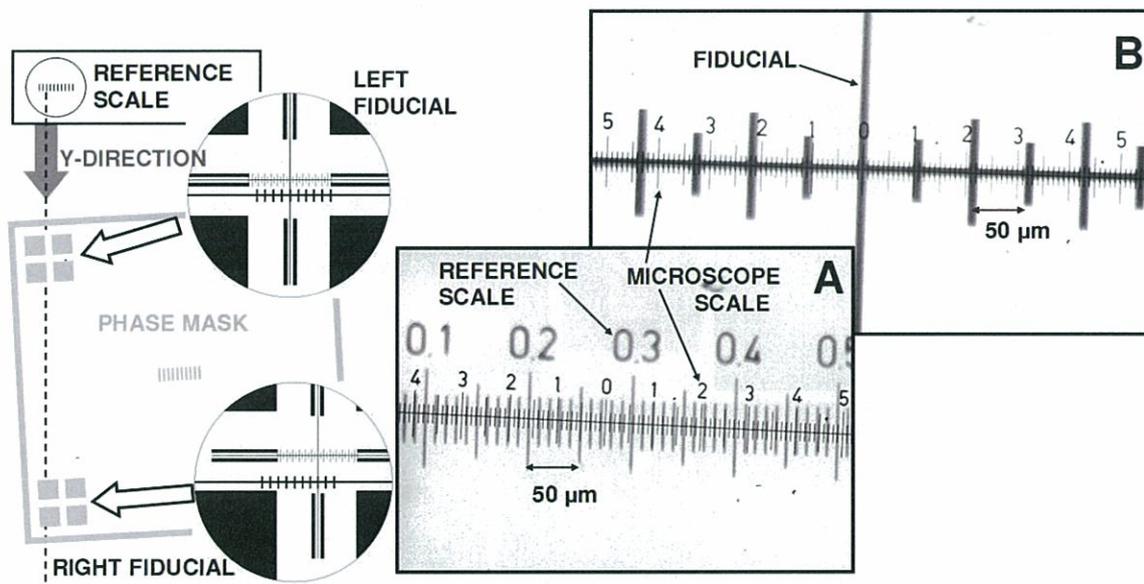


Figure 4-8: Système d'ajustement du lacet : Les croix d'alignement sont alignées sur une règle de référence fixée au banc. La sous-figure A montre une image de la règle de référence fixée au banc (distance entre deux traits = $10\ \mu\text{m}$). La sous-figure B montre la croix d'alignement vue à travers l'objectif de microscope (la distance entre deux traits est de $50\ \mu\text{m}$) [58].

La précision de lecture étant de plus/moins $10\ \mu\text{m}$ sur deux marques situées à $10\ \text{cm}$ l'une de l'autre, la précision pouvant être atteinte est alors de $0,2\ \text{mrad}$ en prenant en compte les erreurs de lecture dues à l'inclinaison de la caméra par rapport à l'axe z , ou une erreur de lecture due à l'épaisseur des traits.

4.1.2.3. Parallélisme du masque par rapport au substrat

Le dernier point nécessitant un alignement optimal est l'inclinaison du masque par rapport à l'axe y comme le montre la Figure 4-9. En effet, ce genre d'erreur est responsable de l'apparition de franges de coin d'air dues aux interférences entre les réflexions multiples entre la surface sur substrat et la face arrière du masque.

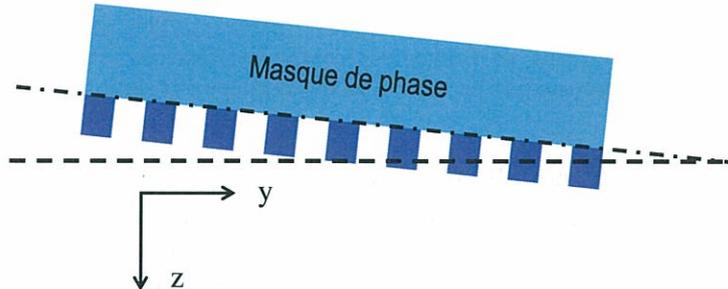


Figure 4-9: Schéma représentant le réglage du parallélisme du masque par rapport au substrat.

Là aussi un ingénieux système de réglage a été mis au point pour réduire ces effets indésirables en réglant le parallélisme au mieux. Le principe est celui d'utiliser les franges d'égale épaisseur créées entre les réflexions du faisceau sur la surface du substrat et la face arrière du masque de phase. Un laser He-Ne est utilisé pour créer ces dernières car ce type de laser est très cohérent et permet de faire le réglage dans le cas où le masque de phase est éloigné du substrat, mais aussi car sa lumière n'est pas photosensible. La Figure 4-10 présente le montage ainsi que l'allure de franges générées.

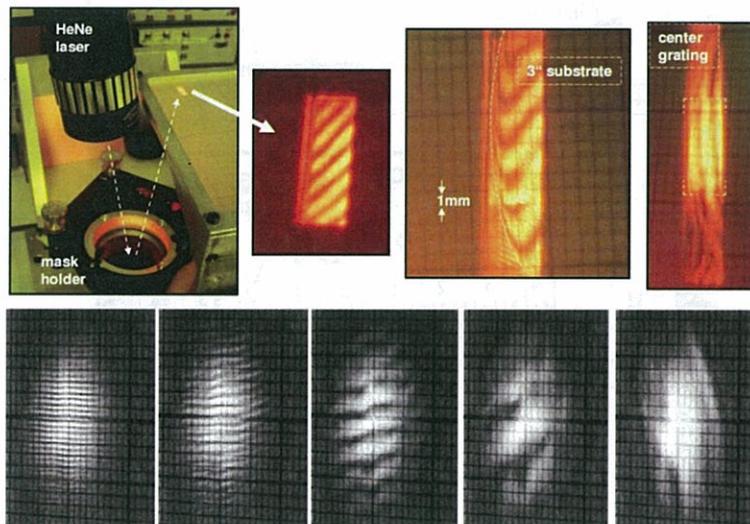


Figure 4-10: Image prises lors de la phase d'alignement du parallélisme entre le masque et le substrat. Haut : images du système d'alignement et aperçu des figures d'interférence générées. Bas : Alignements successifs entre les deux interfaces, de gauche à droite, les franges d'égale épaisseur s'élargissent au fur et à mesure que les interfaces sont parallèles [58].

Un tel système permet en quelque sorte de rendre visibles les effets d'un désalignement. Le système masque-substrat est aligné quand les franges d'égale épaisseur

ont une largeur maximale. A titre d'exemple, avec un interfrange mesuré à 6 mm, la précision sur l'alignement est de 50 μ rad [58].

4.1.3. Fabrication de masques de phase de grande largeur.

La technique d'écriture au vol permet donc d'écrire des réseaux de diffraction de grande longueur et de faible période. La cohérence spatiale de ces réseaux est bonne, ce qui permet d'envisager d'utiliser ces réseaux pour des applications nécessitant des réseaux de grande dimension et de grande qualité. De tels réseaux pourraient ainsi répondre aux exigences en termes de « cohérence spatiale » demandées dans le cadre du projet ELI décrit en introduction.

C'est sur ce deuxième point que le laboratoire s'est positionné. Le banc d'écriture au vol pourrait être utilisé pour fabriquer de tels réseaux car si, jusqu'à présent, seulement des pistes avaient été écrites, l'écriture de réseau sur des grandes surfaces revient à élargir la piste. Pour ce faire, il n'y a à priori pas de problème théorique, il suffit, si l'on peut dire, de disposer d'un masque de phase aussi large que la largeur que l'on veut écrire ; le problème se réduit donc à un problème d'ingénierie où il faudra chercher à surmonter les problèmes technologiques et techniques.

Cette partie s'attache donc à la description d'un procédé de fabrication à l'aide du même banc d'écriture de longs masques de phase binaires pouvant être ensuite utilisés pour l'écriture de réseaux de grande largeur avec la technique de l'écriture au vol.

Le principe est le suivant : le banc est capable d'écrire des réseaux de période 500 nm sous forme de piste en translatant un substrat recouvert de résine photosensible sous un interférogramme dont les franges sont perpendiculaires à la direction de déplacement, en modulant l'intensité du faisceau. Il est donc possible, en tournant le masque de phase de 90°, c'est-à-dire de faire en sorte que les traits de réseaux soient parallèles à la direction de déplacement du banc, d'écrire aussi des pistes, mais cette fois avec les traits de réseaux dans le sens de la longueur. C'est le principe d'écriture dite en cascade et présenté dans la Figure 4-11.

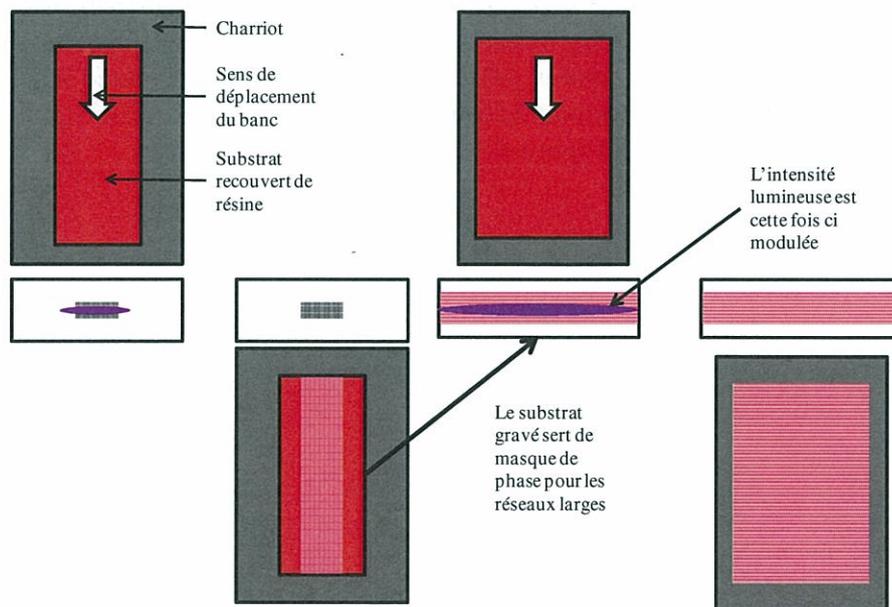


Figure 4-11: Schéma de l'écriture en cascade ou de la fabrication d'un masque de phase binaire de grande longueur.

La longueur du réseau écrit n'est limitée que par la longueur du charriot (la modulation n'étant pas utilisée dans ce cas, la longueur de la règle optique n'est plus un facteur limitant). Des pistes de réseaux de période 650 nm et dont les dimensions sont de 300 x 3 mm² ont pu être écrites grâce à cette méthode et sont visible sur la Figure 4-12.

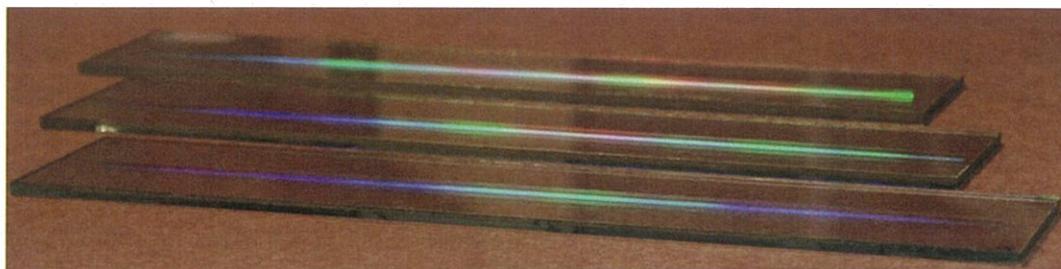


Figure 4-12: Photos de réseaux de diffraction de dimensions 3*300 mm² écrits par la technique d'écriture au vol sans modulation.

Ces réseaux dont les lignes sont parallèles à leur longueur seront utilisés comme masque de phase pour l'écriture de réseaux de largeur identique à leur longueur par écriture au vol. Le développement de cette technique a été réalisé par un stagiaire de niveau master dans le cadre d'un stage de fin d'étude. Une description complète de cette technique est disponible dans la référence [58] et dans la publication [59].

4.1.4. Écriture de réseaux en 2 dimensions

Le banc d'écriture peut aussi être utilisé pour écrire des structures diffractantes en 2 dimensions qui ont des applications dans le piégeage de photons pour les cellules solaires par exemple. Le principe est assez simple : un réseau 2D étant une surface périodiquement structurée dans deux directions, il suffit d'écrire une structure périodique à une dimension sur un substrat avec le banc et de tourner ce substrat de 90° afin d'ajouter une structure périodique dans la direction orthogonale. Il y a deux possibilités pour parvenir à l'écriture de cette structure : la première consiste à écrire les réseaux 1D grâce à l'écriture au vol, c'est-à-dire en modulant le faisceau. La deuxième, celle qui a été choisie, consiste à écrire les structures grâce à la configuration présentée dans le chapitre précédent avec le masque de période 650 nm. La configuration utilisée pour écrire des réseaux 2D est présentée dans la Figure 4-13.

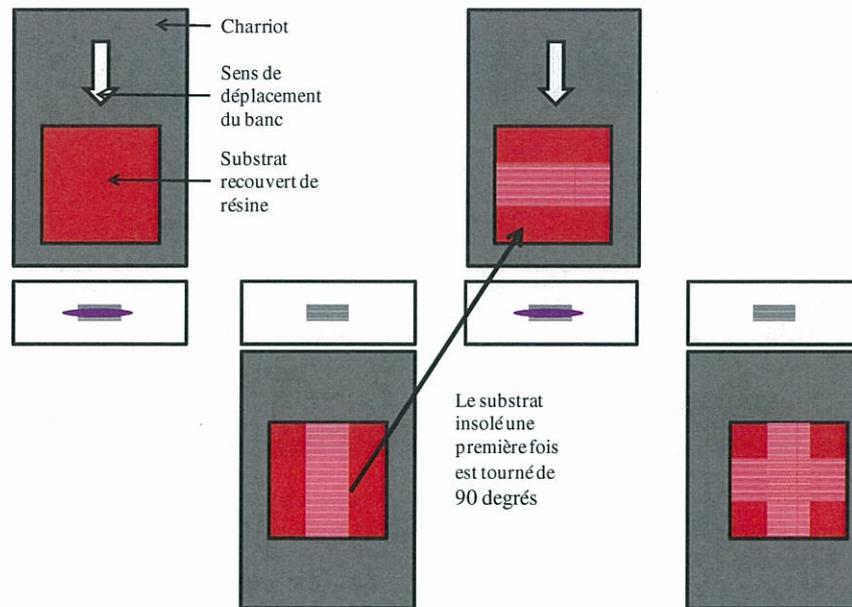


Figure 4-13: Schéma de principe de l'écriture de réseaux de structures diffractantes en deux dimensions.

Comme le montre la Figure 4-13, le substrat est balayé par une figure d'interférence générée par le masque et donc les traits sont parallèles au sens de déplacement. La vitesse de translation du banc est choisie en tenant compte du fait qu'un deuxième passage sera nécessaire et que la dose ne doit pas être trop forte pour ne pas insoler toute la résine. Le charriot est ensuite ramené à sa position de départ et le substrat est tourné de 90° . La deuxième phase d'écriture est ensuite réalisée de la manière identique à la première. Cette méthode génère des structures en 2D seulement dans les zones où la résine a été insolée deux fois, c'est-à-dire des zones dont les dimensions sont aussi grandes que la largeur du masque, comme le montrent les photos de la Figure 4-14.

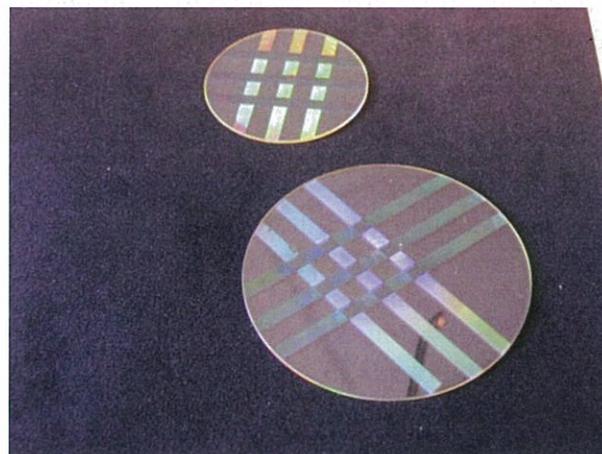


Figure 4-14: Photo de réseaux de diffraction 2D de période 650 nm. Les réseaux 2D se trouvent à l'intersection des pistes.

Une caractérisation au MEB a été réalisée grâce au MEB-FEG disponible au laboratoire. Seules les images de zone où se trouvent les structures 2D sont présentées dans la Figure 4-15.

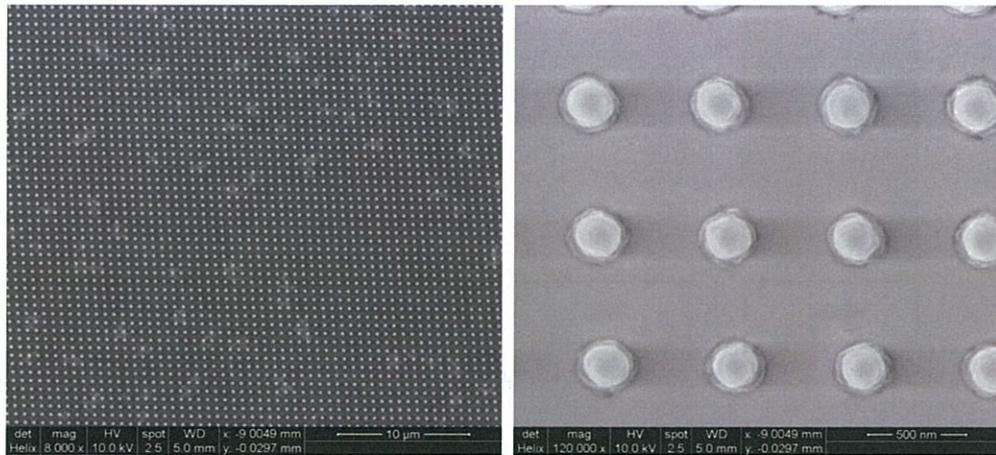


Figure 4-15: Images MEB-FEG des réseaux 2D écrits grâce au banc d'écriture en vol en faisceau non modulé. Gauche : grossie 8000 fois, Droite : 120 000 fois.

La Figure 4-15, grossie 8000 et 120 000 fois, montre sans couche conductrice les plots répartis périodiquement sur le substrat. On peut s'apercevoir sur la photo de gauche de l'espacement régulier sur plusieurs dizaines de micromètre.

4.2 Masque monolithique 3 réseaux

4.2.1. Tolérances.

Dans l'objectif d'écrire des réseaux de grandes dimensions il a été décidé d'utiliser un masque de phase de type trois réseaux comme ceux décrit dans le chapitre 3. La démonstration ayant été faite à partir d'un prototype avec des lignes de réseau en résine, l'étape suivante est logiquement la fabrication d'un masque de phase de haute efficacité avec des plots en Si_3N_4 . Pour rappel, deux solutions sont possibles : la première avec un réseau de chaque coté du substrat, la deuxième, un peu moins efficace, avec les réseaux situé sur la même face.

Le but étant de valider l'écriture de réseaux larges, les lignes des réseaux du masque de phase doivent avoir une largeur de plusieurs centimètres pour valider la technique d'écriture sur des grandes surfaces. Le masque de phase devant être fabriqué par lithographie *e-beam*, il ne peut être écrit sur un substrat dont les dimensions dépassent celles admissibles dans les machines de lithographie standards. Le support du masque (substrat en silice fondue) doit aussi être suffisamment épais afin de permettre aux faisceaux de voyager dans le futur masque. Les substrats (*wafers*) standards en silice fondue répondant à ces conditions sont de forme carrée, de taille 5 pouces (12.7 cm) et d'épaisseur 0.09 pouce (soit environ 0.23 cm) ; c'est ce type de substrat, simple à se procurer, qui sera utilisé pour fabriquer le masque. Sur ce type de substrat, des réseaux d'une largeur de 10 cm peuvent donc être écrits.

Le choix entre les deux configurations se fait en fonction de la fabricabilité du masque trois réseaux. Pour garantir l'écriture de réseau homogène sur une grande largeur, il faut que les traits des trois réseaux soient strictement parallèles entre eux, faute de quoi l'apparition d'une surmodulation dans la direction *y* est inévitable. On prend comme étant égale à 20 cm la période de ce Moiré pour que son effet soit négligeable. Dans ces conditions, il faut que le parallélisme, noté α sur la Figure 4-16, soit inférieur à $0,4 \mu\text{rad}$ pour une longueur de masque de 10 cm.

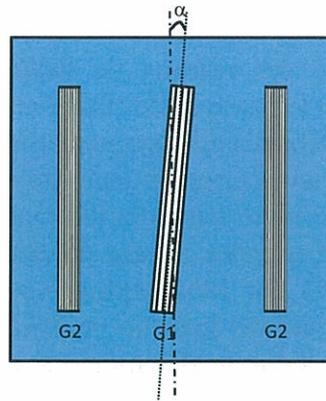


Figure 4-16: représentation de l'angle tolérable pour le parallélisme entre les traits des réseaux G1 et G2.

Dans le cas où les réseaux seraient placés de part et d'autre du substrat, l'alignement entre les deux expositions (G1 sur une face et G2 sur l'autre) se fait à partir de croix écrites sur le substrat lui-même et lues par un objectif de microscope en dehors de la machine d'écriture. Une précision dans l'alignement de l'ordre de $0,4 \mu\text{rad}$ comme demandé n'est pas atteignable pour le moment. A titre d'exemple, *L'Institute of Applied Physics Friedrich-Schiller-University* à Jena-Allemagne parvient à un alignement à $20 \mu\text{rad}$. La précision demandé étant 50 fois plus grande, c'est donc la deuxième configuration qui est choisie (le schéma est rappelé dans Figure 4-17), avec les réseaux sur la même face. Ils seront donc écrits sans avoir à sortir le substrat de la machine *e-beam*. L'erreur dans le parallélisme sera celui dû au repositionnement du substrat lors du passage de l'écriture d'un champ à un autre. Les déplacements des substrats dans les machines *e-beam* étant contrôlés à l'aide d'interféromètres, leurs précisions est nanométrique. Le parallélisme entre des lignes de 10 cm est donc de 10^{-8} rad .

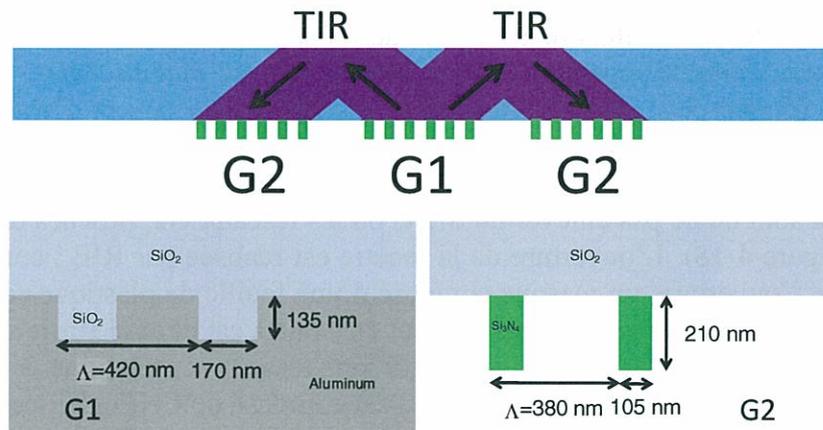


Figure 4-17: Schéma du masque de phase trois réseaux à fabriquer. Bas: rappel des paramètres optimums des réseaux G1 (Gauche) et G2 (Droite) pour écrire des réseaux de période $2 \mu\text{m}$.

Enfin, pour rappel l'efficacité théorique de ce masque calculée dans le chapitre 3 est de $73,3\%$ pour les réseaux G1 et G2 avec les paramètres de la Figure 4-17

4.2.2. Étapes de fabrication

La finalité étant d'écrire des réseaux de diffraction de 10 cm de largeur par écriture au vol, il faut donc que le masque de phase ait une largeur de 10 cm. De plus, pour permettre aux faisceaux diffractés de voyager à l'intérieur du substrat, il faut que ce dernier soit suffisamment épais pour permettre leurs trajets. Enfin, le substrat doit pouvoir être utilisé dans les machines de nano-structuration standards (*e-beam*, RIE). Toutes les étapes de fabrication qui seront décrites (allant du dépôt des couches à la gravure en passant par l'écriture des motifs par lithographie *e-beam*), ont été réalisées lors d'un séjour de deux mois à l'Université de Joensuu en Finlande (devenue depuis UEF pour *University of Eastern Finland*) dont le département de physique possède une équipe travaillant dans les nanostructures et disposant de tous les équipements permettant la fabrication de tels composants.

4.2.2.1. Dépôt de la couche de Si_3N_4

Comme l'a montré la modélisation, les réseaux de diffraction servant à rediriger les faisceaux issus du premier réseau sont écrits sur la surface en silice fondue dans des plots de matériaux hauts indice ; il s'agit ici du Si_3N_4 . Ce matériau, choisi pour son indice de réfraction élevé et pour son procédé de structuration maîtrisé, peut être déposé de deux manières. Les couches les plus homogènes sont obtenues grâce à la technique de LPCVD pour dépôt chimique en phase vapeur à faible pression ; malheureusement, la plupart des bâtis permettant de tels dépôts ne permettent pas de charger des substrats dont la taille dépasse les 4 pouces (10 cm) et ceux le permettant ne sont que difficilement disponibles. L'autre technique est celle de PECVD pour dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma. Les couches sont considérées comme étant un peu moins homogènes mais, compte tenu de la largeur des plots, la variation d'indice sera considérée comme faible. Le dépôt des couches sur les substrats (3 substrats de 5 pouces carrés servant à la fabrication des grands masques, ainsi qu'une dizaine de substrats d'un pouce de diamètre utilisés pour les essais et la calibration des machines) a été effectué à l'université de Tampere en Finlande qui collabore avec celle de Joensuu.

Le réseau central, appelé (G1), qui tient le rôle de *beam-splitter*, doit être écrit dans la silice fondue pour plus d'efficacité et ensuite être recouvert d'aluminium. A ce stade, la couche de Si_3N_4 recouvre toute la surface du substrat ; il est donc nécessaire d'ouvrir une fenêtre dans cette couche un peu plus grande que les dimensions du réseau G1 en prenant soin de ne pas enlever du Si_3N_4 où les réseaux G2, proches de G1, devront être écrits (Figure 4-18). L'ouverture de la fenêtre est réalisée par RIE ; compte tenu des dimensions de l'ouverture, un masque composé d'une feuille de plastique comportant des ouvertures aux endroits où les fenêtres doivent être faites est déposé sur le substrat. Cette feuille protège la couche de Si_3N_4 du plasma d'ions réactifs et évite ainsi la gravure de la couche. Le plasma utilisé pour graver le Si_3N_4 est composé de CHF_3 (50 sccm) et O_2 (2.5 sccm) ; la puissance est de 200 W sous une pression de 20 mT. Le taux de gravure théorique est de 45 nm/min. Le plasma sera utilisé durant 4 min 10 s pour supprimer les 185 nm de la couche de Si_3N_4 .

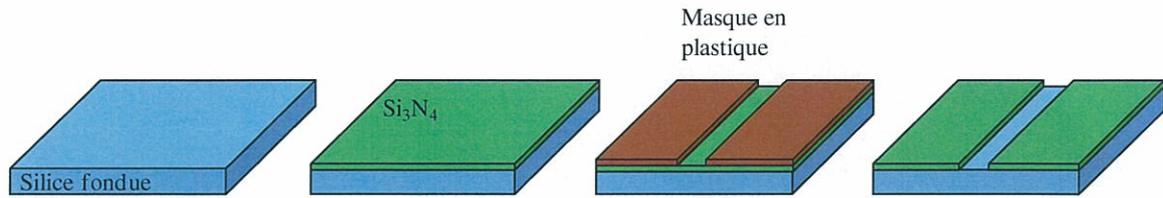


Figure 4-18: Représentation schématique du dépôt de la couche de Si_3N_4 et de la réalisation de l'ouverture pour le réseau central.

Le substrat contient après cette étape une couche de Si_3N_4 aux endroits où les réseaux G2 doivent être écrits et un fond en silice où le réseau G1 doit être écrit.

4.2.2.2. *Ecriture des motifs et transfert*

L'étape suivante consiste en l'écriture des motifs, c'est-à-dire l'écriture des traits des réseaux G1 et G2 avec les largeurs et longueurs de ligne correctes. Le parallélisme des lignes est un point clé du bon fonctionnement du masque, toutes les lignes de réseau devant être strictement parallèles les une par rapport aux autres. C'est pour cela que l'écriture par faisceau électronique demeure la meilleure solution, d'une part car la largeur des motifs peut être obtenue de façon précise et que le parallélisme est assuré par le contrôle de la position du substrat dans la chambre grâce à des interféromètres.

La première étape est de déposer la résine sensible aux électrons sur le substrat. La résine utilisée est de type positive, sa référence est AR-P 661 de la firme allemande AllResist ; c'est une résine à base de PMMA diluée dans du Chlorobenzène. Cette dernière est re-diluée afin d'avoir une concentration de 1.8%, et d'obtenir des couches plus minces. La technique de dépôt est le *spin coating* (vitesse de rotation : 1500 tr.min^{-1} , pendant 40 seconde ; accélération 1000 tr.min^{-2}). Un recuit sur une plaque chauffante à 170°C pendant 300 secondes est réalisé ensuite afin de finir le processus de dépôt.

Le substrat et la résine étant des isolants électriques, il est nécessaire de procéder au dépôt d'une couche métallique à la surface de la résine afin de faciliter l'évacuation du courant généré par le bombardement électronique. Une couche de cuivre de 30 nm est déposée par évaporation sous vide à faible vitesse (1.5 \AA/s).

L'écriture des motifs se fait par faisceau électronique, les substrats sont chargés dans la machine (Vistec EBP 5000+ nanowriter), les paramètres du faisceau sont : densité de courant de $200 \mu\text{C.mm}^{-2}$, courant de faisceau de 9 nA et fréquence d'écriture est de 50 MHz (ce qui est le maximum pour cette machine). Un masque est constitué de trois réseaux dont les dimensions sont de $3 \times 100 \text{ mm}^2$. Afin d'optimiser les substrats, 3 masques sont écrits par substrat (c'est-à-dire $3 \times 3 = 9$ réseaux), ce qui nécessite un temps d'écriture par substrat de 66 heures.

Une fois les motifs écrits, ils sont révélés en suivant le protocole de développement approprié. La couche de cuivre conductrice est dissoute dans un bain d'acide nitrique $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}$ (1 : 30) à 36% pendant 10 minutes. Une fois la couche métallique complètement dissoute, les motifs peuvent être révélés dans la résine insolée. Le développement est effectué par une machine de développement entièrement automatisée qui calcule les quantités de produit et les temps de réaction en fonction de la nature de la résine ainsi que la taille du substrat. La résine insolée est dissoute grâce à une solution de MIBK (*Methyl Isobutyl Ketone* pour méthylisobutylcétone, qui est un solvant organique) pendant 60 secondes. Le substrat est ensuite rincé avec de l'alcool isopropylique (propan-2-ol, IPA en anglais) pendant 30 secondes. L'IPA est ensuite dilué et éliminé de la surface du substrat grâce à de l'eau désionisée et le substrat est séché à l'azote. Une représentation schématique est visible sur la Figure 4-19.

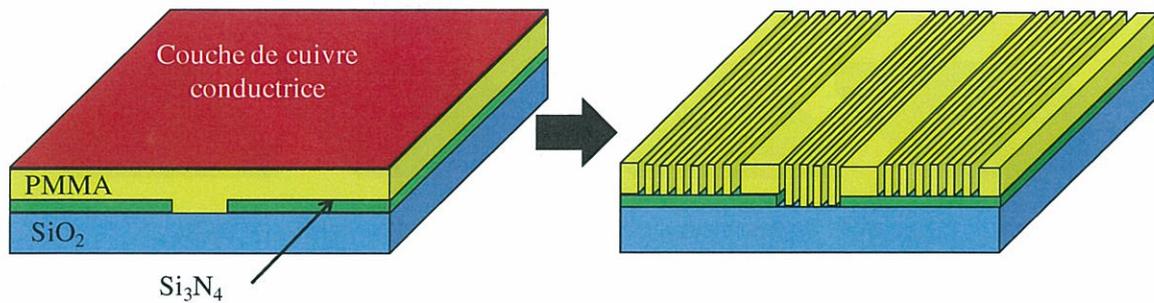


Figure 4-19: Représentation schématique de l'étape de préparation du substrat avant l'écriture électronique (Gauche). Les réseaux se retrouvent après développement dans la résine (Droite).

4.2.2.1. Gravure et métallisation

Les temps de gravure étant particulièrement élevés, la résine qui n'a pas été insolée ne peut pas servir de masque pour protéger la couche de Si_3N_4 durant la gravure RIE. C'est la technique du lift-off qui est utilisée : une couche de chrome dont l'épaisseur est inférieure à celle de la couche de résine développée est déposée uniformément sur tout le substrat par évaporation sous vide. Le chrome se dépose donc sur la résine ainsi que sur le Si_3N_4 au fond des sillons développés. C'est cette fine épaisseur de chrome qui va servir de masque. Afin de graver le Si_3N_4 qui n'est pas protégé par du chrome, il est indispensable de supprimer la résine. Cette dernière est dissoute, avec la couche de chrome située sur elle, en plongeant le substrat dans un bain d'acétone durant 12 heures.

Le substrat et son masque de chrome, représentés par la partie gauche de la Figure 4-20, sont utilisés tels quels pour la phase de gravure. Le transfert des motifs est réalisé par RIE ; les réseaux dans la couche de Si_3N_4 (G2) sont gravés avec le même procédé utilisé pour l'ouverture de la couche (à base de CHF_3), jusqu'à la base en SiO_2 , soit 185 nm. La même opération est utilisée pour graver G1 dans la silice. Le procédé utilisé est aussi à base de CHF_3 mais utilisé avec de l'argon. Le temps de gravure est choisi pour obtenir un réseau dont la profondeur est de 135 nm, comme modélisé précédemment. Le Si_3N_4 et le SiO_2 étant réactifs au même gaz (CHF_3), une feuille de plastique résistante est utilisée afin de protéger le site des autres réseaux durant les phases de gravure.

Pour finir, le masque de chrome qui reste présent au sommet des réseaux après gravure est supprimé dans un bain d'acide acétique et de nitrate de cérium et d'ammonium (Figure 4-20).

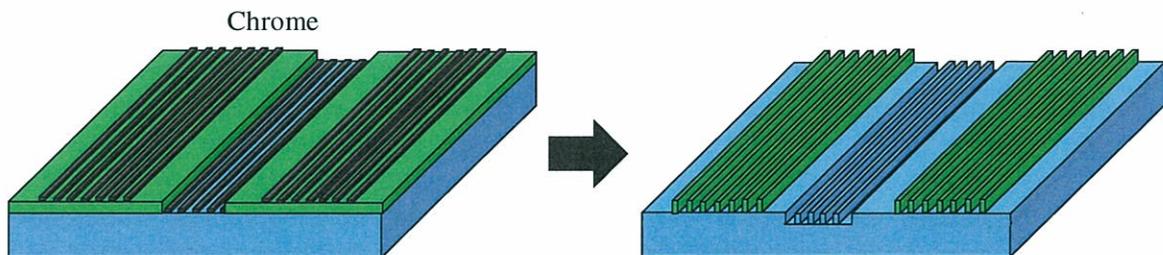


Figure 4-20: Représentation schématique du transfert par lift-off des réseaux par RIE à l'aide d'un masque en chrome.

Pour finir, une couche d'aluminium est déposée sur le réseau G1 avec la technique d'évaporation par faisceau électronique sous ultra-vide ($5 \cdot 10^{-7}$ mbar). Les réseaux G2 sont protégés par une feuille de plastique. La vitesse de dépôt est choisie suffisamment

basse (2 \AA/s) afin de garantir un remplissage homogène des sillons car, si elle est trop élevée, on observe la formation d'agrégats. Une image d'un substrat contenant les trois masques de phase est visible sur la Figure 4-21.



Figure 4-21: Photographie d'un substrat (5 pouces) contenant trois masques de phase (trois réseaux de 10 cm de large).

4.2.2.2. Caractérisation

Le masque de phase gravé est caractérisé dans un premier temps à l'aide d'un MEB (Figure 4-22) pour contrôler les rapports d'aspect et ligne/espace des réseaux.

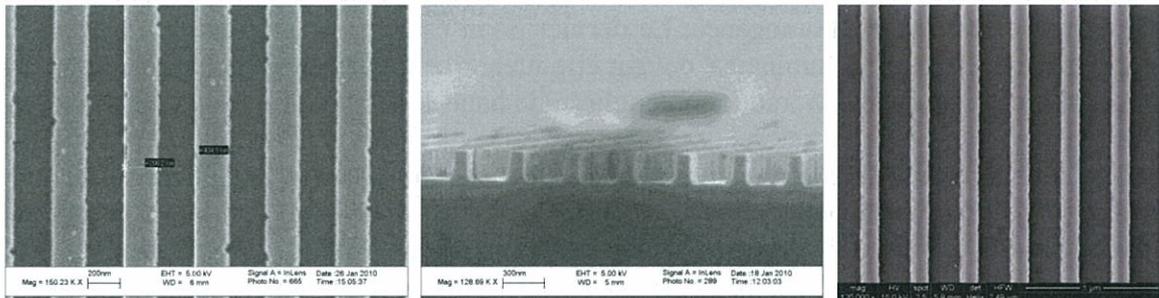


Figure 4-22: Droite image MEB de G1 avant le dépôt de la couche d'aluminium. Centre: Image MEB de profil de G2. Gauche : Image MEB en plongée de G2.

Les images MEB de la Figure 4-22 permettent aussi de vérifier la qualité des réseaux dont les lignes sont bien homogènes, et dont les dimensions correspondent à celles modélisées.

Les masques sont ensuite caractérisés optiquement en mesurant la puissance lumineuse transmise dans les ordres -1 transmis hors du substrat par les réseaux G2 (Figure 4-23).



Figure 4-23: Dispositif expérimental permettant de mesurer les efficacités optiques des masques à trois réseaux. Les deux ordres -1 sont visibles sur le mur en arrière plan.

Le résultat des mesures expérimentales ont montré que 71 % de la puissance lumineuse incidente se retrouvait dans les ordres -1 transmis, soit très proche de la valeur théorique de 73% obtenue par modélisation.

4.3 Elargissement du faisceau

Ce paragraphe présente une étude non exhaustive des techniques qui ont été étudiées et/ou utilisées pour générer une ligne de lumière continue avec un profil d'intensité homogène. En effet pour écrire des réseaux sur de grandes largeurs, il faut éclairer le masque de phase avec la même intensité lumineuse sur toute sa longueur afin de garantir des réseaux homogènes. Le dernier point est sans doute le plus important, la répartition de l'intensité lumineuse devant être identique tout au long de la ligne ; on parle de profil *top-hat*, qui est la traduction anglaise de haut-de-forme qui permet de s'imaginer la répartition de l'énergie selon la section transverse du faisceau. Cette dernière condition est particulièrement délicate à atteindre car le faisceau incident est un faisceau laser collimaté de faible diamètre (2 mm en sortie de fibre) dont la répartition d'énergie est gaussienne. La Figure 4-24 est une représentation schématique de l'élargissement où le système choisi sera placé sur le trajet du faisceau. L'axe y est celui perpendiculaire au sens de déplacement du banc, et y' est la position du masque, là où l'intensité doit être constante.

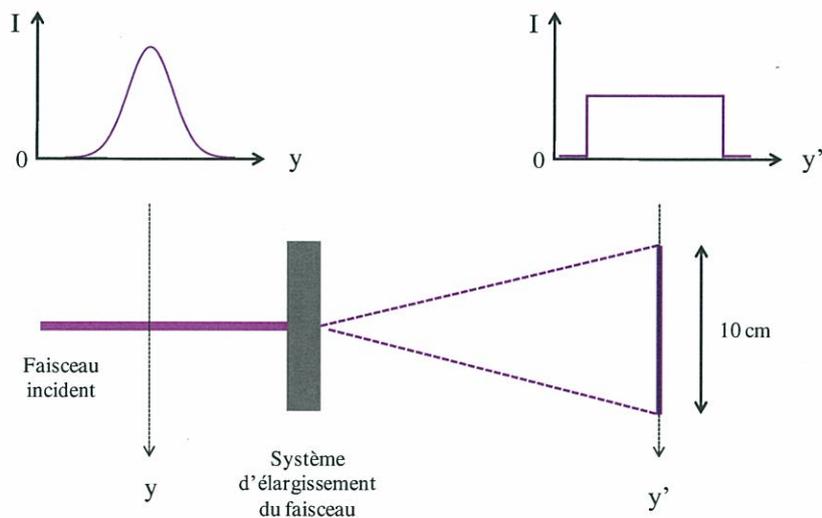


Figure 4-24: Schéma de principe de l'élargissement du faisceau.

Différentes pistes ont été étudiées en vue d'arriver à ce résultat et sont décrites dans les paragraphes suivants. On peut les classer en deux grandes familles : les éléments réfractifs (lentilles dont les dimensions sont grandes par rapport à λ) et diffractifs (éléments dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que λ).

Afin de mesurer l'homogénéité des lignes générées par les différentes solutions, un analyseur de faisceau a été utilisé. Les images qui suivent, proviennent d'un analyseur Newport LBP-1. Les images représentent la répartition de l'intensité sur la totalité du capteur, pour donner une échelle, les dimensions de l'aire active du détecteur sont de 6.47 mm par 4.83 mm.

4.3.1. Lentilles cylindriques

La solution la plus simple à mettre en œuvre consiste à ne sélectionner que le centre du faisceau, c'est-à-dire sur une section où la puissance lumineuse ne varie que de 5 % autour de maximum. On choisit le seuil de 5 % car on considère le comportement de la résine comme linéaire sur cet intervalle. Dans les faits, cette option consiste à sélectionner le centre de la gaussienne plus un intervalle de part et d'autre jusqu'à une atténuation de 5 %, comme montré dans la Figure 4-25. Le masque de phase ayant une largeur de 10 cm, on essaiera d'élargir cette bande afin d'obtenir une ligne ayant au moins cette largeur. La divergence du faisceau laser étant trop faible, on choisit, pour réduire la distance de travail, d'utiliser une lentille cylindrique divergente afin de n'étaler le faisceau que dans une seule direction. Une autre lentille divergente pourra être placée au centre du faisceau déjà élargi pour élargir encore le centre.

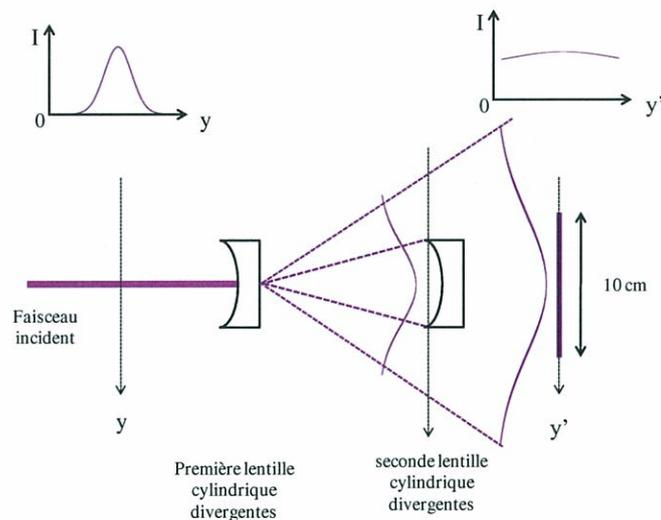


Figure 4-25: Schéma du principe de l'élargissement à partir de lentilles cylindriques.

Les résultats avec cette technique sont plutôt bons en termes d'homogénéité de la ligne comme le montre la Figure 4-26.

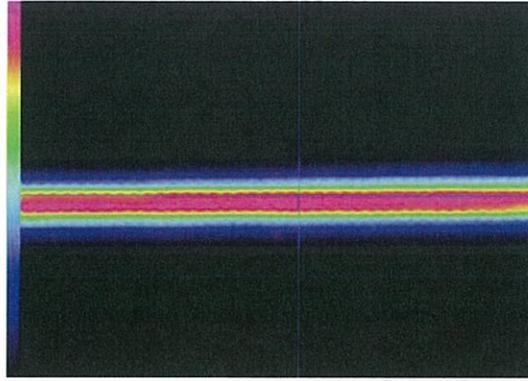


Figure 4-26: Capture d'écran obtenue avec l'analyseur de faisceau de la répartition d'intensité de la ligne de lumière générée à l'aide de lentilles cylindriques divergentes.

Si cette technique présente de bons résultats en termes d'homogénéité de la ligne, l'inconvénient majeur vient du gaspillage d'énergie du fait de la non-utilisation d'une partie importante du faisceau. L'utilisation de cette méthode d'élargissement entraîne des temps d'écriture très longs.

4.3.2. Microlentilles cylindriques

Il est possible d'utiliser un dispositif réfractif composé de microlentilles cylindriques (Figure 4-27). Le principe est identique à celui décrit dans le paragraphe précédent. Le principal avantage est de réduire la distance de travail et de moins disperser la lumière car chaque microlentille disperse le faisceau. Une micro lentille ayant un diamètre de $350\ \mu\text{m}$, le faisceau incident éclaire par conséquent plusieurs microlentilles.



Figure 4-27: Image prise au microscope optique des microlentilles cylindriques grossie 2,5 fois.

La Figure 4-27 est une image prise à l'aide d'un microscope optique des microlentilles cylindriques grossie 2,5 fois. On a pu mesurer le diamètre de ces dernières. Le montage utilisé est assez simple et est présenté dans la Figure 4-28 : les microlentilles sont éclairées en incidence normale et la ligne est observée sur un écran.

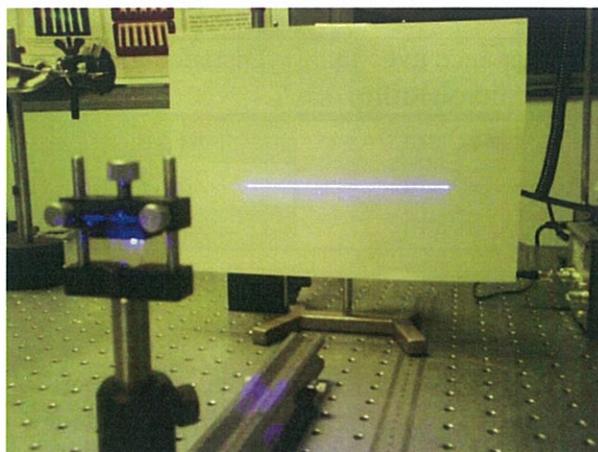


Figure 4-28: Photo du montage optique utilisant les microlentilles cylindriques. Le composant est au premier plan. On aperçoit sur l'écran la ligne de lumière générée.

La ligne de lumière générée par ce type de composant a l'air de prime abord de présenter un profil d'intensité *top hat* comme le témoigne la Figure 4-28. Des analyses complémentaires ont été réalisées à l'aide de l'analyseur de faisceaux, qui est placé sur la ligne et enregistre la répartition d'intensité lumineuse. Les captures d'écran présentées dans la Figure 4-29, ont été réalisées en plaçant l'analyseur à des distances différentes de la microlentille (3, 10 et 25 cm).



Figure 4-29: Capture d'écran de l'analyseur de faisceaux montrant la répartition de l'intensité lumineuse dans la ligne de lumière générée par les microlentilles à différentes distances. De gauche à droite : 3, 10 et 25 cm.

La Figure 4-29, montre que la ligne de lumière présente des discontinuités sur toute sa longueur. Ces discontinuités sont périodiques et leur distance augmente lorsqu'on s'éloigne de la microlentille. En faisant une capture d'écran grâce à l'analyseur de faisceau de la ligne en plaçant le détecteur de plus en plus loin de la microlentille, il est possible de réaliser la mesure de la distance inter-plot. Ces mesures ont été réalisées à partir du logiciel de l'analyseur qui permet de faire des mesures directement à partir des captures d'écran ; elles sont regroupées dans le Tableau 6.

Distance avec la microlentille	Distance inter-plot
10 cm	122.8 μm
25 cm	289.7 μm
50 cm	278.1 μm

Tableau 6: Tableau récapitulant la distance inter-plot en fonction de la distance de la ligne par rapport à la microlentille.

La ligne générée par l'utilisation de la microlentille seule ne donne pas satisfaction, la distance entre les plots étant de quelques centaines de micromètres, ce qui est considérable. Il a été décidé d'introduire une lentille cylindrique entre la microlentille et l'écran. Le rayon de courbure de la microlentille étant perpendiculaire à la ligne, en d'autres termes les rayons de courbures de la microlentille et celui de la lentille cylindrique sont perpendiculaires. Les images enregistrées avec l'analyseur de faisceaux sont disponibles dans la Figure 4-30.

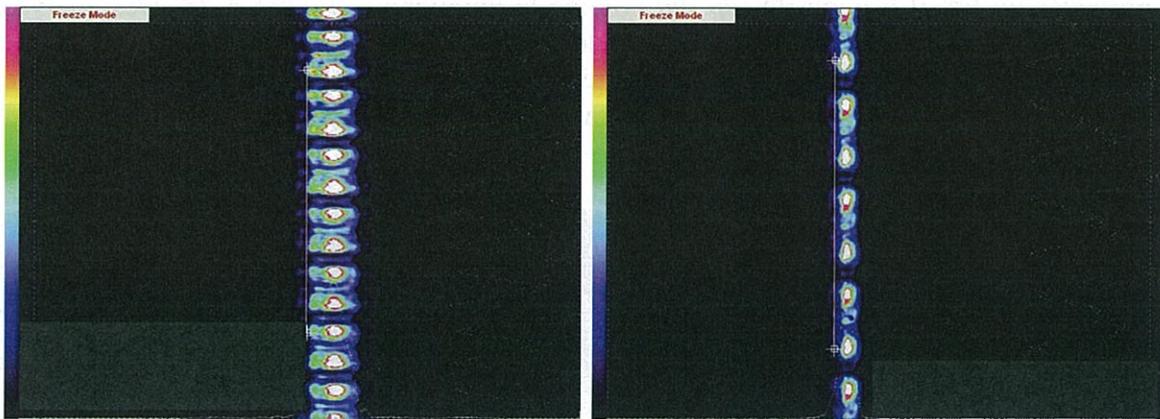


Figure 4-30: Capture d'écran de l'analyseur de faisceaux montrant la répartition de l'intensité lumineuse dans la ligne de lumière générée par la microlentille à différentes distances et utilisée avec une lentille cylindrique. Gauche à 10 cm, droite à 25 cm.

La Figure 4-30, représentant la répartition d'intensité dans la ligne, montre une amélioration du profil quand une lentille cylindrique est placée entre la microlentille et l'écran. Cette amélioration n'est toutefois pas significative car l'inhomogénéité est trop importante.

En conclusion, la ligne de lumière a un profil d'intensité globalement constant mais présente des discontinuités régulières, ces franges sombres et brillantes vont sans aucun doute être transférées dans la résine si un tel système est utilisé pour éclairer un masque de phase.

4.3.3. Utilisation de DOE

On utilise le terme de DOE pour *Diffractive Optical Element* qui peut être traduit par éléments optiques diffractants. Ce sont des éléments optiques possédants des structures dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que la longueur d'onde pour laquelle ils vont être utilisés. De tels composants ont trouvé leur essor avec la

diminution progressive de la dimension caractéristique des techniques de lithographie au moment où celles-ci permettent l'écriture de motifs de quelques centaines de nanomètres.

4.3.3.1. Généralités sur les DOE.

Les DOE permettent de générer des motifs lumineux complexes lorsqu'ils sont éclairés par une source lumineuse. Leur fabrication commence par une étape de modélisation à partir des paramètres du faisceau incident (longueur d'onde, diamètre du faisceau, profil d'intensité...), ceux de l'onde de sortie (pour notre application on choisira une ligne de lumière avec un profil d'intensité *Top Hat*). La structure de l'élément correspond à la solution d'une équation correspondant à la convolution du faisceau incident par la fonction de transfert de l'élément diffractif. La modélisation de la structure est réalisée à l'aide de l'algorithme IFTA pour (*Iterative Fourier Transform Algorithm*) dont une description exhaustive peut être trouvée dans la référence [60].

Un autre paramètre important pour les DOE est le nombre de niveaux de phase; celui-ci détermine l'efficacité théorique de l'élément mais aussi son coût. Le DOE présente une topographie avec différents niveaux appelés niveau de phase, à la sortie du DOE l'onde aura subi un déphasage différent en fonction de la longueur de matériau traversée. La différence de hauteur entre deux niveaux est calculée pour une certaine longueur d'onde (ce qui fait que les DOE sont des éléments chromatiques), pour introduire un déphase entraînant des interférences constructives ou destructives en vue d'obtenir la répartition d'intensité désirée en champs lointain. La Figure 4-31 montre l'évolution de l'efficacité théorique en fonction du nombre de niveaux de phase.

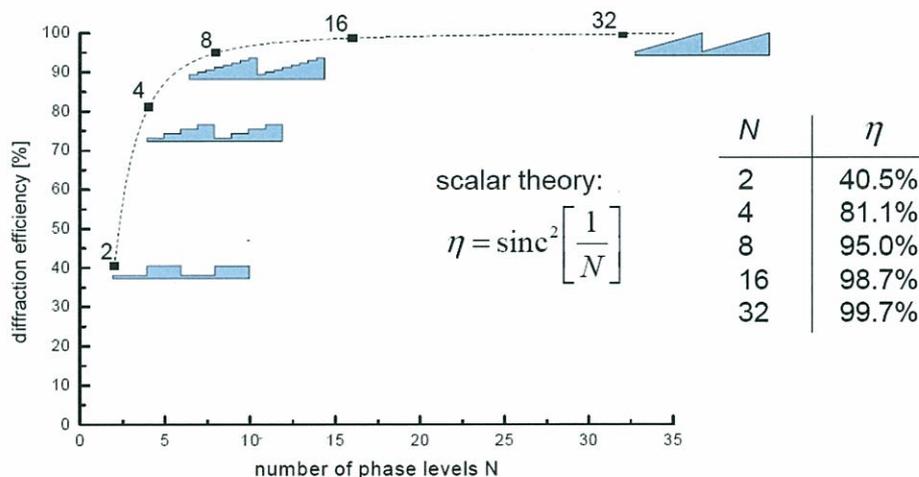


Figure 4-31: Evolution de l'efficacité des DOE en fonction du nombre de niveaux de phase [42].

D'après la Figure 4-31, un DOE binaire permet une efficacité de 40,5% ; ceci est dû au fait que de tels éléments génèrent des figures symétriques. Il est néanmoins possible d'atteindre 81% d'efficacité si la figure générée comporte une symétrie circulaire. L'autre solution pour augmenter l'efficacité consiste donc à augmenter le nombre de niveau de phase : 4 pour obtenir des figures asymétriques avec 81,1% d'efficacité et 8 pour 95%. Augmenter le nombre de niveaux de phase augmente par conséquent le coût de l'élément car il est nécessaire d'utiliser un masque différent avec des structures de plus en plus petites à chaque étape. Les structures étant de plus en plus petites, le masque doit être aligné avec une grande précision entre deux étapes d'écriture pour éviter un

chevauchement des motifs. Cela augmente la difficulté compte tenu que les aligneurs ne peuvent pas avoir une précision d'alignement illimitée, ce qui limite par conséquent l'efficacité théorique comme le montre la Figure 4-32.

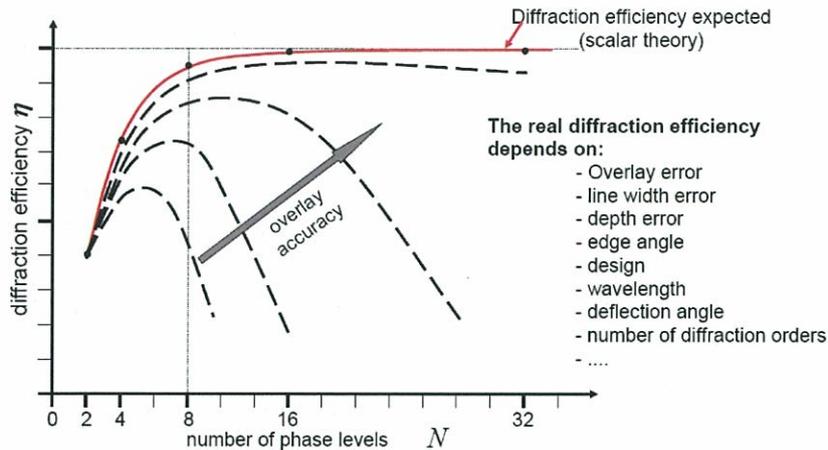


Figure 4-32: Evolution de l'efficacité des DOE en fonction du nombre de niveau de phase, prenant en compte les difficultés d'alignements [42].

La Figure 4-32 montre que l'efficacité des DOE n'augmente pas de façon illimitée avec le nombre de niveau de phase car l'alignement est de plus en plus difficile en fonction de la petitesse des motifs. En conclusion, il n'est pas utile d'augmenter le nombre de niveau de phase, un nombre de 8 niveaux semble être une limite raisonnable, ce qui est un bon compromis entre efficacité et coût.

4.3.3.2. Caractéristiques du DOE utilisé

Pour notre application, les DOE ont été commandés à la société *USI Photonics*⁸, San José, CA-Etats-Unis, qui s'est chargée du design et de la production des éléments. Trois types de DOE ont été fabriqués : des binaires *on-axis*, qui produise une ligne qui passe par l'axe de symétrie (l'ordre zéro), binaire *off-axis*, deux lignes sont produites et sont situées de part et d'autre de l'axe de symétrie, et enfin des éléments 4 niveaux *off-axis*. Dans ce dernier cas, une des lignes est plus intense, comme expliqué plus haut. La Figure 4-33, permet de résumer les différents éléments ainsi que l'allure des figures générées.

⁸ <http://usiphotonics.com/>

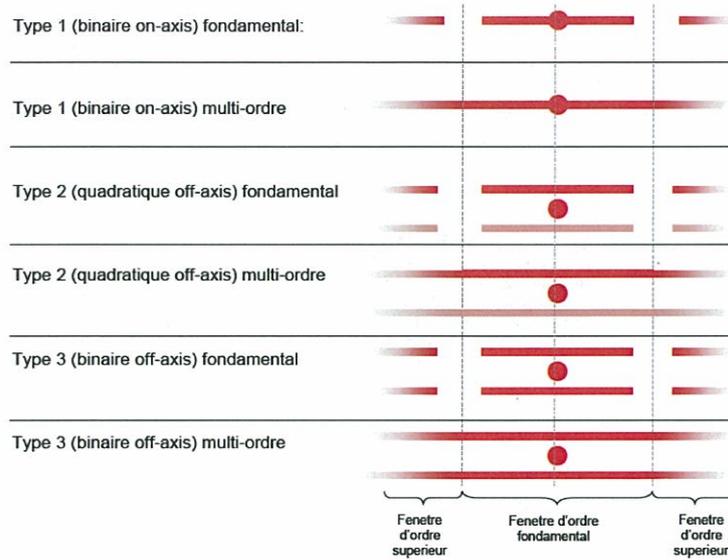


Figure 4-33: Tableau récapitulant les différents types d'éléments diffractifs commandés ainsi que l'allure de la figure générée.

Deux configurations sont possibles pour chaque élément comme le montre le tableau de la Figure 4-33 : la ligne diffractée de l'ordre fondamental touche les lignes d'ordre élevé (modulées par un sinus cardinal). La deuxième configuration revient à ne considérer que la ligne diffractive dans la fenêtre fondamentale. Chaque CGH pour *Computer Generated Hologram* est composé de 1024 par 1024 pixels carrés de 1.5 μm de côté. L'algorithme utilisé pour modéliser est nommé : *Annealed IFTA with error re-injection* ; 50 itérations ont été utilisées. La répartition d'intensité en champ lointain est présentée dans la Figure 4-34.

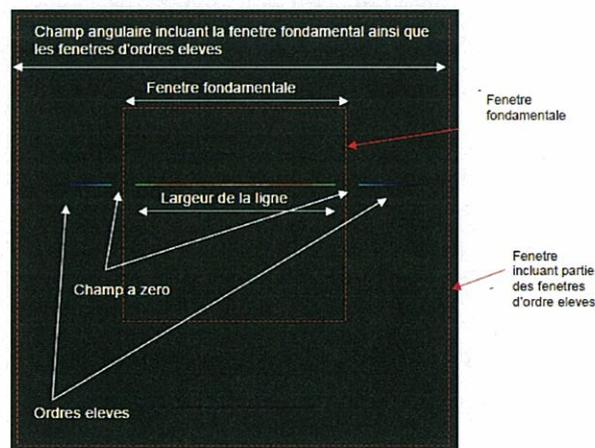


Figure 4-34: Reconstruction en champ lointain.

La ligne de lumière de la Figure 4-34 montre qu'il y a plus d'intensité au centre de la ligne que sur les bords. Ceci est dû à la sur-modulation en sinus cardinal produite par la diffraction du faisceau sur les bords des pixels. Cet effet indésirable peut être compensé en intégrant dans la modélisation une convolution par un sinus cardinal inverse (Figure 4-35).

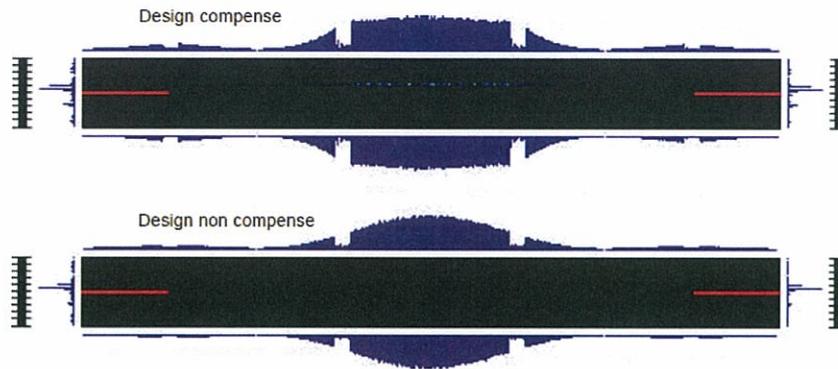


Figure 4-35: Profil d'intensité de la ligne de lumière. Haut avec une compensation qui annule l'effet du sinus cardinal. Bas : profil sans compensation.

La Figure 4-35 montre qu'il est possible (en théorie) de réduire l'effet de la diffraction du faisceau sur les bords des pixels.

4.3.3.3. Caractérisation des DOE

Une première série de DOE a été fabriquée et envoyée au laboratoire. Les trois types de DOE sont présents. La Figure 4-36 est une série de clichés pris au microscope optique et présentant les structures des DOE.

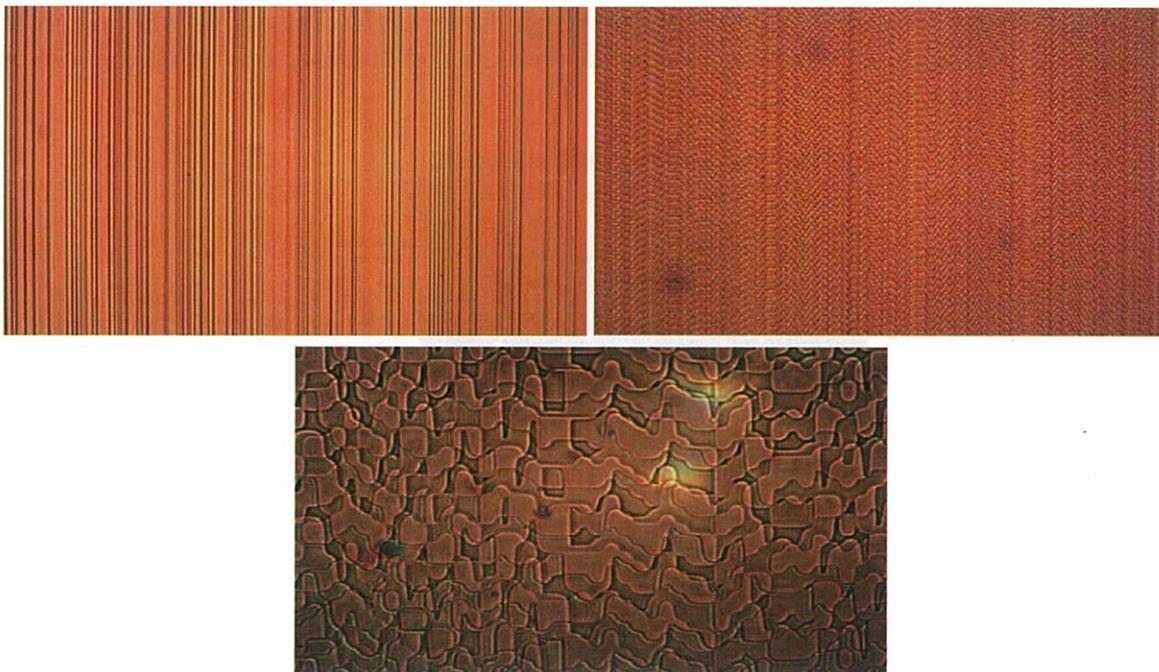


Figure 4-36: Images prises au microscope optique des différents DOE.
Haut gauche: binaire *on-axis* (x 10). Haut droite: binaire *off-axis* (x 10).
Bas: 4 niveaux *off-axis* (x 40).

Les DOE sont ensuite placés sur un support et illuminés en incidence normale en vue de caractériser leur efficacité. Deux photos de lignes générées par un DOE 4 niveaux dans les deux configurations possibles sont données en Figure 4-37.

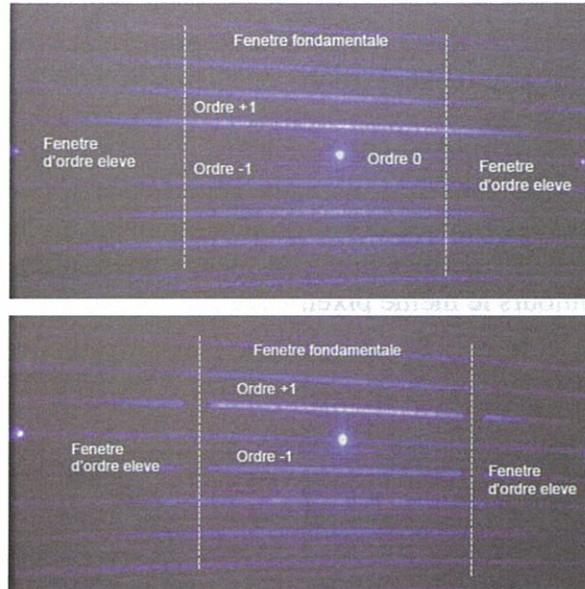


Figure 4-37: Photos des lignes générées par le DOE de type 4 niveaux *off-axis*. Haut: Avec la ligne de la fenêtre fondamentale qui touche celle des fenêtres des ordres supérieurs. Bas : Cas où la ligne de la fenêtre fondamentale est séparée de celle des ordres supérieurs.

Les lignes présentent des discontinuités (franges sombres et brillantes) visibles à l'œil nu. Elles ont été mises en évidence avec l'analyseur de faisceaux dont les résultats sont donnés en Figure 4-38.

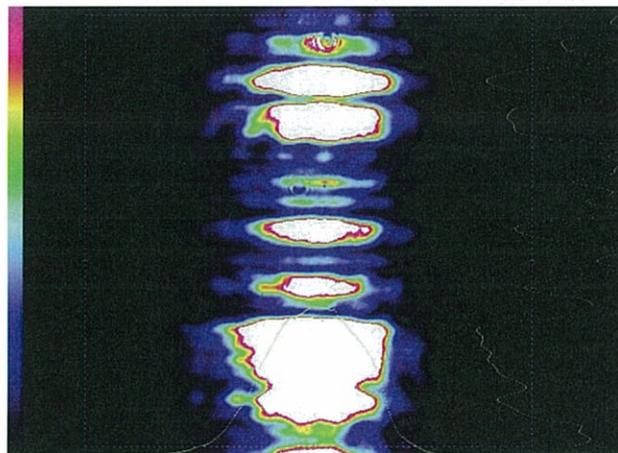


Figure 4-38: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par un DOE 4 niveaux.

Cette inhomogénéité a été observée sur toutes les lignes générées par tous les DOE quelle que soit leur configuration (binaire, 4 niveaux). De plus, il n'y a aucune périodicité dans les franges sombres contrairement au cas des lentilles cylindriques. Après discussion avec le fournisseur, ces discontinuités semblent provenir d'interférences constructives et destructives générées par un recouvrement aléatoire de sous-faisceaux générés par chaque pixel du CGH. La source utilisée étant hautement cohérente (le laser He-Cd ayant une longueur de cohérence de 30 cm) cet effet de *speckle* est très prononcé ici.

4.3.4. DOE dynamique

Une solution envisagée pour remédier à ce problème, proposée par USI, a été de fabriquer un DOE non pas linéaire mais circulaire. L'idée est venue en observant l'évolution de la position des franges sombres et brillantes dans le cas statique quand l'élément était mis en translation. Le fait de déplacer le DOE sous le faisceau changeait aléatoirement le déphasage dans les faisceaux générés par les pixels ce qui avait pour conséquence de déplacer les franges, toujours aléatoirement. Le fait d'écrire un DOE sur une couronne (Figure 4-39) permet donc de mettre en rotation l'élément, le faisceau n'éclairant donc pas toujours le même pixel.

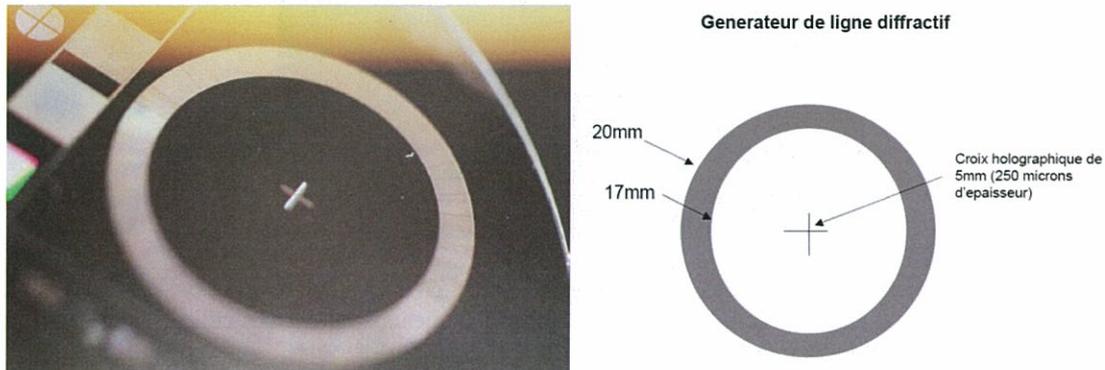


Figure 4-39: Image et schéma du DOE circulaire.

Les pixels à l'intérieur de la couronne ne sont plus carrés mais de forme torique afin de ne pas créer de discontinuités. Le DOE circulaire est fixé sur un moteur qui tourne à une fréquence de 25 Hz (Figure 4-40).

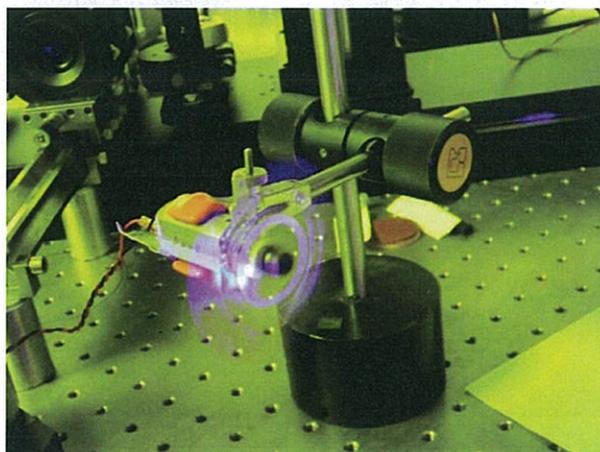


Figure 4-40: Photo du montage montrant le DOE circulaire sur le moteur.

La Figure 4-41 montre les images des lignes générées par le moteur quand celui-ci est éteint ou allumé. On remarque que les lignes sont d'égales intensités, ce qui signifie que c'est un DOE de type binaire qui a été écrit.

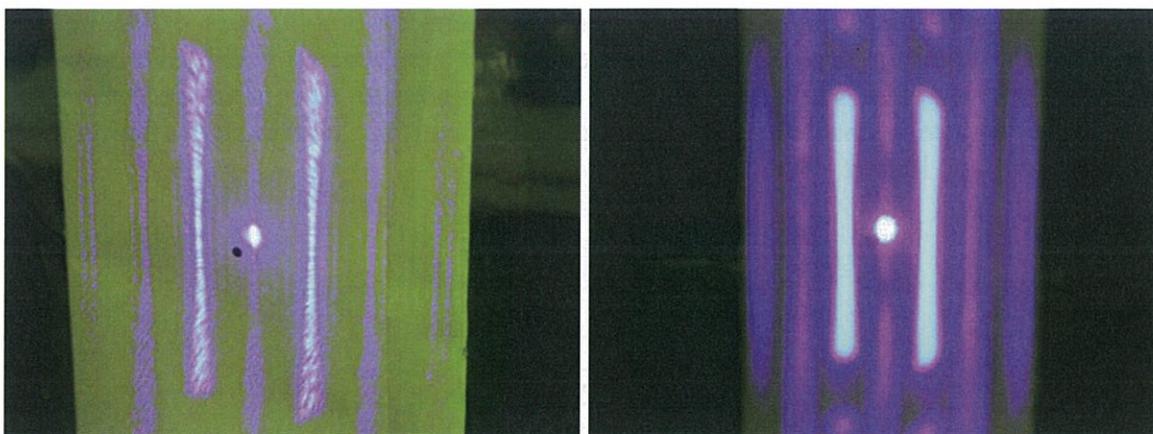


Figure 4-41: Photo de la figure générée par le DOE circulaire. Gauche: moteur éteint. Droite: Moteur allumé.

Quand le moteur est éteint (Figure 4-41 gauche), on retrouve les mêmes discontinuités dans la ligne de lumières que précédemment. A contrario, quand le moteur est allumé, l'intensité dans les lignes s'homogénéise (Figure 4-41 droite), ce qui a été confirmé par une analyse par l'analyseur de faisceau (Figure 4-42).

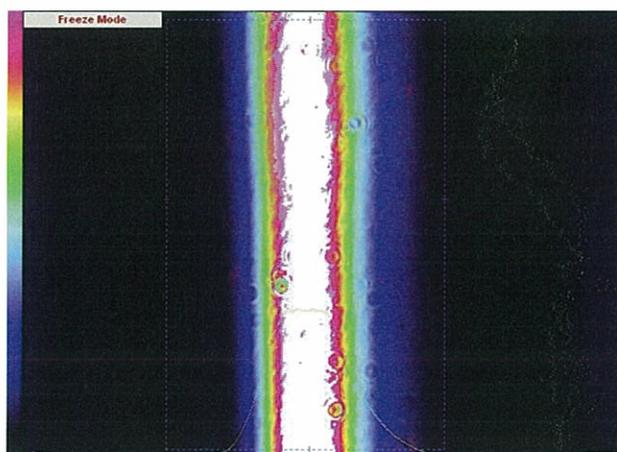


Figure 4-42: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par le DOE circulaire à 2 niveaux en rotation.

Cette configuration circulaire est prometteuse et devra sans doute être exploitée. Elle ne peut cependant pas être utilisée en l'état pour l'écriture de réseaux larges. La première raison est que le DOE est binaire, ce qui signifie que plus de 50 % de la puissance incidente est perdue. Or, dans l'objectif d'écrire des réseaux de grandes dimensions, le maximum d'intensité lumineuse est requis. Ensuite, des lignes présentent un élargissement vers leurs extrémités, ce qui fait encore perdre de l'intensité. L'origine de cet élargissement provient de la forme torique des pixels. Une solution consiste à agrandir le rayon de la couronne combiné à une diminution de la taille du faisceau incident afin de minimiser ces effets.

4.3.5. Beam-Shaper réfractif

Une dernière option a été étudiée pour élargir le faisceau. Il s'agit ici d'un élément réfractif étudié par une équipe de Jena-Allemagne (*Friedrich-Schiller University*) qui servait à la base à la mise en forme (*beam-shaper*) d'un faisceau servant à illuminer de

façon uniforme un écran durant les enregistrement d'hologrammes [61]. Ce type d'élément se compose d'une surface dont le rayon de courbure est changeant de façon à être soit convergeant, soit divergeant. La fonction optique alors obtenue est de faire diverger le centre intense d'un faisceau gaussien et de faire converger les bords moins intenses, comme illustré sur la Figure 4-43.

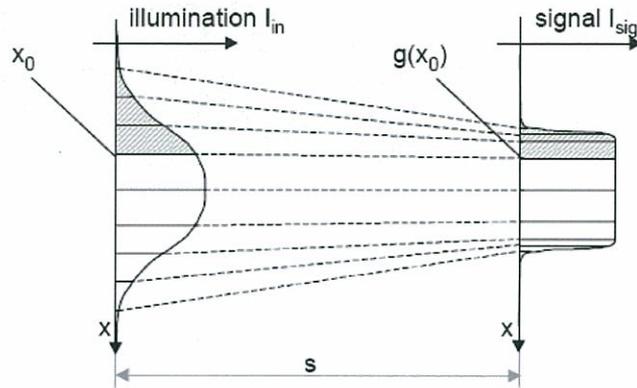


Figure 4-43: Schéma de fonctionnement du *beam-shaper* réfractif

Le profil de ce type d'élément est donné par la Figure 4-44 ci-dessous.

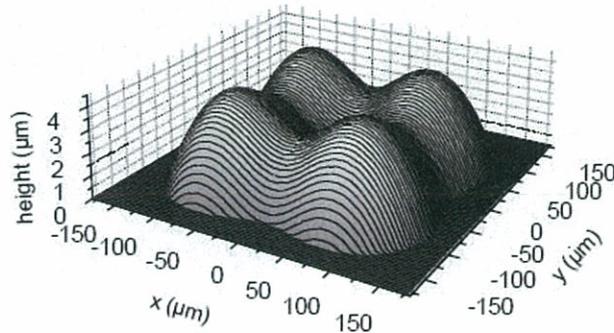


Figure 4-44: Profil de la hauteur du Beam-shapper [61].

La Figure 4-44 permet de se rendre compte du profil de l'élément. Afin qu'il soit efficace, il faut que le centre du faisceau gaussien soit aligné exactement avec le centre de l'élément. Ce type d'élément n'est donc pas très tolérant vis-à-vis des erreurs d'alignement en comparaison avec les DOE. C'est néanmoins ce type d'élément qui a été choisi pour élargir le faisceau et écrire des réseaux de par son efficacité en termes d'homogénéité d'intensité comme le montre la Figure 4-45 et de ses faibles pertes.

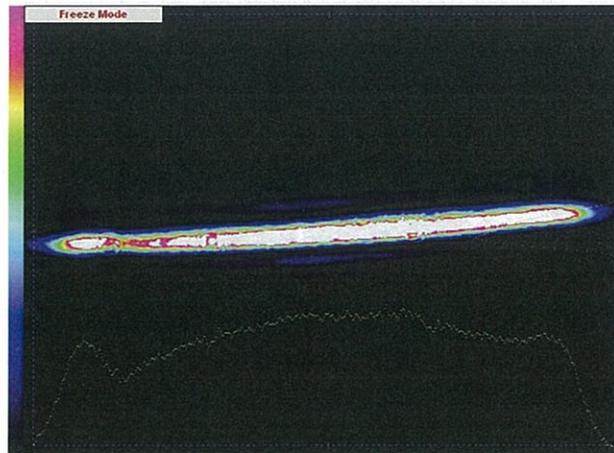


Figure 4-45: Répartition d'intensité en niveaux de couleur de la ligne de lumière générée par le *beam-shaper* réfractif.

4.4 Ecriture et résultat

Ce dernier paragraphe décrit comment les masques de phase trois réseaux haut-indice ont été implémentés sur le banc d'écriture au vol dont le principe est schématisé dans la Figure 4-46.

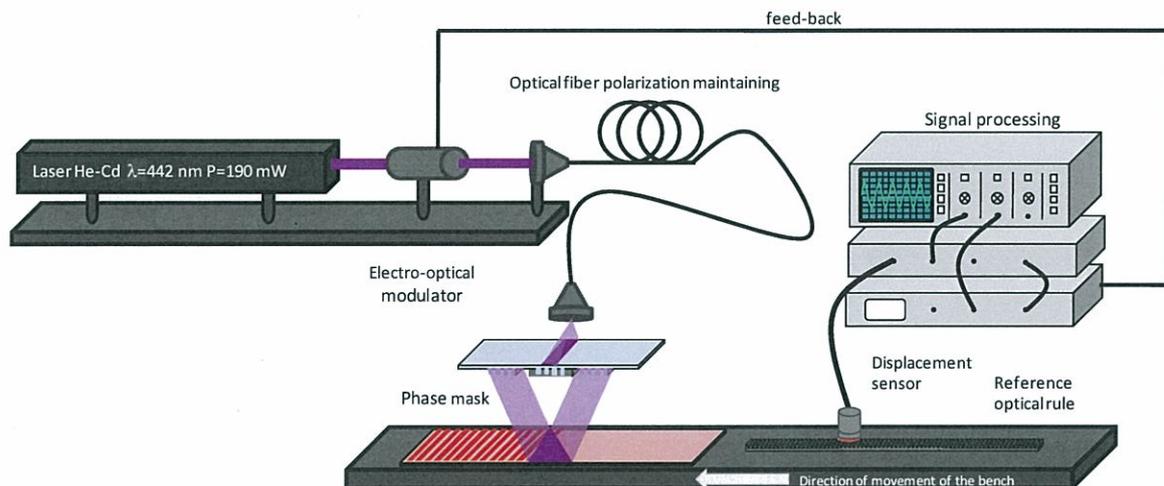


Figure 4-46: Schéma de principe de l'écriture au vol.

Le système d'élargissement du faisceau choisi est celui utilisant les générateurs d'intensités réfractifs du paragraphe 4.3.5. Cette technique est retenue car c'est elle qui allie génération d'une ligne avec un profil d'intensité suffisamment homogène et les plus faibles pertes. Les substrats utilisés pour l'écriture au vol sont en verre (BK7 ou silice fondue) recouverts d'une couche de résine photosensible (Shipley SPR 505) déposée par *spin coating*. Les signaux TTL de fréquence spatiale 500 nm du capteur de déplacement sont convertis électroniquement à une fréquence de 2 μm . L'extinction et l'allumage du modulateur électro-optique est synchronisé à partir de ce signal. Des essais d'insolation statique sont utilisés pour trouver les paramètres que sont la dose et la durée d'insolation nécessaires. Des essais en écriture dynamique sont ensuite réalisés, des photos des réseaux écrits sont visible sur la Figure 4-47.

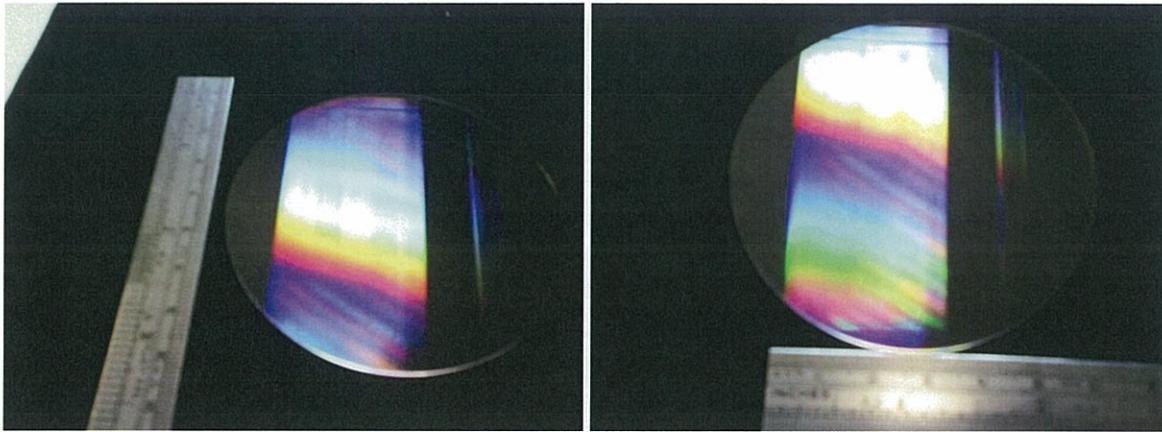


Figure 4-47: Photos de réseaux de diffraction de période $2\ \mu\text{m}$ écrits au vol à l'aide du masque de phase trois réseaux haut-indice.

Les réseaux de la Figure 4-47 ont été écrits au vol à la vitesse de $140\ \mu\text{m}/\text{seconde}$. Ces derniers n'ont pas été caractérisés autrement qu'optiquement. Néanmoins ils ne présentent pas de défaut visible à l'œil nu. Leur dimension est de $3 \times 7\ \text{cm}^2$ mais cette surface peut être augmentée en modifiant légèrement le banc, notamment le système de fixation du masque de phase qui empêche d'illuminer la totalité du masque. En conclusion, même si la surface structurée paraît petite, l'essentiel est que l'écriture au vol de réseaux larges avec un masque de phase trois réseaux fonctionne. La méthode choisie pour l'élargissement du faisceau paraît fiable, car les réseaux ont l'air homogènes. La prochaine étape consistera à utiliser l'intégralité de la largeur des masques, soit d'écrire des réseaux au vol de $10\ \text{cm}$ de large.

Chapitre 5: Vers l'écriture de réseaux de périodes ultimes, vers les 100 nm.

Les réseaux de diffraction de période inférieure aux longueurs d'onde du spectre visible ($\Lambda < 400$ nm) présentent un intérêt dans un nombre d'applications grandissant qui ont été décrites dans le chapitre 1. Citons pour rappel, quand l'ordre de grandeur des périodes mises en jeu est typiquement de 100 nm, des applications en spectroscopie de rayons X sont envisagées. Quand l'ordre de grandeur de ces mêmes périodes se situe autour de 200 nm, c'est-à-dire juste à la coupure pour qu'il n'y ait pas propagation des premiers ordres de diffraction aux longueurs d'onde visibles, des applications mettant en œuvre l'ordre zéro comme le traitement de la polarisation sont envisageables. Une technologie d'écriture de tels réseaux à l'aide de masque de phase a été développée et est décrite dans ce chapitre.

Ce développement s'est fait dans le cadre d'un réseau européen d'excellence NEMO⁹ (*Network of Excellence on Micro-Optics*) du 6^{ème} PCRDT (Programme Cadre de Recherche et Développement Technologique) européen. Le laboratoire Hubert Curien était partenaire de ce réseau et intervenait entre autre dans le *Work Package 3* intitulé *Centre for Prototyping, Mastering and Replication*. Dans ce cadre, une collaboration a été initiée dont le but était l'écriture statique de réseau de période 100 nm par masque de phase, avec pour finalité le transfert de cette technologie sur le banc d'écriture au vol. Ce réseau a permis de collaborer avec trois équipes de recherche, pour la fabrication du masque de phase haut-indice. Il s'agit du CNRS LPN (Laboratoire de Photonique et de Nanostructure) à Marcoussis, France, du Département de Physique de l'Université de Joensuu en Finlande, devenue depuis UEF (*University of Eastern Finland*) pour le réseau NEMO. Le groupe de recherche en photonique du projet ePIXnet¹⁰ de l'Université de Glasgow au Royaume-Uni, a également collaboré au projet.

Le laboratoire Hubert Curien, qui a dirigé ce projet, et les autres équipes ont fait un travail complémentaire. Le LHC a fourni son expertise dans le domaine des réseaux en matière de modélisation et de savoir-faire de fabrication. Les autres équipes ont contribué dans l'écriture de structures par faisceaux électroniques et en gravure RIE, équipements dont ne dispose pas le LHC. Cette collaboration fructueuse a donné lieu à plusieurs communications dans des conférences internationales à comité de lecture ainsi qu'à des publications dans des revues internationales [62] [47] [63] [64].

⁹ <http://www.micro-optics.org/>

¹⁰ <http://www.epixnet.org/>

5.1 Description du masque de phase

Ce paragraphe va s'attacher à présenter la structure du masque de phase capable de produire un interférogramme de période 100 nm avec une uniformité et une fréquence spatiale suffisamment pure. L'uniformité de l'interférogramme est une caractéristique essentielle, elle doit garantir l'invariance de la période quelle que soit la distance entre le masque de phase et le substrat.

5.1.1. Impératifs géométriques

Les conditions pour produire un interférogramme uniforme, c'est-à-dire invariant en z et ayant un profil d'intensité parfaitement sinusoïdal, à l'aide d'un masque de phase éclairé sous incidence normale sont : la non-propagation des ordres de diffraction transmis supérieur à 1 et l'extinction de l'ordre de diffraction 0 transmis. La condition d'existence d'une figure d'interférence, créée par le recouvrement des seuls ordres de diffraction $+1$ et -1 dont la répartition d'intensité sinusoïdale sera de période p sous le masque de phase doit vérifier l'équation 5-1 :

$$\frac{2\lambda}{n} > 2p > \frac{\lambda}{n} \quad \text{Équation 5-1}$$

dans laquelle λ représente la longueur d'onde d'exposition dans le vide et n l'indice de réfraction du milieu entre le masque de phase et le substrat, c'est-à-dire dans lequel se crée et se propage la figure d'interférence. Le milieu est généralement de l'air, mais un liquide peut être utilisé afin d'augmenter l'indice de réfraction. On peut poser le terme $\Lambda=2p$ qui est la période du masque de phase utilisé en incidence normale pour écrire le réseau.

5.1.2. Sélection de la longueur d'onde d'exposition

L'équation 5-1, décrite dans le paragraphe précédent, pose une condition sur la longueur d'onde d'écriture. Si le réseau écrit dans la résine doit avoir une période de 100 nm afin d'atteindre les 50 nm de CD, le masque de phase doit par conséquent avoir une période de 200 nm. D'après l'équation 5-1, et si on désire utiliser le masque dans l'air ($n=1$), la longueur d'onde de coupure des ordres de diffraction supérieurs à 1 pour un masque de phase de période 200 nm est 200 nm. De même, la condition pour qu'il n'y ait pas la propagation des ordres de diffraction $+2$ et -2 est que la longueur d'onde doit être supérieure à 100 nm. Les sources dans le domaine des DUV qui peuvent être utilisées dans cette configuration doivent avoir une longueur d'onde comprise entre 100 et 200 nm. Il existe deux sources couramment utilisées en lithographie UV qui remplissent ce critère : il s'agit de la ligne à $\lambda=193$ nm d'un laser excimère ArF, et la ligne à $\lambda=157$ nm d'un laser F₂.

Un autre domaine de longueur d'onde est utilisé en lithographie, car il est couvert par de nombreuses sources laser, il s'agit de celui dont les longueurs d'onde sont situées entre $\lambda=244$ et 266 nm. On peut citer dans ce domaine la source laser excimère KrF ($\lambda=248$ nm) la quatrième harmonique d'un laser Nd :YAG ($\lambda=266$ nm), et la longueur d'onde d'un laser à ions argon doublé en fréquence accordable, dont la longueur d'onde minimale se situe à $\lambda=244$ nm. C'est cette dernière source qui a été choisie pour l'écriture des réseaux. On peut remarquer que d'après l'équation 5-1, un masque de phase de période 200 nm utilisé dans l'air avec cet intervalle de longueur d'onde, ne donne pas lieu à des d'ordres $+1$ et -1 transmis. Un interférogramme en transmission ne peut donc être

produit qu'à la seule condition qu'il y ait un liquide d'immersion pour augmenter l'indice de réfraction et ainsi permettre la propagation des ordres.

5.1.3. Extinction de l'ordre zéro

L'extinction de l'ordre zéro transmis par un masque de phase quand la période est seulement légèrement supérieure à celle de la longueur d'onde d'exposition n'est pas possible dans le cas d'un masque de phase monolithique [52] avec une structure en silice fondue par exemple. Il apparaît donc nécessaire de réaliser le réseau dans une couche de matériau haut indice qui serait déposée sur le substrat en silice. Les matériaux transparents dans les longueurs d'ondes des DUV (on pense ici à la longueur d'onde 193 nm) disponibles ne sont pas nombreux. Un matériau comme le LuAG [65], qui a été développé pour cette longueur d'onde n'est, en l'état, pas disponible sous forme de couche mince, par conséquent l'utilisation d'un masque de phase en incidence normale à $\lambda=193$ nm n'est pas possible. La solution est de se tourner vers la fenêtre de longueurs d'ondes 244-266 nm, où les sources sont nombreuses et les matériaux transparents de haut indice disponibles sous forme de film mince le sont aussi. On peut citer comme exemple, l' HfO_2 , le diamant, ou le nitrure Si_3N_4 .

5.1.4. Sélection des matériaux du masque

La fenêtre de longueur d'onde choisie étant celle 244-266 nm, les conditions pour qu'il y ait des ordres de diffraction sous immersion remplissant les conditions d'un ordre 0 nul et des ordres +/-1 maximum doivent être recherchées en utilisant les matériaux disponibles. Un masque de phase standard monolithique en silice fondue avec une période de 200 nm produit des ordres de diffraction dont l'intensité est faible quand il est utilisé avec de l'eau comme liquide d'immersion. La modélisation d'un réseau fabriqué dans une couche mince haut indice déposée sur un substrat en silice permet d'annuler l'ordre zéro, et produit dans le même temps des ordres +/-1 intenses. Pour la modélisation de l'efficacité, l'eau a donc été utilisée comme liquide d'immersion et le matériau choisi fut le Si_3N_4 . Leurs indices de réfraction respectifs sont, à la longueur d'onde 244 nm, 1,38 pour l'eau [66] et $2,31+0,02i$ pour le nitrure de silicium [67]. Cette combinaison donne un contraste d'indice égale à $2,31/1,38=1,67$, ce qui est supérieur au cas où le réseau aurait été fabriqué dans le substrat de silice fondue dont l'indice de réfraction à 244 nm est égale à 1,51 [67]; Cela donne un contraste égal à $1,51/1=1,51$.

Malgré une absorption non nulle ($\alpha=0.130 \mu\text{m}^{-1}$) caractérisée par une partie imaginaire de son indice de réfraction égale à 0.002 à $\lambda=244$ nm, le matériau choisi pour la couche haut-indice est le Si_3N_4 . Le choix de ce matériau est motivé par plusieurs raisons. Le dépôt en couche mince est maîtrisé, c'est-à-dire que les couches sont homogènes en épaisseur et d'un point de vue stœchiométrique, car c'est un matériau utilisé depuis longtemps dans le domaine de la microélectronique pour fabriquer des couches de passivation dans les circuits. Les techniques de gravure standards RIE peuvent être utilisées. De plus, il est possible, en ajustant les paramètres de gravure, de réaliser des flancs quasi droits, ce qui permet de se rapprocher de la forme des créneaux utilisés pour la modélisation.

5.2 Fabrication du masque de phase

Ce paragraphe va s'attacher à décrire les différentes étapes de fabrication des masques de phases haut-indice, à commencer par l'étape de modélisation qui permet de fabriquer la structure la plus efficace.

5.2.1. Modélisation

5.2.1.1. Description des paramètres variables

La modélisation du masque de phase est basée sur l'approche modale dans les réseaux qui rend plus adéquate cette technique surtout lorsque qu'une couche haut-indice est utilisée. Le masque de phase utilisé pour cette application doit répondre à trois critères : pas d'ordre de diffraction supérieur à 1, incidence normale en vue de doubler la fréquence spatiale du réseau par rapport au masque, et ordre zéro le plus faible possible. Les deux premières conditions impliquent que deux modes de réseau pairs peuvent se propager et être excités [52]. Comme le contraste d'une figure d'interférence à deux ondes en polarisation TM n'est jamais égal à 100 %, et peut d'ailleurs chuter jusqu'à zéro si les ordres + 1 et - 1 sont orientés à 45° par rapport à la normale du réseau, seul la polarisation TE sera considérée. Il y a deux conditions pour réaliser l'extinction de l'ordre zéro : il faut d'une part que les modes de réseau TE_0 et TE_2 soient excités de manière uniforme par une onde plane incidente à travers la silice fondue constituant la base du masque. Le mode impair TE_1 n'est pas excité, car son champ excité par une onde plane en incidence normale est zéro. D'autre part, la différence de phase entre ces deux modes, durant leur propagation dans la couche structurée, doit être égale ou proche de π . Il a été démontré [52] qu'il est possible d'obtenir ces conditions si la différence d'indice entre les plots et les espaces de la couche structurée est grande, ce qui peut être obtenu en utilisant un matériau diélectrique haut-indice. La réflexion et le couplage des modes aux extrémités de la couche doivent bien évidemment être pris en considération pour plus de précision dans la modélisation. Dans un masque de phase binaire, le problème d'interférence et de couplage entre les modes TE_0 et TE_2 peut être ramené à un interféromètre Mach-Zehnder qui donne un champ nul dans une de ces branches, ce qui correspond à l'ordre 0. Il est donc possible dans ce cas d'utiliser le code basé sur la méthode modale décrit dans le chapitre 3, pour déterminer les paramètres d , s et l de la structure silice fondue- Si_3N_4 -eau, qui propage un ordre zéro transmis le plus faible possible.

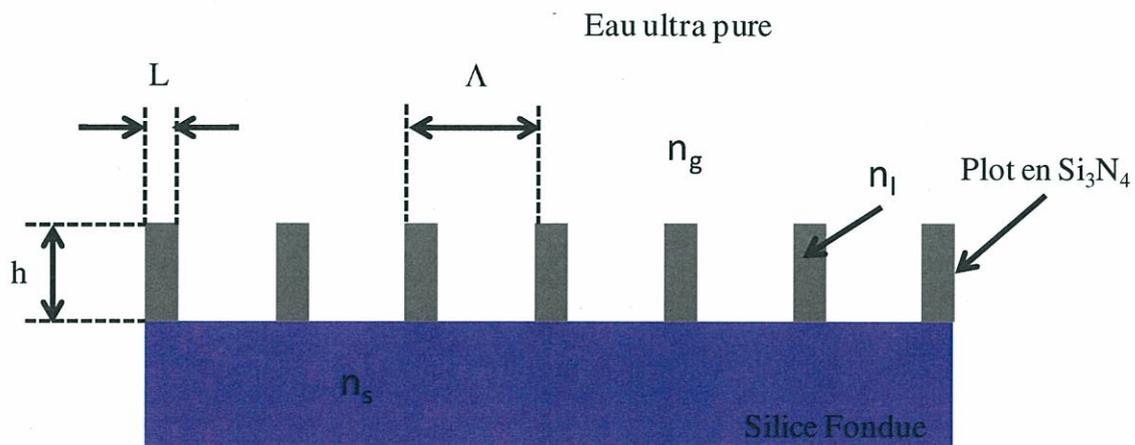


Figure 5-1: Schéma de la structure du masque de phase haut-indice.

L'option permettant de trouver la structure optimale du code de modélisation est utilisée pour un réseau de période 200 nm à la longueur d'onde 244 nm, les paramètres variables sont la hauteur et la largeur des plots de matériau haut-indice. Le programme va calculer par itération la structure optimale jusqu'à atteindre celle qui permet d'obtenir un ordre zéro transmis le plus faible possible. Le Tableau 7 donne les paramètres utilisés pour la modélisation ainsi que le résultat obtenu : des plots de dimensions h=150 nm de hauteur sur L=49 nm de large.

Période du réseau	200 nm
longueur d'onde d'exposition	244 nm
indice de réfraction du SiO ₂ @ 244nm	1,509
indice de réfraction du Si ₃ N ₄ @ 244nm	2,3107 + 0,0265 i
indice de réfraction du H ₂ O @ 244nm	1,3807
hauteur des plots	150 nm
largeur des plots	49 nm
largeurs de l'espace entre les plots	151 nm
polarisation du faisceau incident	TE
angle d'incidence	0°

Tableau 7: Résumé des caractéristiques du masque de phase haut-indice.

Les résultats sur les dimensions de la largeur et de la hauteur des plots données dans le Tableau 7, sont ceux qui donnent un ordre zéro le plus faible combiné à des ordres + 1 et - 1 les plus efficaces possibles, ces efficacités sont données par le Tableau 8.

ordre	Efficacités en %
0	3,42
+ / - 1	34,04

Tableau 8: Efficacités théoriques des ordres de diffraction en utilisant les paramètres optimums fournis par la modélisation.

Il apparaît que l'ordre zéro ne peut pas être complètement annulé avec un masque en Si₃N₄ à la longueur d'onde 244 nm sous immersion. La modélisation a pris en compte l'absorption de Si₃N₄ à cette longueur d'onde. La différence de phase entre les modes TE₀ et TE₂ accumulée durant leurs propagation à travers la couche haut indice structurée doit être égale à π . Pour une épaisseur de 150 nm on trouve :

$$\frac{2\pi}{\lambda} (n_{e0} - n_{e2}) d = 3.932 \quad \text{Équation 5-2}$$

avec les indices effectifs $n_{e0}=1.91078 + i 0.00512$ et $n_{e2}=0.892732 + i 0.002560$ calculés à l'aide du programme de modélisation. Le fait que la contribution dans l'annulation de l'ordre zéro due au déphasage entre les modes TE₀ et TE₂ ne soit pas exactement égale à π , n'est pas le principal problème. Le procédé de minimisation de l'ordre zéro est un problème à deux variables (profondeur du réseau et rapport ligne/espace de la structure) que le programme de modélisation ne prend en compte que de façon numérique. L'évolution de l'efficacité de l'ordre zéro en fonction de ces deux paramètres sera décrite dans le paragraphe suivant.

5.2.1.2. *Evolution de l'efficacité des ordres de diffraction : tolérance de fabrication*

Ce même code permet d'étudier l'effet de la variation des paramètres optimums autour de leurs valeurs optimales sur les intensités des ordres transmis et donc de la tolérance lors de la fabrication du masque. Ces variations sont données par les Figure 5-2 et Figure 5-3 qui représentent respectivement l'évolution de l'intensité des ordres de diffraction 0 (ligne en pointillés rouge) et +/-1 (trait plein bleu) en fonction de la hauteur des plots de Si_3N_4 et de leur largeur.

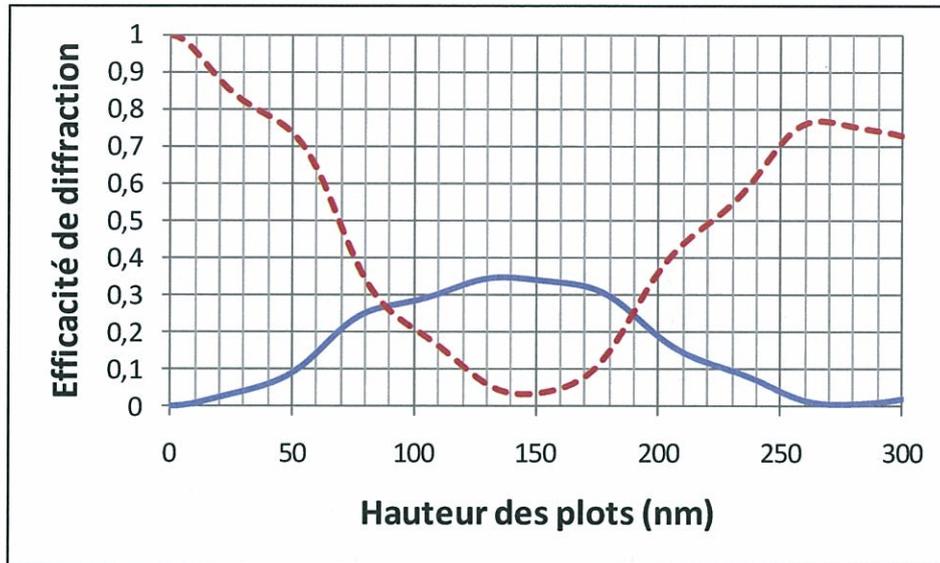


Figure 5-2: Efficacités des ordres de diffraction 0 (pointillés), et +/- 1 (trait plein) suivant la hauteur des plots d'une largeur de 50 nm.

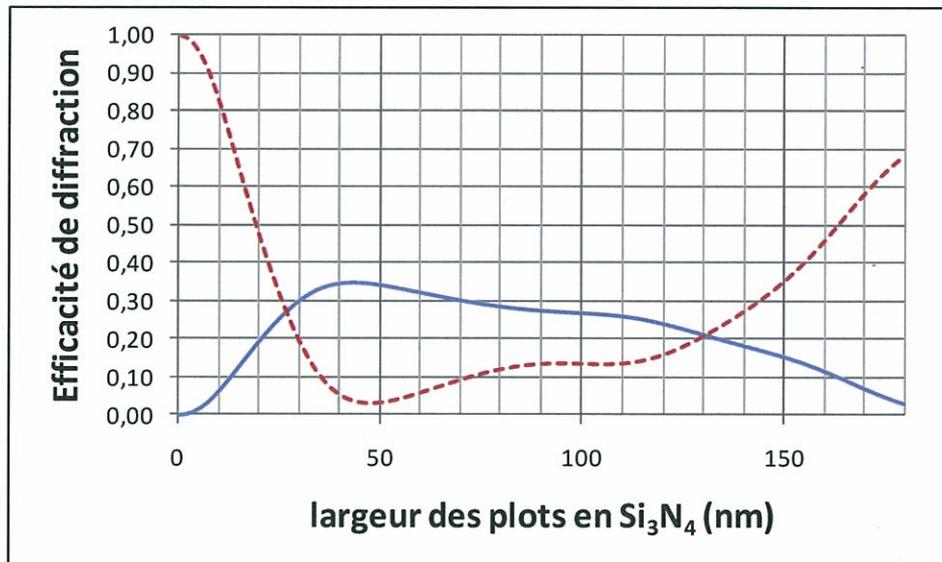


Figure 5-3: Efficacités des ordres de diffraction 0 (pointillés), et +/-1 (trait plein) suivant la largeur des plots de Si_3N_4 d'une hauteur de 150 nm.

La Figure 5-2 et la Figure 5-3 montrent qu'il n'est pas possible d'annuler l'ordre zéro transmis en dessous de 4% avec une couche en Si_3N_4 quelle que soit la hauteur des plots et le rapport ligne/espace considéré. La Figure 5-2 qui montre l'évolution des efficacités de diffraction en fonction de la hauteur des plots de Si_3N_4 met en évidence que la hauteur de plot qui annule l'ordre zéro se situe bien à 150 nm, mais que cette hauteur peut varier de quelques nanomètres autour de cette valeur sans pour autant compromettre l'efficacité du masque.

Pour étudier les tolérances sur les dimensions des plots, on fixe comme condition que l'ordre zéro doit rester inférieur à 4 %. La Figure 5-4 montre l'évolution de l'efficacité de l'ordre zéro aux alentours de la valeur optimale obtenue par la modélisation.

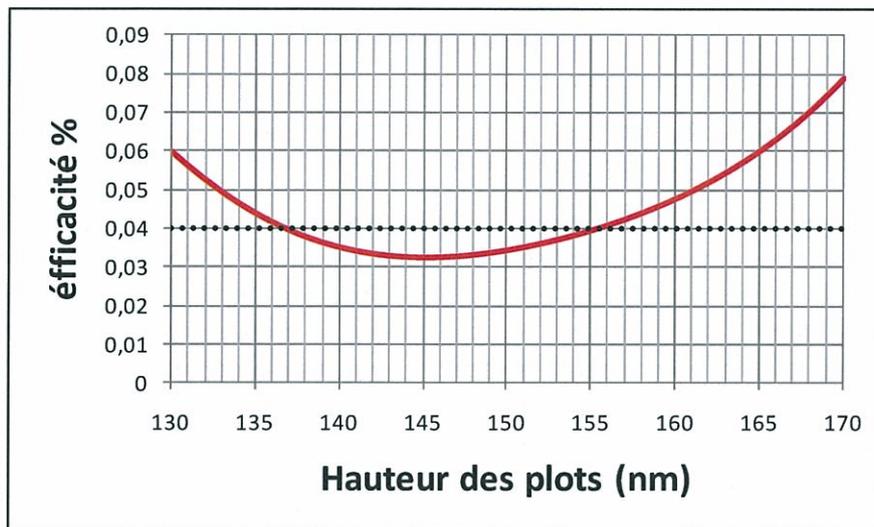


Figure 5-4: Evolution de l'efficacité de l'ordre zéro en fonction de la hauteur des plots de Si_3N_4 autour de la valeur optimale.

On s'aperçoit que si la hauteur des plots varie entre 133 et 155 nm, l'efficacité de l'ordre zéro transmis reste inférieure à 4 % (ligne pointillée noire sur la Figure 5-4) de la puissance incidente. Dans ce même intervalle, l'efficacité des ordres +/- 1 reste supérieure à 33%. Cette précision d'une vingtaine de nanomètre sur la profondeur, c'est-à-dire sur la gravure de la couche de Si_3N_4 , est tout à fait accessible.

La Figure 5-3 montre l'évolution des efficacités de diffraction en fonction de la largeur des plots de Si_3N_4 et met en évidence que la largeur de plot qui annule le mieux l'ordre zéro se situe bien à 49 nm. De la même manière que pour la hauteur, l'étude de l'efficacité de diffraction de l'ordre zéro autour de cette valeur va nous permettre de trouver les tolérances sur la largeur des plots pour que le masque reste efficace.

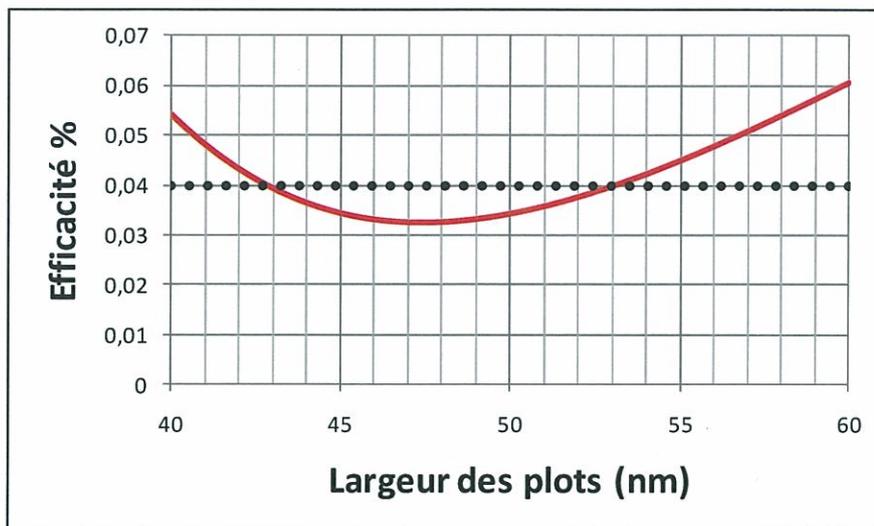


Figure 5-5: Evolution de l'efficacité de l'ordre zéro en fonction de la largeur des plots de Si_3N_4 autour de la valeur optimale.

On s'aperçoit que si la largeur des plots varie entre 43 et 53 nm, l'efficacité de l'ordre zéro transmis reste inférieure à 4 % (ligne pointillée noire sur la Figure 5-5) de la puissance incidente. Dans ce même intervalle, l'efficacité des ordres +/- 1 reste supérieure à 33%. Pour la largeur des plots, la tolérance autour de la valeur optimale est plutôt faible (+/- 5 nm). Une telle tolérance peut être atteinte avec une machine d'écriture *e-beam* sans difficulté, et permet d'obtenir des lignes de résine de la largeur voulue. La plus grande source d'erreur va se situer lors de l'étape de gravure. C'est au moment du transfert du motif dans la couche de matériau haut indice, qu'une modification de la largeur va intervenir. Le contrôle de la largeur des lignes dans la couche va nécessiter un travail de calibration indispensable des paramètres du procédé de gravure RIE.

5.2.1.3. Modélisation de l'interférogramme sous le masque

Pour cette partie, c'est l'option permettant le calcul des champs du programme de modélisation qui va être utilisée. Il est en effet intéressant de connaître l'évolution de l'interférogramme sous le masque de phase : pour savoir si sa période est bien de 100 nm comme prévue, et de voir l'influence d'un ordre zéro, même minime sur l'interférogramme. La Figure 5-6 et la Figure 5-7 représentent l'évolution de l'intensité de l'interférogramme généré par le recouvrement des ordres de diffraction + et - 1 mais aussi zéro. C'est en fait l'intensité du champ électrique qui est représentée en fonction de la direction x (colinéaire au vecteur \mathbf{K}_g) et z (direction colinéaire à la normale au réseau).

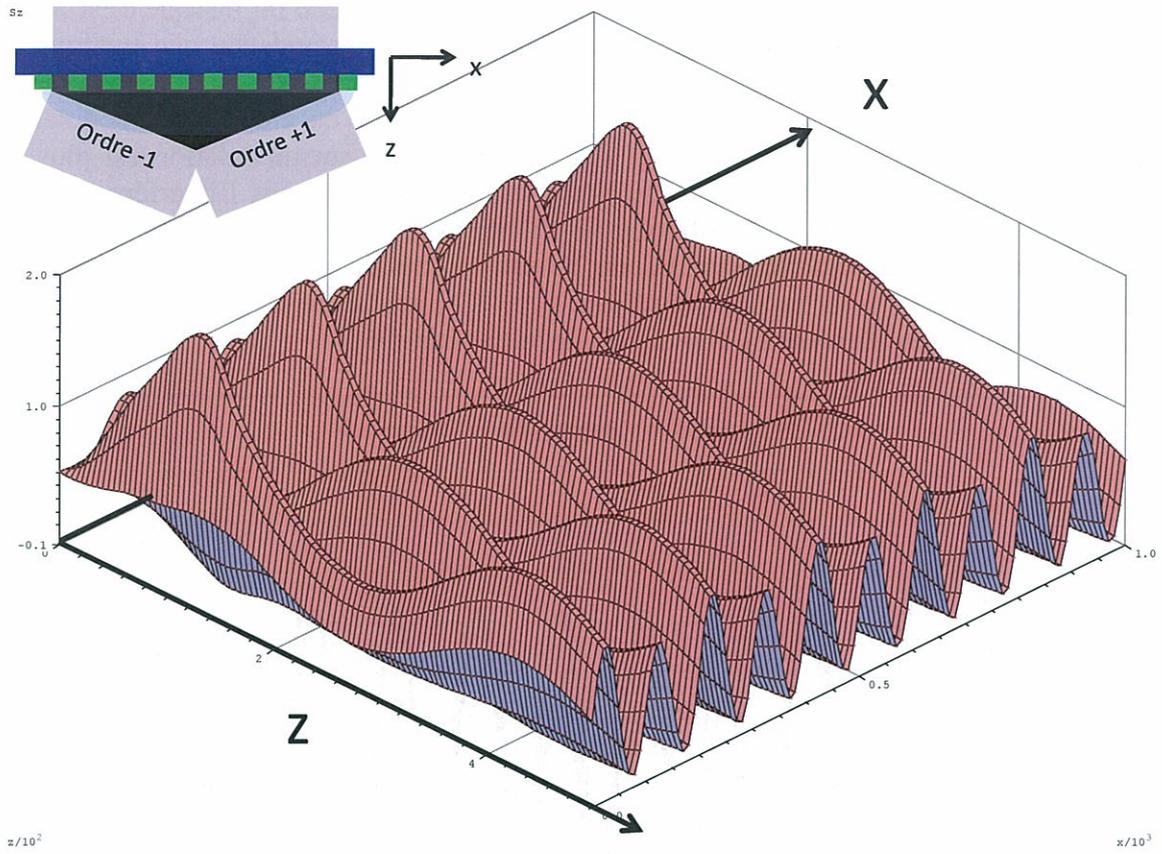


Figure 5-6: Evolution de l'intensité de l'interférogramme sous le masque de phase, vue en 3D.

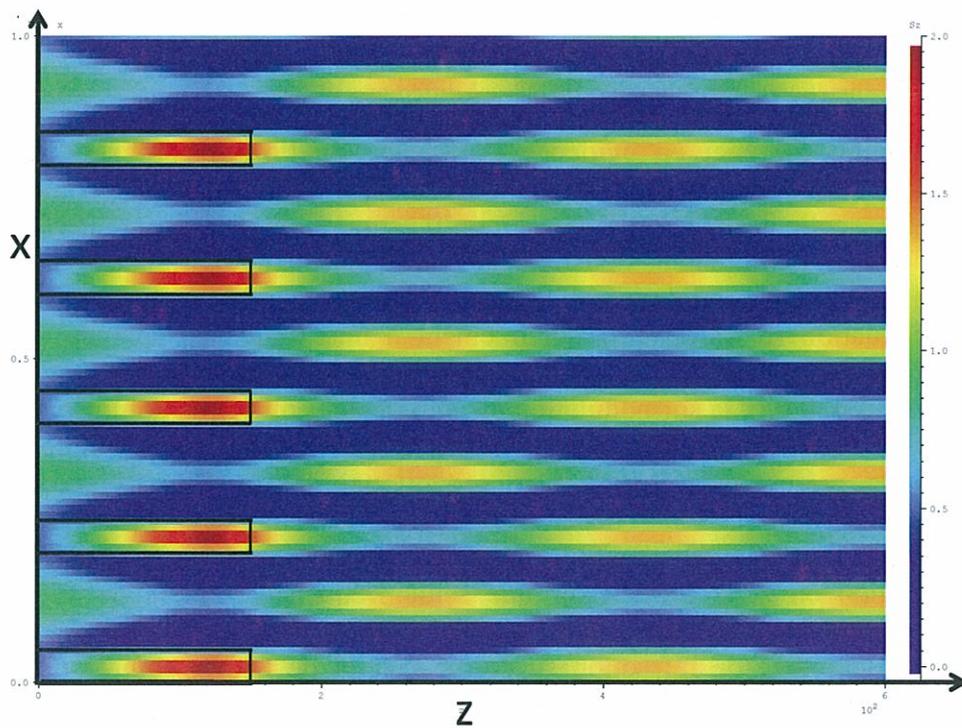


Figure 5-7: Evolution de l'intensité de l'interférogramme sous le masque de phase. Représentation en échelle de couleur. Les rectangles noirs à gauche de la figure représentent les plots en Si_3N_4 .

La période de l'interférogramme est bien la moitié de celle du masque c'est-à-dire 100 nm. Les Figures ci-dessus permettent de mettre aussi en évidence une modulation dans la direction z , direction sous le masque normale au réseau. Cette modulation est due à l'ordre zéro non nul qui perturbe la figure d'interférence en créant une modulation périodique dans la direction z . On peut s'apercevoir que la sur-modulation est plus ou moins importante suivant la position où l'on mesure l'intensité sous l'interférogramme. La Figure 5-8, représente la distribution de l'intensité de l'interférogramme suivant la direction x colinéaire au vecteur K_g du réseau. Cette distribution est modélisée à différentes distances z par rapport au réseau. A $z= 270$ nm (ligne rouge en tirait), $z=350$ nm (ligne bleue trait plein) et $z= 430$ nm (ligne verte pointillée).

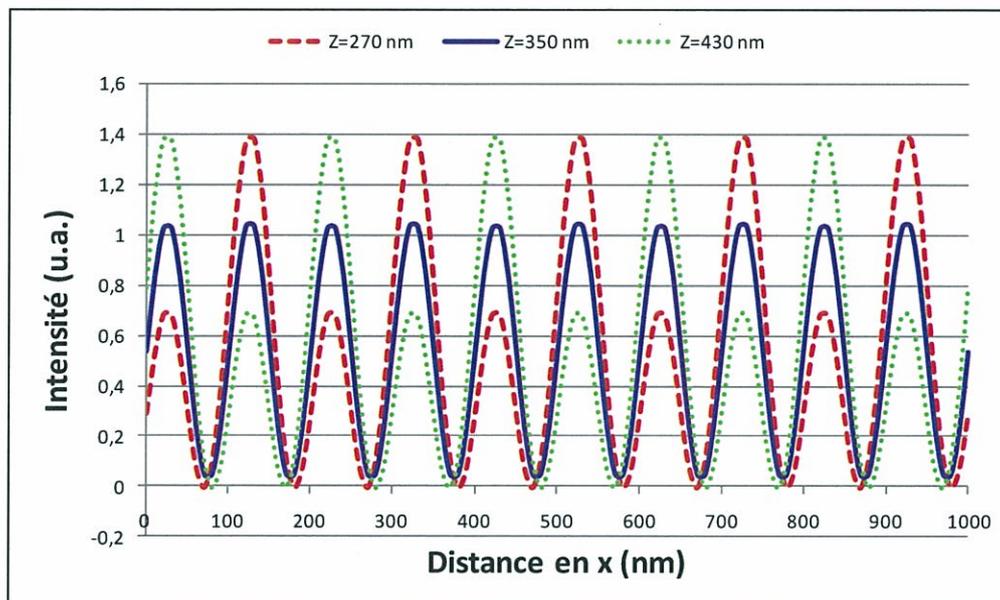


Figure 5-8: Distribution d'intensité dans l'interférogramme dans la direction x sous le masque de phase à différentes distances.

La Figure 5-8 met en évidence l'influence de l'ordre zéro résiduel qui fait apparaître une surmodulation dans l'interférogramme d'une fréquence spatiale deux fois plus grande que celle désirée. On s'aperçoit qu'il est possible d'avoir un interférogramme de période 100 nm parfaitement sinusoïdal si l'on se place à une distance du masque telle que l'influence de la surmodulation est nulle, c'est le cas quand la distance est égale à 350 nm. Cette situation se retrouve périodiquement à une fréquence spatiale de 170 nm comme le montre la Figure 5-7. Dans le cas extrême, par exemple quand on se place à la distance 270 où 430 nm, la surmodulation est maximale. Entre deux sommets consécutifs de la sinusoïde sur-modulée, il y a une différence d'intensité variant du simple au double. En résumé, la présence de l'ordre zéro produit une figure d'interférence avec une dépendance en z sans pour autant déplacer la position des maxima de l'interférogramme.

L'idéal serait bien sûr d'annuler complètement l'ordre zéro pour s'affranchir de cette modulation en z , et ainsi avoir une seule fréquence spatiale de 100 nm dans l'interférogramme. Ceci serait possible en écrivant le réseau du masque de phase dans une couche avec un indice de réfraction supérieur à celui de Si_3N_4 , comme du HfO_2 par exemple. Malheureusement, il est difficile d'obtenir un réseau binaire avec des flancs droits, indispensable à une annulation de l'ordre zéro, avec un matériau tel que HfO_2 . Sa gravure requiert l'énergie ionique cinétique du procédé RIBE pour éliminer les produits de gravure non-volatile des sillons. Cette érosion a pour conséquence de réduire la verticalité des flans, et de les rendre pentus. La gravure par RIE n'est pour l'heure pas

non plus envisageable, malgré l'existence de procédés gravant le HfO_2 (ces procédés sont à base de BCl_3 , O_2 et ou Cl_2), car ils produisent aussi des résidus qui restent et obstruent les sillons du réseau.

5.2.2. Fabrication du masque de phase

Une fois les paramètres géométriques du masque fixés, la structuration de la couche de nitrure a été confiée à trois équipes issues des réseaux NEMO et ePIXnet : LPN, Joensuu (JOE) et Glasgow. Le point commun entre ces équipes est qu'elles disposent chacune d'une machine d'écriture par faisceau électronique, mais de marque différente, ainsi que de bûtes de gravure sèche pour le transfert du motif dans la couche de nitrure. Les échantillons sur lesquels elles ont travaillé sont les mêmes, il s'agit de substrats d'un diamètre de 4 pouces (10 cm) en silice fondue sur lesquels une couche de nitrure de silicium (Si_3N_4) a été déposée par LPCVD (pour déposition chimique en phase vapeur sous faible pression en français) à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, *Center for Micronanotechnology* (EPFL CMI) ; Lausanne, Suisse. Le procédé LPCVD a été choisi afin d'augmenter l'homogénéité des couches. Chaque équipe part donc du même point, les masques seront écrits avec des stratégies d'écriture et de gravures différentes et seront comparés.

5.2.2.1. Écriture des structures par *e-beam*

Les trois partenaires cités plus haut utilisent donc chacun leur machine d'écriture qui sont légèrement différentes. La stratégie pour atteindre le rapport ligne/espace souhaité est laissée à l'appréciation des partenaires. Le Tableau 9 résume les principaux paramètres utilisés par les différents partenaires.

	LPN	Joensuu	Glasgow
Type de machine	Leica EBPG5 HR	Vistec EBPG 5000+ ESHR	Vistec VB6 UHR EWF
Energie du faisceau électronique	100 keV	50 keV	100 keV
Pas du faisceau	5 nm	10 nm	1,285 nm
Taille du champ	320*320 μm^2	100*100 μm^2	1200*1200 μm^2

Tableau 9: Paramètres des machines d'écriture *e-beam* utilisés.

5.2.2.2. Gravure des substrats

Pour la gravure aussi, chaque partenaire a été libre de choisir la méthode de gravure de façon à arriver à une profondeur de 150 nm. Pour le LPN, une résine sensible aux électrons positive à base de PMMA a été utilisée comme masque pour définir les lignes de 50 nm de large. Un procédé de gravure RIE est utilisé pour éliminer le Si_3N_4 entre les lignes de PMMA. Les paramètres tels que le flux de gaz et la puissance ont été choisis pour obtenir des murs les plus verticaux possibles afin de se rapprocher le plus possible de la géométrie du masque modélisé. La Figure 5-9, est une vue en coupe prise au MEB d'un réseau de période 200 nm dont les plots font 50 nm de large, réalisé sur un substrat en silicium, utilisé pour calibrer les paramètres de gravure.

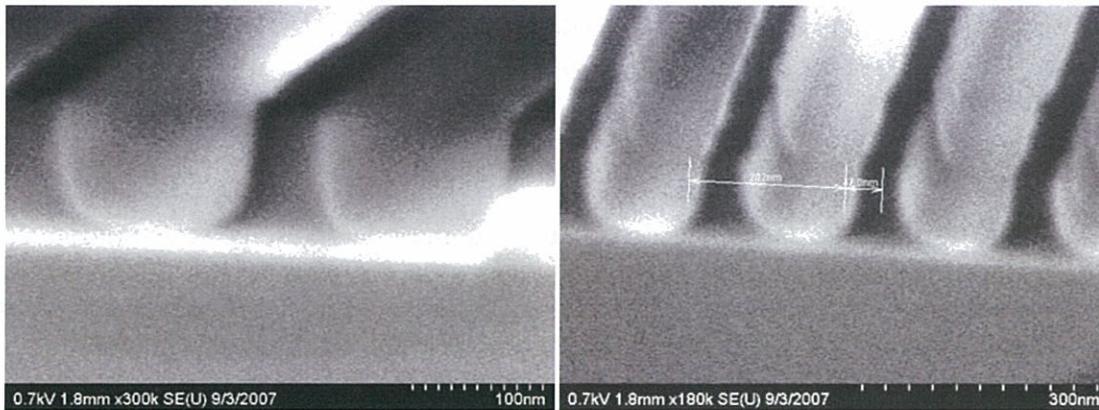


Figure 5-9: Images MEB en coupe d'un réseau de période 200 nm composé de lignes en nitrure de silicium de 50 nm de large sur un substrat de silicium utilisé pour affiner les paramètres de fabrication du masque du LPN. Droite : grossie 300 000 fois ; gauche 180 000.

La vue prise au MEB de la Figure 5-9, qui est une couche de nitrure de silicium structurée sur un substrat de silicium, montre bien que les paramètres de gravure ont été correctement ajustés et que les flans des lignes sont correctement verticaux.

L'équipe de Joensuu en Finlande a elle aussi utilisé une résine à base de PMMA pour l'écriture des lignes par *e-beam*, mais ne l'a pas utilisée comme masque directement pour la gravure. C'est la technique dite de lift-off qui a été utilisée. La résine exposée a été développée à l'aide d'une solution de méthylisobutylcétone (MIBK) et d'isopropanol (1:2). Le masque en métal pour la gravure, en chrome, d'une épaisseur de 20 nm a été déposé par évaporation. Le substrat a ensuite été plongé dans un bain d'acétone afin d'enlever la résine restante. La structure en chrome résultante a servi de masque pour graver la couche de Si_3N_4 . La RIE a été réalisée dans un bâti de gravure Oxford Instrument Plasmalab 80. Un mélange gazeux de CHF_3 et d' O_2 (ratio 20 :1) dans une pression de 20 mTorr a été utilisé. La vitesse de gravure est de 35 nm par minutes avec de tels paramètres. Une fois la gravure terminée, le masque de chrome est enlevé par gravure humide en plongeant le substrat dans un bain de nitrate de cérium et d'ammonium et d'acide acétique.

L'équipe de l'université de Glasgow a quant à elle, utilisé une machine de gravure BP 80 utilisant du CHF_3 pendant 6 minutes suivi d'un nettoyage au plasma O_2 pour enlever les résidus de résine après gravure.

Les masques ainsi fabriqués ont ensuite été renvoyés au laboratoire Hubert Curien qui s'est chargé de les caractériser.

5.2.3. Caractérisation des masques

5.2.3.1. Caractérisation optique

Le but étant d'utiliser les masques pour écrire des réseaux de période 100 nm à la longueur d'onde $\lambda=244\text{nm}$, une caractérisation optique a donc été réalisée à cette longueur d'onde. Le principe est simple, chaque masque est illuminé en incidence normale et en polarisation TE, une goutte d'eau est déposée sur le réseau afin d'obtenir les paramètres de modélisation et de permettre la propagation des ordres + et - 1 en transmission. Pour plus de facilité, un prisme en silice fondue dont la partie supérieure a été coupée parallèlement à la base est utilisé sur les masques afin que la goutte d'eau n'agisse pas comme une lentille, et entraîne une divergence du faisceau. Si tel avait été le cas, la mesure des efficacités aurait été difficile et peu répétable.

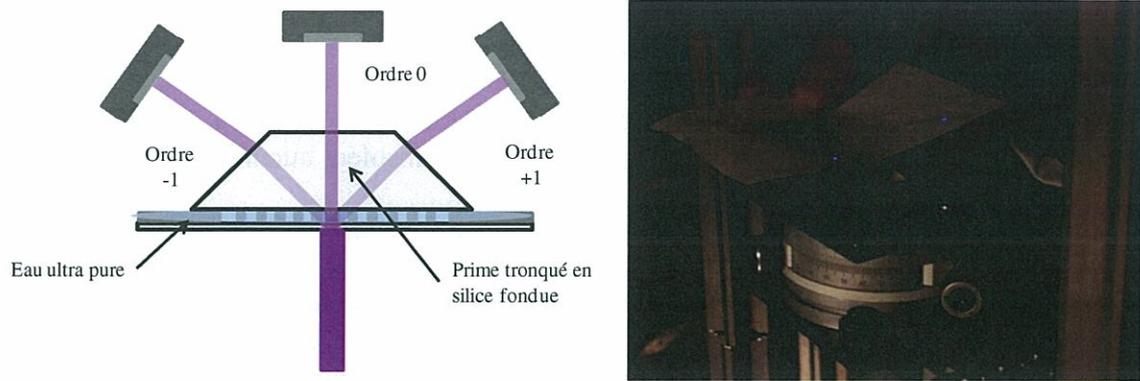


Figure 5-10: Schéma et photo du montage servant à la caractérisation optique des masques de phase haut indice.

La Figure 5-10, est divisée en deux parties : à gauche un schéma représente le dispositif utilisé pour caractériser optiquement les masques. Le prisme coupé est déposé sur le masque sur lequel une goutte d'eau aura été préalablement déposée. Il sert à piéger et faire ressortir dans l'air les ordres de diffraction en les gardant collimatés. Le mesureur de puissance (Thorlabs S120 UV, détecteur avec une cellule de silicium, sensibilité 50 nW-50 mW) est placé dans la direction des ordres diffractés pour en mesurer la puissance. La partie droite de la Figure 5-10 est une photo prise durant la caractérisation ; on aperçoit trois points bleus lumineux sur la feuille de papier tenue à proximité. Ils correspondent aux ordres + et - 1 sur les extrémités et à l'ordre zéro au centre. On peut à ce stade remarquer par simple observation que l'ordre zéro n'est pas nul mais cependant plus faible que les autres.

Une mesure de la puissance incidente, ainsi que la mesure de l'intensité lumineuse dans chaque ordre permettent de mesurer l'efficacité dans les ordres zéro et +/- 1. Le Tableau 10 nous donne ces valeurs, elles sont exprimées en pourcentage de la puissance lumineuse dans chaque ordre par rapport à la puissance lumineuse incidente.

	Echantillon	LPN A	LPN 1	LPN2	JOE A	JOE B1	JOE B2	JOE B3	JOE B4
puissance lumineuse en % de la puissance incidente	ordre 0	7,9	5,6	17,2	6,9	7,8	8,6	5,3	7,9
	ordres +/-1	25	23,4	24,8	22,8	26	29,6	19,9	22,7

Tableau 10: Présentation des efficacités de diffraction mesurées pour chaque masque de phase.

La mesure des efficacités avec le masque fabriqué à Glasgow n'apparaît pas dans le Tableau 10 car les efficacités des ordres de diffractions +/- 1 étaient trop faible. Il y a sûrement eu un problème soit au moment de l'écriture du réseau dans la résine à cause d'une mauvaise calibration de l'*e-beam*, soit au moment du transfert de la structure en résine par gravure dans la couche de Si_3N_4 . Après discussions il est fort possible que le problème soit intervenu au moment de l'écriture. La stratégie employée pour écrire ce masque était d'utiliser un seul et unique champ de grande dimension ($1200 \times 1200 \mu\text{m}^2$). Dans cette configuration, si l'échantillon est légèrement incliné, la surface n'est pas parallèle, la distance entre la surface et le canon à électrons n'est donc pas parfaitement définie. Si elle n'est pas recalculée durant l'écriture, cela peut amener à une situation où le plan focal du faisceau n'est pas confondu au plan de la surface. La conséquence est que

le faisceau n'est plus focalisé sur la surface, et c'est un faisceau dont les dimensions sont de plusieurs dizaines de nanomètres qui se retrouve à écrire un réseau dont les lignes font 50 nm de large. Cette situation a probablement conduit à insoler toute la surface du réseau, ce qui a eu pour conséquence de ne pas produire de modulation dans la résine. Au moment du développement, toute la résine ayant été insolée, aucune structuration n'est apparue.

Le meilleur des masques de phase caractérisés optiquement présente moins de 6% de la puissance incidente dans l'ordre zéro et près de 25% dans les ordres + et - 1. Concernant l'atténuation de l'ordre 0 : 3.4% de l'intensité était attendue dans ce dernier d'après la structure idéale modélisée. On peut aussi observer un déficit dans l'efficacité de diffraction des ordres + et -1 transmis ; ceux-ci sont mesurés à une vingtaine de pourcent chacun alors que la modélisation permettait d'espérer plus de 34% dans chacun d'entre eux.

La différence observée entre les résultats théoriques et expérimentaux aurait pu être due au Si_3N_4 qui aurait été plus absorbant, avec une partie imaginaire de son indice de réfraction plus grande que celle donnée dans la littérature (l'indice utilisé lors de la modélisation $n_{\text{Si}_3\text{N}_4}=2.31+ i 0.027$ a été calculé dans la référence [66]). L'indice, et en particulier l'absorption des couches de Si_3N_4 , a été mesuré expérimentalement, il en ressort que la partie imaginaire de l'indice de réfraction à la longueur d'onde 244 nm obtenue expérimentalement est égale à 0.024. Le déficit d'intensité dans les ordres +/-1 ne peut donc être expliqué que par la géométrie des plots, qui sera analysée dans le paragraphe 5.2.3.3.

5.2.3.2. *Mise en évidence des erreurs de raccordement de champs*

Les mesures optiques des efficacités de diffraction des masques ont conduit à l'observation d'une figure « intrigante ». En effet, pour caractériser optiquement les masques, il fallait déposer une goutte d'eau ultra-pure entre le masque et le prisme. Avant de déposer le prisme, la goutte d'eau forme une demi-sphère sur le masque qui agit comme lentille qui fait diverger les faisceaux (i.e. les ordres de diffraction) générés par le masque. L'observation de ces ordres en champs lointain à travers cette lentille a pu être enregistrée à l'aide d'un appareil photo numérique dont l'image est représentée par la Figure 5-11 ci-dessous.

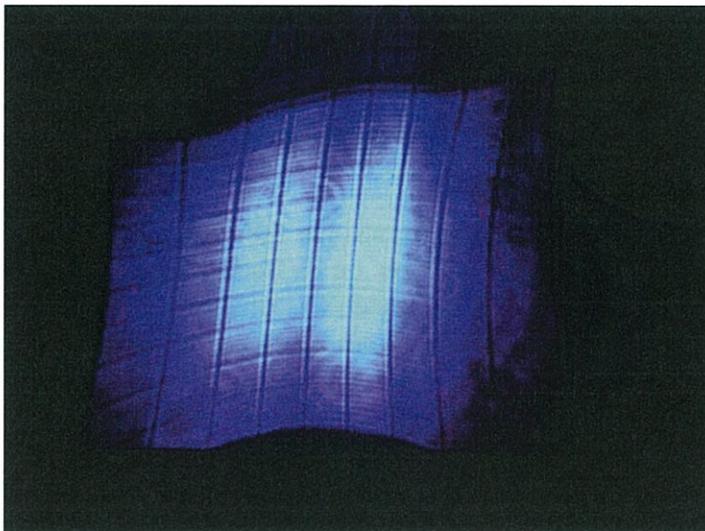


Figure 5-11: image de l'ordre de diffraction -1 à travers une goutte d'eau en champ lointain.

La Figure 5-11 montre que l'ordre de diffraction -1 observé à travers la goutte d'eau est de forme carrée, ce qui est logique car c'est la forme du masque même si elle apparaît distordue à cause de la goutte d'eau semi-sphérique. L'observation la plus intéressante est qu'elle présente une sorte de quadrillage régulier. Il se trouve que ce quadrillage est sans aucun doute présent sur la surface du masque. Les masques en question ont donc été observés à l'aide d'un microscope optique, comme illustré sur la Figure 5-12.

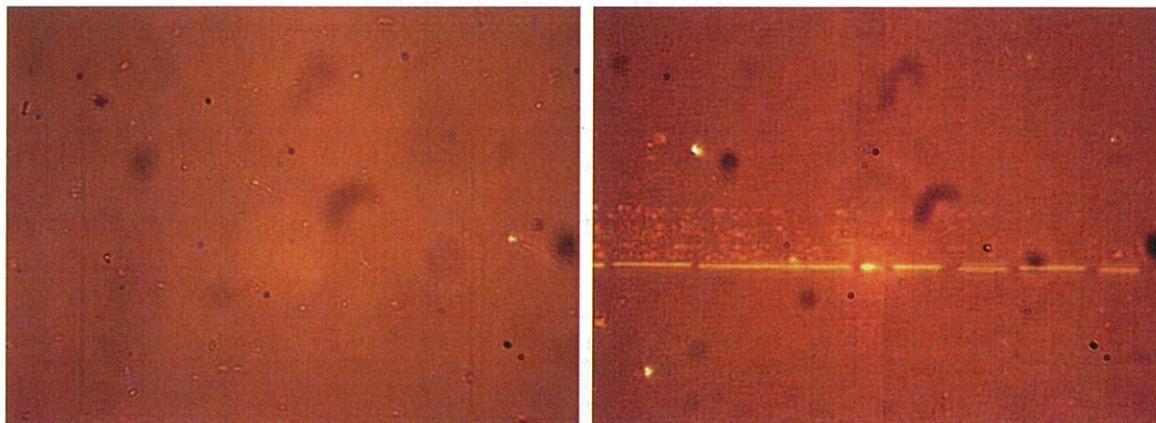


Figure 5-12: Images prises au microscope optique du masque de phase LPN 1 mettant en évidence les erreurs de *stitching*. Gauche : grossie 100 fois, les dimensions du carré sont de 320 µm de côté. Droite : Grossie 150 fois, la largeur des bandes est de 4,7 µm.

Il apparaît clairement que ces lignes ne sont pas dues à un effet d'optique, mais ont bel et bien été transférées dans la couche de Si_3N_4 . Leur origine est due aux raccordements des champs et des sous-champs lors de l'écriture avec la machine *e-beam*. L'image de gauche de la Figure 5-12 montre un carré dont les dimensions sont de 320 µm de côté. Cette dimension correspond exactement à la taille des champs utilisés lors de l'écriture des réseaux au LPN. De plus, la figure de droite de la même image représente une vue du même carré mais grossie 150 fois. On peut y apercevoir une deuxième périodicité qui a été mesurée à 4,7 µm, ce qui correspond à la taille des sous champs de la machine d'écriture.

Le contraste du quadrillage lors de l'observation de l'ordre en champ lointain est grand, ce qui signifie que les erreurs de raccordement de champs sont suffisamment importantes au point de produire des interférences destructives sur les lignes correspondantes à ces dernières. Ces erreurs limitent le rendement de tels masques, perturbent le front d'onde et l'homogénéité de la distribution d'intensité. Ce problème est et sera de moins en moins d'actualité car les nouvelles générations de machine d'écriture *e-beam* réduisent ces erreurs de raccordement à quelque nanomètres. Notre partenaire a été informé de ce problème et a mis en place une nouvelle stratégie d'écriture de masque de phase de même caractéristique. La nouvelle stratégie est basée sur la calibration de la déflexion du faisceau électronique en mesurant la variation de la hauteur de la surface de l'échantillon. Ces précautions permettent de réduire les erreurs de raccordement à leurs valeurs les plus basses 20 nm pour la machine VISTEC 5000+ [48].

Le partenaire LPN a renvoyé un deuxième jeu de masque de phase à la fin de l'année 2008 qui comptait deux substrats nommé LPN 3 et LPN 4. Ces substrats comportaient respectivement 3 masques nommés de A à C sur LPN 3, et 5 masques nommés de A à E sur LPN 4. Ces masques ont une particularité par rapport à ceux du premier envoi : ils ont une couche de Si_3N_4 de 150 nm d'épaisseur sur la face opposée

aux masques, dont l'influence sur les efficacités de diffraction à été modélisée ; il s'agit en fait d'une diminution globale des efficacités due à l'absorption de la couche à la longueur d'onde 244 nm. Une telle couche va avoir pour conséquence de ne transmettre dans le substrat en silice fondue que 67.97% de la puissance incidente. Le Tableau 11, récapitule les efficacités théoriques des masques corrigées.

ordre	Efficacités en %
0	2,32
+ / - 1	23,14

Tableau 11: Efficacités théoriques des masques de phase avec une couche de Si₃N₄ de 150 nm située sur la face opposée aux masques.

Le Tableau 12, présentent les efficacités des ordres de diffraction mesurée optiquement.

Echantillon		LPN 3 A	LPN 3 B	LPN 3 C	LPN 4 A	LPN 4 B	LPN 4 C	LPN 4 D	LPN 4 E
puissance lumineuse en % de la puissance incidente	ordre 0	6,3	6,43	6,67	2,66	2,85	2,56	2,89	2,67
	ordres +/-1	18.64	19,16	18.57	20.47	21.38	17.46	18.28	21,04

Tableau 12: Présentation des efficacités de diffraction mesurées pour chaque masque de phase du deuxième envoi avec une couche de Si₃N₄ du côté opposé aux masques.

Les masques de phase du second envoi ont des efficacités de diffraction très proches de celle théorique ; en particulier les masques sur le substrat LPN 4. Les 3 masques sur le substrat LPN 3 ont un ordre zéro important : après discussion il s'avère que le temps de gravure des masques sur le substrat LPN 3 est inférieur à celui des masques sur le substrat LPN 4. Cela a sans doute conduit à une profondeur de gravure inférieure, loin des 150 nm désirés, ce qui a pour conséquence de ne plus annuler correctement l'ordre zéro. La suite des analyses sera donc faite sur les masques LPN 4 les plus performants.

5.2.3.3. Analyses AFM/FIB

Une caractérisation des couches de nitrure à été réalisée à l'aide de l'ellipsomètre disponible sur la plate-forme du Pole Optique Rhône-Alpes. Cette analyse ne permet cependant pas de mesurer l'indice de réfraction (réel et complexe) de la couche de Si₃N₄ déposée, car la longueur d'onde d'analyse minimale de celui-ci se situe à 388 nm (photons ayant une énergie de 4.3 eV). L'ensemble de l'analyse permet tout de même de remonter à l'épaisseur de la couche. Il avait été modélisé une structure contenant une couche de 146.2 nm de Si₃N₄ avec une pellicule de 2.5 nm d'un mélange de Si₃N₄ et d'air (50% chacun), sur un substrat de SiO₂. Les résultats en plusieurs points ont confirmés cette hypothèse, l'épaisseur moyenne de la couche de Si₃N₄ mesurée est de 146.8 nm.

Pour connaître la profondeur de Si₃N₄ qui a été gravée, les masques ont été analysés à l'aide d'un AFM.

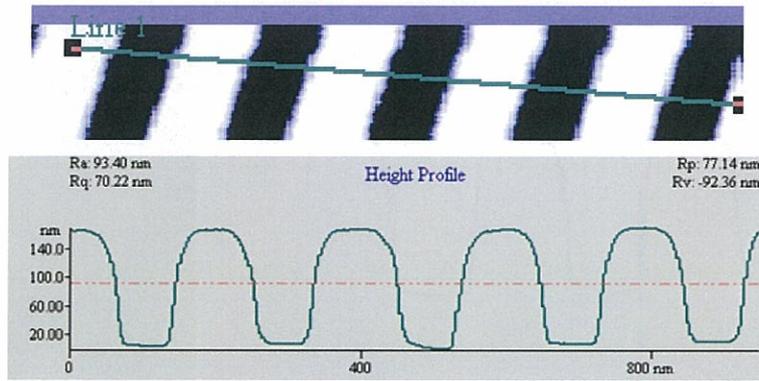


Figure 5-13: Scan AFM du masque de phase LPN 1.

Le scan AFM montre que la profondeur de gravure du masque LPN 1 est égale à 157 nm. Les analyses se sont par la suite focalisées sur les masques issus du substrat LPN 4, dont les erreurs de raccordement de champ lors de l'écriture *e-beam* ont été réduites, comme le montre la Figure 5-14, mais aussi parce qu'ils sont plus efficaces.

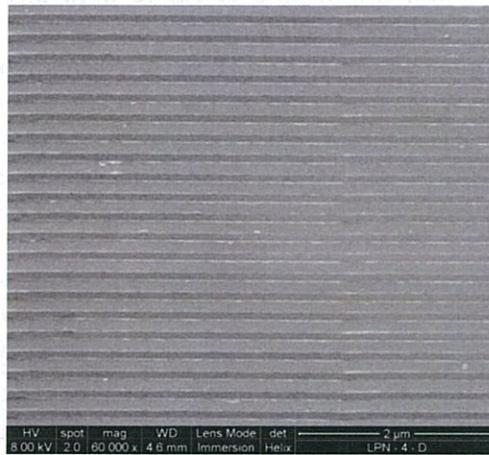


Figure 5-14: Image MEB prise en plongée du masque de phase LPN 4-D prise sur une zone de raccordement entre deux champs. Le raccordement de champ est difficilement distinguable tant sa diminution a été optimisée.

On peut distinguer sur la Figure 5-14 une zone de raccord entre deux champs, l'estimation de l'erreur de raccordement, responsable d'une légère discontinuité dans la ligne, est difficilement mesurable compte tenu de sa petitesse et a été évaluée à moins de 20 nm.

La Figure 5-15 est un scan AFM du masque de phase LPN 4-B obtenu avec des pointes ultra-fines à fort rapport d'aspect (Veeco TESP-HAR ; rapport d'aspect 5 :1). Dans ce type de structure de telles pointes sont nécessaires afin de pouvoir atteindre le fond des sillons.

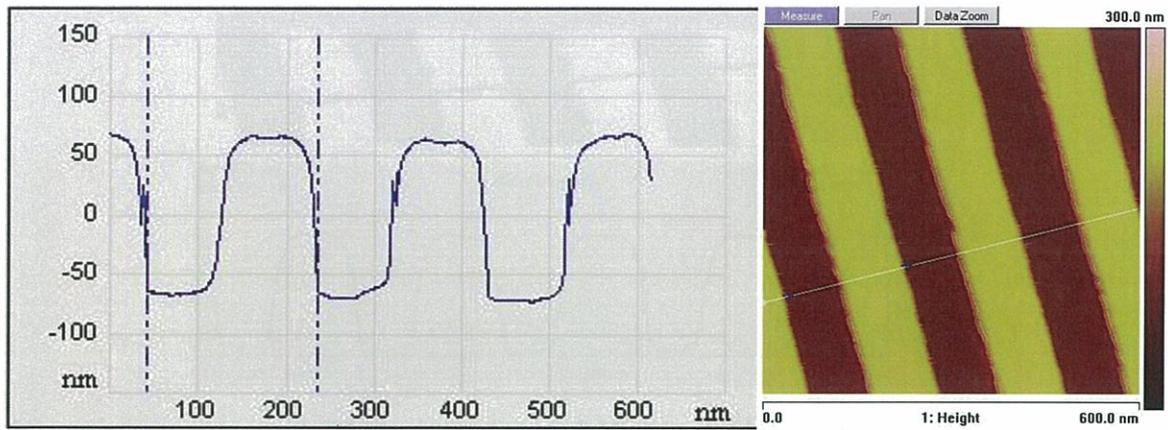


Figure 5-15: Scan AFM du masque de phase LPN 4-B.

Le scan AFM de la Figure 5-15 ne nous permet pas de retrouver la largeur précise des lignes ou des sillons du masque de phase à cause de la convolution entre la pointe et le profil qui est d'autant plus critique avec un réseau de période 200 nm et un rapport d'aspect de 3. Une information importante et fiable peut être néanmoins tirée de cette analyse : la profondeur des sillons. L'AFM ayant été calibré juste avant la mesure, on peut déterminer avec une incertitude de l'ordre de quelques nanomètres la profondeur de gravure qui apparaît être ici égale à 130 nm au lieu des 150 nm espérés.

L'accès au rapport ligne/espace est quand à lui, possible en découpant une fente dans la couche nano-structurée de Si_3N_4 , fente obtenue à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé ou FIB. L'analyse FIB est représentée sur la Figure 5-16.

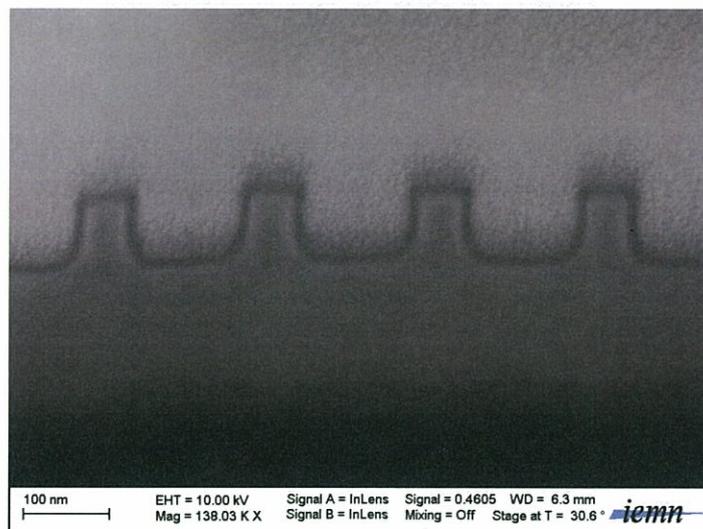


Figure 5-16: Image de la tranche du masque de phase LPN 4 réalisée à l'aide d'un MEB FIB.

La couche noire entourant la structuration visible sur la Figure 5-16 est une couche de carbone qui a été utilisée pour rendre l'échantillon conducteur et ainsi éviter le phénomène de charge d'électrons qui perturbe les analyses MEB quand celui-ci est isolant. La largeur de ligne peut donc être obtenue en mesurant l'épaisseur des plots de Si_3N_4 en excluant la couche de carbone et conduit à une mesure de 56 nm avec une précision de +/- 2 nm.

On peut aussi faire une autre observation à partir de l'image issue de la caractérisation MEB-FIB : les flans des traits de réseau sont relativement verticaux avec

un petit arrondi sur la base. Cela signifie que la lithographie *e-beam* et la gravure RIE ont permis de structurer la couche de Si_3N_4 de façon précise en respectant la forme géométrique des plots comme ceux utilisés lors de la modélisation.

La profondeur des sillons ne peut pas être mesurée avec précision à partir de l'image MEB de la Figure 5-16 à cause de l'inclinaison de l'échantillon par rapport au faisceau électronique. Néanmoins, connaissant l'angle d'inclinaison (30.6°), il est possible d'estimer la profondeur de gravure avec cette technique. Par cette méthode, la profondeur a été estimée à $130 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$, ce qui confirme la mesure réalisée à l'aide de l'AFM.

La conséquence la plus importante est que la totalité de la couche de Si_3N_4 , mesurée à 147 nm avec l'ellipsomètre n'a sûrement pas été gravée en totalité pour les masques sur le substrat LPN 4. La présence d'une sous-couche d'une quinzaine de nanomètres sous les traits de réseaux est difficile à confirmer au vu de la caractérisation MEB-FIB.

Les caractérisations AFM et MEB-FIB s'avèrent donc complémentaires et donnent des informations importantes sur le profil du masque de phase qui peuvent expliquer les différences d'efficacité entre celles mesurées et celles espérées. Le code de modélisation ne permet pas d'inclure des flans courbés sur le fond des sillons et sur le sommet des plots. Une approximation peut être faite en approximant le profil du plot en superposant des rectangles de largeur variable. Les résultats de la modélisation ont montré que l'incurvation du haut et du bas des lignes n'affecte quasiment pas l'efficacité du masque, et la structure peut être ramenée à celle de la Figure 5-17, pour la modélisation. Par contre, si on utilise une largeur de plot de 56 nm à la place des 50 nm théoriques et que l'on utilise une hauteur de plot de 130 nm à la place des 150 nm , il apparaît que cette différence est bien la cause des différences entre les efficacités mesurées et théoriques.

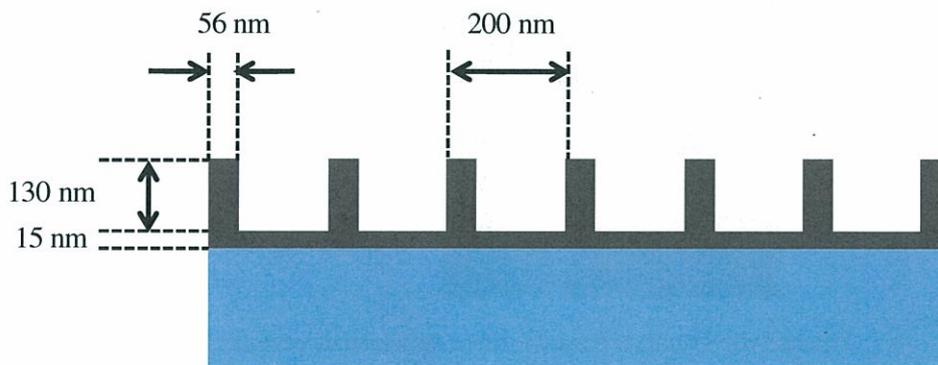


Figure 5-17: Schéma représentant une coupe avec les dimensions du masque de phase LPN 4.

La différence dans la profondeur de gravure affecte non seulement l'extinction de l'ordre zéro en empêchant la différence d'indice effectif des modes de réseaux TE_0 et TE_2 de s'approcher de π mais aussi la plus faible intensité des ordres ± 1 mesurée. Il en découle qu'une couche de Si_3N_4 d'une quinzaine de nanomètres doit être présente sous la structure, et c'est sa présence qui diminue l'efficacité de diffraction de ces ordres. En effet la profondeur de gravure est également responsable des interférences constructives entre les deux modes de réseaux qui donnent naissance aux ordres de diffraction ± 1 .

5.3 Écriture du réseau de période 100 nm

Cette partie du chapitre va s'attacher à décrire comment le masque de phase haut indice a été utilisé pour transférer un interférogramme de période 100 nm créé par le recouvrement des ordres de diffraction + et - 1 dans une couche de résine photosensible.

5.3.1. Mise en œuvre

Le laser utilisé pour illuminer le masque de phase est un laser à ions argon doublé en fréquence de marque Coherent, modèle Innova 300 Fred, disponible au laboratoire. La longueur d'onde utilisée est la plus faible de celles que peut fournir ce laser accordable, c'est à dire à $\lambda=244$ nm.

Le faisceau est dirigé jusqu'à un système de filtrage optique qui précède le banc d'exposition. Ce système est un montage 4f qui utilise deux lentilles en silice fondue. La première, de focale 15 mm, focalise le faisceau dans un plan dans lequel est placé un trou de filtrage de 50 μm de diamètre. La seconde lentille est placée à une distance égale à 175 mm de ce plan, c'est-à-dire sa focale, de façon à obtenir un faisceau filtré collimaté. Un miroir incliné à 45° renvoie le faisceau en direction du masque comme illustré sur la partie gauche de la Figure 5-18. Un prisme en silice fondue, usiné sur mesure pour que le sommet soit coupé parallèlement à la base, est utilisé avant le masque pour réduire les effets qui pourraient être dus aux réflexions multiples. De l'eau utilisée comme liquide d'indice est placée entre la base du prisme et la face interne du masque.

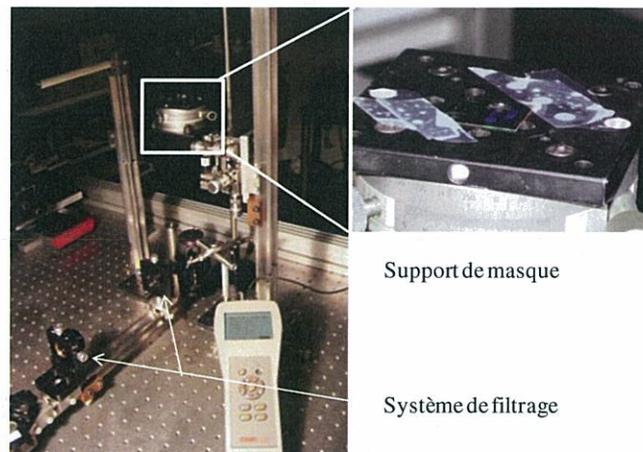


Figure 5-18: Photo du banc d'écriture de réseau de période 100 nm.

Une goutte d'eau ultra-pure est déposée sur le réseau afin de satisfaire les conditions sur l'indice de réfraction permettant la propagation des ordres + et - 1 en transmission. Le substrat en silice fondue est déposé face recouverte de résine photosensible en contact avec le masque. Afin d'éviter l'exposition de la résine avec de la lumière qui serait réfléchiée par la face arrière du substrat, un substrat en verre BK7 est déposé sur la face arrière avec une goutte d'eau afin d'absorber la lumière transmise. Les substrats utilisés sont en silice fondue, transparente à la longueur d'onde d'insolation et évite toute fluorescence qui pourrait conduire à une surexposition de la résine.

5.3.2. Écriture

La résine utilisée est une résine négative commerciale utilisée en lithographie *e-beam*. Il s'agit de la résine NEB 22 A de la firme japonaise *Sumimoto Chemical*, sensible

à la longueur d'onde $\lambda=244$ nm du laser et dont les photons sont suffisamment énergétiques pour insoler la résine.

La résine est déposée pure en salle blanche par *spin coating* (accélération : 1000 tours/min² ; vitesse de rotation : 4000 tours / min pendant 30 secondes). Un recuit est réalisé sur une plaque chauffante à 110°C pendant 2 minutes. L'épaisseur de la couche de résine a été mesurée à 70 nm à l'aide d'un profilomètre (Veeco Dektak).

Le masque de phase est illuminé en incidence normale et en polarisation TE, pendant 90 secondes avec un faisceau dont la densité de puissance est de 10 mW/cm², comme schématisé sur la Figure 5-19. Un recuit est réalisé à 90°C pendant 60 secondes, et le substrat après refroidissement est plongé dans le développeur idoïne pendant 45 secondes.

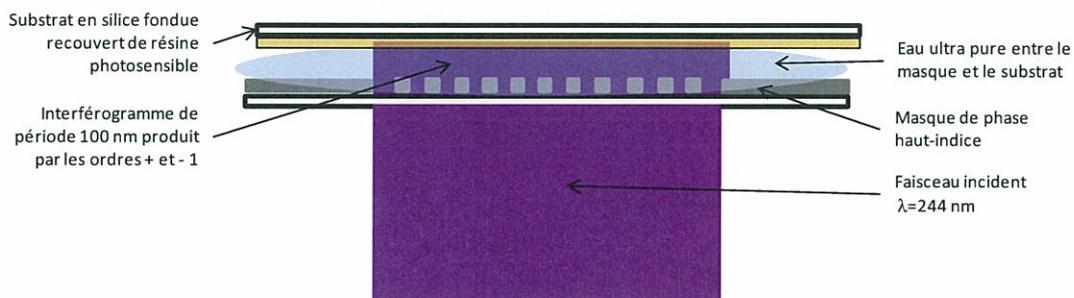


Figure 5-19: Schéma représentant la mise en œuvre du masque de phase pour l'écriture de réseau de période 100 nm.

La présence d'un réseau de période 100 nm dans la résine photosensible n'est pas détectable à l'œil nu du fait de sa trop faible période, il est impossible d'observer des ordres de diffraction comme un réseau de période supérieure en l'exposant à la lumière visible. Il faut donc soumettre l'échantillon à une série de tests de caractérisation pour révéler sa présence.

5.3.3. Caractérisations

Comme dit précédemment, ces réseaux écrits dans la couche de résine ne sont pas visibles à l'œil nu du fait de leur trop faible période. Deux types de période peuvent être inscrits : 100 et 200 nm. La présence d'un ordre zéro non nul trop important dans l'interférogramme conduit plus facilement à l'écriture de réseau de période 200 nm, tout aussi indétectable si on observe le réseau en lumière blanche. Ce type de période peut être écrit si les réglages ne sont pas bons, en particulier si le temps d'insolation n'est pas adapté. La sur-modulation de 200 nm devient prépondérante et un réseau de période 200 nm est plus marqué dans la résine.

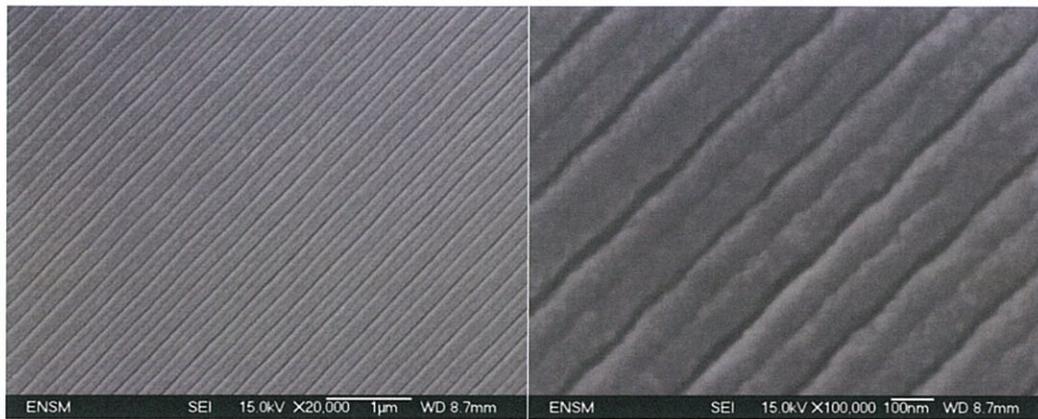


Figure 5-20: images MEB de réseau de période 200 nm. On distingue le réseau de période 100 nm sur modulé par un autre de période 200 nm. Gauche : grossi 20 000 fois ; Droite : 100 000.

Il existe des outils d'analyse qui permettent l'observation de telles structures comme le MEB ou l'AFM, l'utilisation de ces instruments étant gourmande en temps, une méthode optique plus simple et plus rapide à mettre en œuvre a été élaborée.

5.3.3.1. Test optique

Une méthode optique de révélation d'un réseau de période 100 nm a été mise au point ; cette méthode est simple et rapide à mettre en œuvre. Elle consiste à illuminer la partie du substrat qui a été exposée sous l'interférogramme à l'aide de la source UV sous incidence oblique ($\theta=75^\circ$ par rapport à la normale). Les diagrammes des k de la Figure 5-21 ci-dessous, montrent que lorsque le réseau est illuminé sous une incidence de 75° , il est optiquement possible de savoir si le réseau écrit a une période de 100 ou 200 nm, en visualisant les ordres -1.

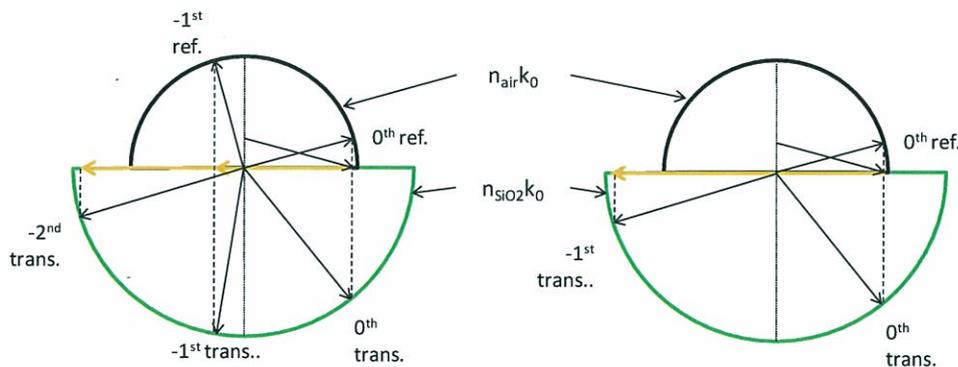


Figure 5-21: Diagramme des k représentant la direction de propagation des ordres de diffraction dans l'air (demi-cercle noir) et dans le substrat en silice (demi-cercle vert) quand le réseau est éclairé à la longueur d'onde $\lambda=244$ nm. Gauche : si le réseau a une période égale à 200 nm ; Droite : si le réseau a une période égale à 100 nm.

La Figure 5-21 gauche montre que si le réseau a une période Λ égale à 200 nm, le vecteur $K_g=2\pi/\Lambda$ a une norme deux fois moins longue que si le réseau a une période de 100 nm. Par conséquent, il y a propagation d'un ordre -1 en réflexion dans l'air qui est facilement observable et caractéristique d'un réseau de période 200 nm. Si le réseau écrit a une période égale à 100 nm, le vecteur K_g est plus long, et la construction montre qu'il

n'est pas possible qu'il y ait propagation de cet ordre dans l'air. Ceci dit, ce premier constat permet de savoir qu'il n'y a pas de réseau de période 200 nm écrit dans la résine mais il ne permet pas d'affirmer la présence d'un réseau de période 100 nm.

La seule façon de l'affirmer par cette méthode est l'observation de l'ordre de diffraction unique -1 en transmission généré par le réseau si le réseau est écrit sur un matériau transparent. Si ce matériau est de la silice fondue, l'ordre -1 en transmission a un caractère propagatif dans le substrat si l'inégalité d'accord de phase donnée par l'équation 5-3 est remplie, c'est-à-dire :

$$\sin \theta_i > \frac{\lambda}{\Lambda} - n_{silice} \quad \text{Équation 5-3}$$

où θ_i est l'angle d'incidence dans l'air et $n_{silice}=1.509$ à $\lambda=244$ nm et Λ est égal à 100 nm dans ce cas de figure. Cela signifie pratiquement qu'avec un angle d'incidence plus grand que 69° dans l'air il y a un ordre -1 en transmission propagatif contra-directionnel dans le substrat avec angle par rapport à la normale donné par la relation :

$$\theta_{-1} = \arcsin \left(\frac{\frac{\lambda}{\Lambda} - \sin \theta_i}{n_{silice}} \right) \quad \text{Équation 5-4}$$

Ce faisceau est, de par son angle, piégé dans le substrat et se propage dans ce dernier grâce à des réflexions totales internes (TIR) successives. Le seul endroit où la condition de TIR n'est plus remplie se trouve lorsque le faisceau atteint la tranche du substrat : il peut donc sortir par cette dernière et être observé. Une modélisation a été réalisée, pour calculer la puissance de cet ordre généré quand un réseau en résine photosensible d'épaisseur 70 nm et de rapport cyclique égal à 0.5 est éclairé sous une incidence de 75° en polarisation TM. Il en ressort qu'à la longueur d'onde $\lambda=244$ nm 2% de la puissance lumineuse du faisceau incident est contenu dans cet ordre.

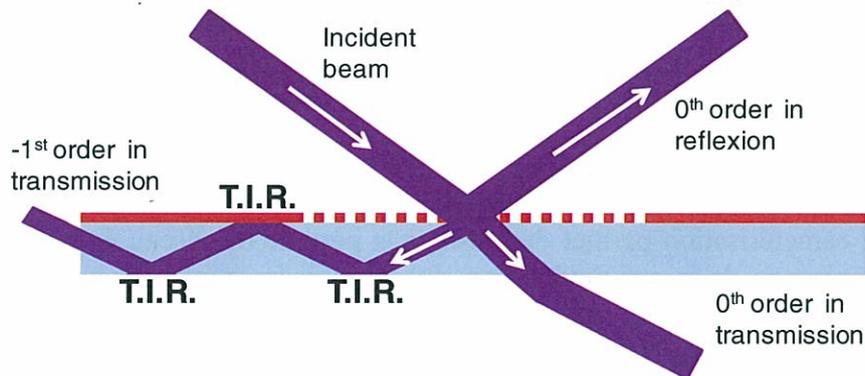


Figure 5-22: Représentation des ordres de diffractions générés par un réseau de période 100 nm en résine sur un substrat en silice fondue, éclairé par un faisceau laser de longueur d'onde $\lambda=244$ nm. On peut voir l'ordre de diffraction -1 en transmission piégé dans le substrat.

La présence d'un réseau de diffraction 100 nm est donc confirmée quand on illumine le réseau avec le faisceau laser UV sous incidence rasante et que l'on observe un ordre de diffraction qui sort du substrat par la tranche sans observer d'ordres autres que les ordres zéro en réflexion et en transmission, comme le montre la Figure 5-22.

Une fois que l'échantillon a passé le test optique avec succès, celui-ci est analysé à l'aide d'instruments plus classiques mais qui nécessitent un temps d'analyse plus long (type AFM, MEB).

5.3.3.2. Caractérisation MEB et AFM

Les substrats sur lesquels la présence d'un réseau de période 100 nm a été certifiée à l'aide du test optique sont ensuite caractérisés à l'aide d'instruments permettant la mesure des différents paramètres tels que la période exacte, la profondeur ou le profil.

La première analyse est réalisée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage dont la source est un canon à émission de champ, à effet Schottky (MEB-FEG), de type FEI Nova nano SEM 200, disponible sur le plateau de caractérisation du laboratoire. Ce dernier permet de travailler en mode *low vacuum*, ce qui permet de prendre des clichés d'échantillons non-conducteurs en haute résolution (jusqu'à 3 nm contre 1 nm en ultravide). Cette option permet de s'affranchir du dépôt d'une couche mince métallique sur la surface de l'échantillon. L'avantage est important car l'analyse n'est quasi pas destructrice alors que le dépôt d'une couche conductrice de quelques nanomètres d'épaisseur sur des structures dont l'ordre de grandeur est identique pourrait conduire à la disparition de ces dernières.

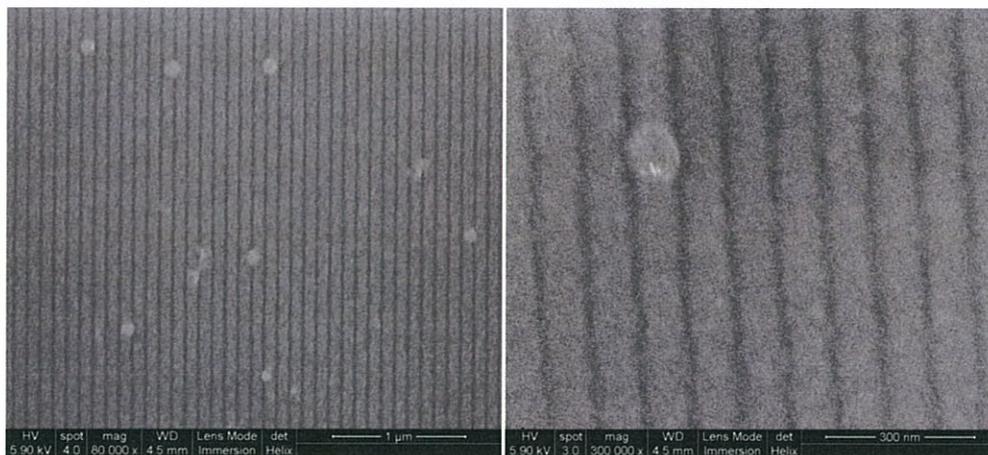


Figure 5-23: Images prises au MEB-FEG de réseaux de période 100 nm.
Gauche: grossi 80 000 fois; Droite: grossi 300 000 fois.

La Figure 5-23 représente des images prises au MEB-FEG d'un réseau de période 100 nm écrit dans la couche de résine photosensible sur un substrat en silice fondue. Cette méthode de caractérisation permet de mesurer la période du réseau écrit et montre qu'il n'y pas la présence de la sur-modulation due à un ordre zéro trop important. L'image montre aussi la régularité des traits de réseau sur une grande surface ; mais aussi que le rapport cyclique est plutôt faible. Cette méthode ne permet pas en revanche de connaître la profondeur ni le profil de la modulation écrite dans la résine. Une analyse supplémentaire doit donc être réalisée grâce à l'AFM qui s'avère être l'outil complémentaire. Comme dans le cas du masque de phase de période 200 nm, et compte tenu de la petitesse des motifs, il est nécessaire d'utiliser des pointes de grandes qualités (Veeco devenu Bruker TESP-HAR *High aspect ratio probes* [68]).

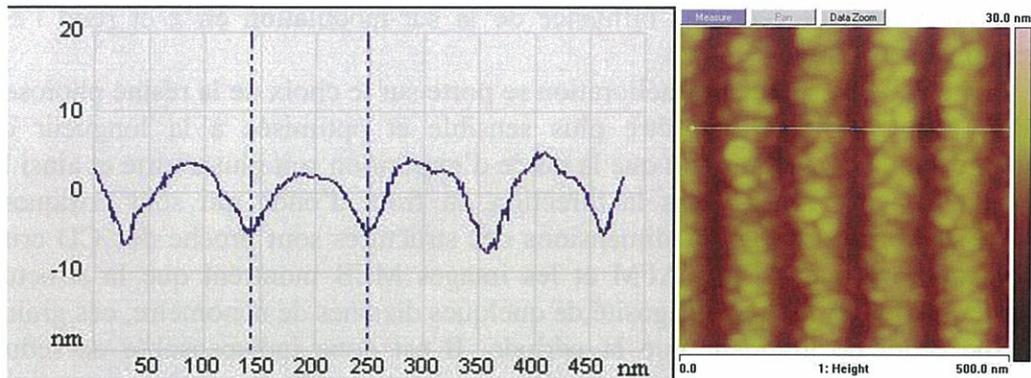


Figure 5-24: Image du réseau de période 100 nm obtenue grâce à l'AFM. Gauche : profil d'une ligne qui permet la mesure de la profondeur et de la période; Droite : image de la surface en 2D, la ligne blanche représente l'endroit où l'analyse a été faite.

La Figure 5-24 est une image du même réseau de diffraction écrit dans la résine analysé à l'aide du MEB qui confirme la présence d'une seule harmonique de période 100 nm dans l'interférogramme créé sous le masque de phase. L'analyse AFM révèle une faible profondeur de modulation d'une dizaine de nanomètre dans une couche de résine d'épaisseur 70 nm, ce qui donne un rapport d'aspect de 0.15. Du fait d'un rapport d'aspect égal à 5 de la pointe, on peut donc considérer le profil du scan comme assez proche du profil réel du réseau. La faible profondeur peut être attribuée à l'instabilité modale du laser doublé en fréquence utilisé pour l'écriture du réseau ainsi qu'au long trajet qu'effectue le faisceau dans l'air pour atteindre le masque. Les instabilités modales du laser dont la période temporelle est de l'ordre de quelques secondes, ainsi que les turbulences de l'air, provoquent des perturbations locales dans l'orientation du front d'onde. Ces dernières entraînent une légère inclinaison des franges de l'interférogramme. Cet effet, qui serait sans doute négligeable s'il s'agissait d'écrire un réseau de période 500 nm comme dans les fibres de Bragg, devient critique lorsque la période tend vers les 100 nm en brouillant l'image latente du réseau dans la résine. Le fait d'utiliser une résine négative explique aussi le fait que le réseau de période 100 nm a une faible profondeur et soit sur une épaisse base constitué de résine photo-polymérisée.

5.4 Conclusion

Si le réseau écrit à l'aide de cette méthode n'a pas le profil ni le rapport d'aspect souhaité, le principe de l'écriture de réseau de faible période par masque de phase a néanmoins été démontré. De nombreux points peuvent être améliorés pour conduire à de meilleurs résultats.

Le point le plus important à améliorer avec cette méthode d'écriture est sans aucun doute le masque de phase. La présence d'un ordre zéro, même d'efficacité minimale vient perturber la figure d'interférence sous le masque. Cela démontre que la seule solution reste néanmoins l'utilisation de masque de phase haut-indice. Un soin tout particulier doit être apporté à sa fabrication pour se rapprocher des paramètres idéaux obtenus par modélisation. Les outils d'écriture électronique (*e-beam*) et de gravure permettent maintenant de contrôler avec suffisamment de précision le rapport Ligne/Espace des réseaux ainsi que la profondeur de gravure. Egalement, la réduction des erreurs de raccord de champ à des valeurs inférieures à 20 nm, permet de réaliser des masques de phase conduisant à des efficacités dans l'ordre 0 très faibles (<3%). Un ordre

zéro faible permet de réduire l'influence de la sur-modulation en z et rend l'écriture beaucoup plus répétable.

La deuxième source d'amélioration se porte sur le choix de la résine photosensible qui doit être revue. Elle doit être plus sensible et optimisée à la longueur d'onde d'insolation sous immersion afin que la durée d'exposition soit plus courte et ainsi limiter l'impact des perturbations dans la direction du front d'onde qui sont critiques dans l'écriture de réseau lorsque les dimensions des structures sont proche des CD critiques. Concernant la résine, le scan AFM et les images MEB montrent que la structure est « granuleuse » et révèlent une rugosité de quelques dizaines de nanomètre, ces grains sont du même ordre de grandeur que la période. Il est donc indispensable de réduire ce problème soit en choisissant une autre résine, soit en modifiant certains paramètres lors du processus d'écriture. Il faut enfin rajouter que celle qui sera choisie doit être compatible avec la lithographie en immersion quitte à changer de liquide d'immersion : on fait allusion ici aux résines dites sol-gel qui ne supporte pas l'eau.

On peut aussi penser à diminuer la longueur d'onde du laser et travailler à $\lambda=193$ nm ; cette solution permet de réduire aussi la période des réseaux et ainsi écrire des périodes de 100 nm sans liquide d'immersion voire 70 nm si le liquide est de l'eau. Cette étape sera réalisable seulement quand un matériau tel que le LuAG sera disponible en couches minces.

Toutes ces modifications pourront aboutir au fait que le réseau écrit débouche sur le substrat au moment du développement, de telle sorte que même si le profil n'est pas parfait, elles permettront de métalliser le fond des sillons. Un *lift-off* de la résine pourra alors être envisagé afin de conduire à des réseaux de période 100 nm métallisés utilisable pour des applications de polariseur large bande.

Conclusions et perspectives

La dernière partie de ce manuscrit se propose de faire le bilan des avancés de la technique d'écriture au vol en se focalisant sur les différents problèmes en lien avec la problématique de la thèse et sur les solutions envisagées. Enfin, les limites seront elles aussi abordées ainsi qu'un point sur les futurs travaux.

Vers les petites périodes :

L'écriture de réseaux de diffraction par masque de phase dont la période est de 100 nm, soit 50 nm de CD, a été démontrée en statique. Il n'y a donc aucun verrou théorique qui s'oppose au transfert de l'écriture statique vers l'écriture dynamique. L'implémentation d'un tel masque de phase sur le banc d'écriture au vol ouvre les portes à l'écriture de réseau de période ultime sur de grandes surfaces.

L'utilisation d'un matériau haut indice et transparent dans les longueurs d'onde UV profondes ($\lambda=193$ nm) est néanmoins indispensable pour annuler suffisamment l'ordre zéro transmis. L'absence de tels matériaux nous a contraint à nous replier vers la longueur d'onde $\lambda=244$ nm, et à utiliser un liquide d'immersion pour parvenir à l'écriture de telles périodes. Le matériau qui permettra de retourner vers la longueur d'onde $\lambda=193$ nm est sans doute le LuAG. Malheureusement, les premiers essais de fabrication d'un masque monolithique en LuAG, réalisés en collaboration avec le LPN, n'ont pas permis d'aboutir encore, mais ont tout de même permis de vérifier sa « gravabilité ». Cette collaboration sera sans doute à poursuivre pour franchir définitivement le pas vers les longueurs d'onde DUV. L'autre solution consiste à obtenir le LuAG sous forme de couches minces en vue de fabriquer des lignes sur un substrat en SiO₂. Une première piste a été explorée dans ce sens en utilisant la technique de dépôt par laser impulsif, ou PLD (*Pulse Laser Deposition*), en collaboration avec une équipe de l'Université de Leipzig, Allemagne. Un des challenges consiste à s'assurer que la couche déposée aura des qualités identiques en termes d'indice et de transparence à celle du LuAG massif.

Un masque de phase en LuAG de période 140 nm, éclairé en incidence normale à $\lambda=193$ nm et sous immersion, permet de générer un interférogramme de 70 nm de période, soit très proche du nœud fixé par l'ITRS à 32 nm de CD.

Un réseau de période adéquate pourrait être inscrit sur un coté du substrat lors de l'écriture au vol et pourrait ainsi servir de référence en étant lu par un capteur de déplacement à double tête. On peut ainsi imaginer utiliser cette référence pour passer vers le double-printing et ainsi pousser les limites vers des périodes encore plus petites.

Vers les grandes périodes :

Le verrou technologique qui limite vers le haut les périodes inscriptibles avec un masque de phase sous incidence normale a été levé en utilisant un masque de design nouveau. Celui-ci peut être défini comme étant un interféromètre de Mach-Zehnder intégré contenant trois réseaux de diffraction. Le premier placé entre les deux autres

sépare le faisceau incident en deux faisceaux d'intensités identiques qui illuminent les réseaux situés de part et d'autre du premier. L'interférogramme est créé grâce au recouvrement des ordres -1 générés par ces derniers. Ce masque est achromatique; il permet d'utiliser des lasers émettant une lumière actinique ($\lambda=441.6$ nm) et se prêterait très bien à l'utilisation d'un laser à impulsion femtosecondes. L'interférogramme créé est monofréquence spatiale et de contraste de pratiquement 100% quelle que soit la période.

Vers les grandes surfaces :

Un avantage non négligeable du masque de phase à trois réseaux rappelé ci-dessus tient au fait qu'étant illuminé en incidence normale et possédant une symétrie, la surface de lumière incidente a seulement besoin d'être collimatée dans le plan normal au masque et contenant les lignes du réseau central. En d'autres termes, il permet de faire l'économie d'une lentille ou d'un miroir parabolique dont l'utilisation aurait été indispensable si un masque de phase monolithique avait été utilisé sous incidence de Littrow. Cette remarque prend toute sa valeur lors de l'élargissement du masque, car il permet de se passer d'un système de collimation de grande largeur dont le coût serait un frein considérable.

Ecrire des réseaux larges nécessite un masque de phase d'une largeur au moins équivalente. Cette condition exclut donc d'utiliser la lithographie *e-beam* qui est limitée par la taille des substrats. Il a été démontré une méthode qui permet de fabriquer des masques de phase de grande largeur à partir d'un masque de quelque millimètre carré écrit par *e-beam*. La démonstration a été faite avec la fabrication d'un masque contenant un réseau d'une seule période et de largeur 30 cm. Rien n'exclut donc d'écrire sur le premier masque non plus un mais deux petits réseaux disposés judicieusement et pouvant être éclairés avec deux sources différentes, pour écrire un long masque de phase à trois réseaux. La seule obligation réside dans le fait que les trois réseaux doivent être écrits en même temps pour garantir le parallélisme entre leurs traits.

Enfin, différentes pistes ont été évaluées concernant l'élargissement du faisceau. Les contraintes étaient claires : la ligne générée doit être la plus intense possible, être au moins aussi large que le masque de phase, et présenter un profil d'intensité *top hat*. Deux méthodes sortent du lot : la première concerne l'utilisation d'un élément réfractif présentant un profil tel que le centre intense d'un faisceau gaussien voit un élément divergent et les cotés moins intenses une partie convergente. Le résultat est une homogénéisation de la répartition de l'intensité. L'avantage est que c'est une méthode purement réfractive, ce qui ne modifie en rien la phase du faisceau incident. L'inconvénient se trouve dans l'alignement, qui est critique. La deuxième méthode réside dans l'utilisation d'éléments diffractifs ou DOE. Ils sont très tolérants du point de vue de l'alignement et leurs efficacités sont bonnes en termes de divergence de la ligne de lumière. Les lignes présentent tout de même une inhomogénéité inhérente aux CGH due à la présence de *speckle*. Les derniers essais menés au laboratoire avec des DOE écrits sur une couronne qui permet de faire tourner l'élément montrent une amélioration significative voire une disparition de l'inhomogénéité dans la ligne. Cette technique semble donc prometteuse et devra sans doute continuer à être explorée.

Les limites du banc :

Notre banc permet donc de fabriquer potentiellement des réseaux de diffraction dont les périodes peuvent varier de 70 nm à plus de 4 μm à condition d'adapter le masque et la longueur d'onde d'exposition. Un des derniers verrous au franchissement de cette étape se situe dorénavant au niveau du banc lui-même et de ses limites mécaniques. L'utilisation de fentes pour limiter les effets du lacet par exemple constitue une astuce

pour écrire des réseaux de qualité dont la période se situe au-dessus de 500 nm et dont la largeur n'excède pas quelques centimètres. Le lacet devient par exemple critique lorsque la période à écrire se situe à 100 nm. A titre d'exemple, la limite tolérable en termes de lacet s'il fallait écrire un réseau de 100 nm de période et large de 2 cm serait de l'ordre du μ rad ! Le problème se retrouve si l'on veut écrire une période micrométrique sur une grande largeur (1 m). Aucun banc à ce jour n'est capable de tenir de telles performances, la solution consiste donc en une correction des effets du lacet en temps réel en adaptant l'orientation et la position du masque de phase.

Cette option nécessitera d'ailleurs de contrôler le déplacement avec deux systèmes interférométriques. Le banc devra aussi être fabriqué dans un matériau massif (type granit) pour assurer une plus grande stabilité métrologique. L'environnement devra aussi être amélioré en se plaçant notamment dans une salle blanche dont la température et les flux d'air devront être contrôlés afin de ne pas perturber les mesures interférométriques. Pour finir, le banc devra aussi disposer d'un moteur linéaire de grande qualité afin de ne pas rajouter des vibrations inutiles lors de son déplacement. La problématique liée à la préparation de grands substrats n'est pas ici abordée car les machines de nettoyage et de dépôt existent et certaines d'entre elles sont disponibles sur le site du pôle optique Rhône-Alpes (Plateforme D2M du CEA LITEN).

Enfin, une autre limitation de la technique d'écriture au vol vient du fait que chaque période nécessite un masque particulier. Cette technique ne peut donc pas être employée dans le cadre de la fabrication de prototypes, mais conviendrait parfaitement à la fabrication de grandes séries. Un autre point qui justifie le placement de la technique dans cette direction vient du fait que, le masque n'étant jamais en contact avec les substrats, il est potentiellement inusable et un masque peut donc être utilisé pour structurer une quantité illimitée de substrats sans en abaisser leurs qualités.

L'évolution du banc passe donc par de lourds investissements qui ne pourront être amortis que par la fabrication d'éléments de qualité produits au moins en moyenne série. C'est pour cette raison que le développement du banc dans son caractère actuel a atteint ses limites et nécessitera une collaboration industrielle forte pour passer à la prochaine étape : celle du développement industriel.

Les perspectives:

Les problèmes liés à l'écriture sur de grandes surfaces ne doivent pas se résumer aux seuls outils de lithographie mais prendre en compte l'adaptation des procédés amont (nettoyage, dépôt de résine) et aval (gravure). Si la partie amont ne semble pas poser de problèmes majeurs, la gravure en revanche oui. En effet, les procédés de gravure usuels (RIE, RIBE ou IBE) se font sous vide et donc dans un bâti dont la taille est nécessairement limitée. La solution idéale consisterait donc à se passer de cette étape et à faire en sorte, que la couche de résine qui a été insolée durant la gravure soit la couche finale. En d'autres termes, la résine doit être photosensible, doit pouvoir être nanostructurée, avoir une bonne adhésion sur le substrat et présenter des propriétés optiques qui permettent de se passer de gravure (i.e. un indice de réfraction élevé). Une collaboration a été initiée avec deux laboratoires français, le LMGP (Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique) à Grenoble, et l'IS2M (Institut de Science des Matériaux de Mulhouse), ayant des connaissances dans ce type de matériau pour mettre au point une résine répondant aux contraintes citées plus haut. La solution choisie est l'utilisation de résines dites sol-gel à base de TiO_2 . Les premiers essais se sont montrés concluants, un doctorant a été recruté en vue d'explorer cette voie.

Dans le domaine des collaborations, le laboratoire a su trouver sa place dans le projet européen ACTMOST¹¹ (*ACcess To Micro-Optics expertise, Services and Technologies*) qui est la suite du réseau européen d'excellence NEMO, mais dont les objectifs sont différents. Le projet ACTMOST propose un service à des entreprises européennes de taille moyenne désirant se développer dans la micro-optique. Le projet leur permet de bénéficier du savoir-faire des partenaires académiques européens à la pointe dans ce domaine. C'est peut-être dans le cadre de ce dernier qu'une entreprise portera son intérêt sur le banc d'écriture au vol et ses nouvelles possibilités et ainsi écrira son futur.

¹¹ <http://www.actmost.org/>

Bibliographie

- [1] D. Giulietti, "Lasers for new physics and multidisciplinary applications," *ELI Courier*, 4-5 (2009).
- [2] G. Mourou, "Welcome to ELI Courier," *ELI Courier*, 2 (2009).
- [3] E. Gamet, "Ecriture au vol par masque de phase de grands réseaux de période submicronique," Thèse de doctorat, université de Saint-Etienne (2006).
- [4] R. Morf and J. Gobrecht, "Optimized structures for light trapping," presented at 10th workshop on quantum and solar energy conversion, 8 March 1998, Bad Hofgastein (Autriche).
- [5] C. Palmer and E. Loewen, *Diffraction grating handbook*, 6th ed., Newport.
- [6] B. Päivänranta, N. Passilly, J. Pietarinen, P. Laakkonen, M. Kuittinen, and J. Tervo, "Low-cost fabrication of form-birefringent quarter-wave plates," *Opt. Express* **16**, 16334-16342 (2008) [doi:10.1364/OE.16.016334].
- [7] T. Kajava, A. Hakola, H. Elfström, J. Simonen, P. Pääkkönen, and J. Turunen, "Flat-top profile of an excimer-laser beam generated using beam-splitter gratings," *Optics Communications* **268**, 289-293 (2006) [doi:10.1016/j.optcom.2006.07.030].
- [8] M. L. Schattenburg, R. Heilmann, K. Flanagan, S. Ahn, C. H. Chang, and Y. Zhao, "Nanofabricated critical angle transmission gratings," presented at "40 years of X-Ray astronomy" workshop in honor of Gordon Garmire's 70th birthday, 2007.
- [9] R. K. Heilmann, M. Akilian, C. H. Chang, R. Fleming, C. Joo, J. C. Montoya, A. Torkaman, and M. L. Schattenburg, "The Space Nanotechnology Lab: high-resolution X-Ray optics with nonometer precision," presented at MIT CSR IAP Lecture series frontiers of astronomy, astrophysics and space science, 2004.
- [10] A. F. Kurtz, S. Ramanujan, and X.-dong Mi, "Wire grid polarizer," U.S. Patent No. US 6532111 B2.
- [11] R. T. Perkins, D. P. Hansen, Er. W. Gardner, J. M. Thorne, and Arthur Robbins, "Broadband wire grid polarizer for visible spectrum," U.S. Patent No. 6122103.
- [12] M. Hornung, R. Bödefeld, M. Siebold, M. Schnepf, J. Hein, R. Sauerbrey, and M. C. Kaluza, "Alignment of a tiled-grating compressor in a high-power chirped-pulse amplification laser system," *Appl. Opt.* **46**, 7432-7435 (2007) [doi:10.1364/AO.46.007432].
- [13] A. Ernst, "Dispositif de positionnement incrémentale photo-electrique pour déterminer la position de deux objets mobiles l'un par rapport à l'autre," U.S. Patent No. 2473171.
- [14] M. J. Minot, "Single-layer, gradient refractive index antireflection films effective from 0.35 to 2.5 μ ," *J. Opt. Soc. Am.* **66**, 515-519 (1976) [doi:10.1364/JOSA.66.000515].
- [15] A. Gombert, B. Blasi, C. Buhler, P. Nitz, J. Mick, W. Hofffeld, and M. Niggemann, "Some application cases and related manufacturing techniques for optically

functional microstructures on large areas,” *Opt. Eng.* **43**, 2525 (2004) [doi:10.1117/1.1803552].

[16] M. Sarrant-Foresti and G. Lecamp, “Réseau comprenant des sous-réseaux a blocs de motifs diffusant la lumière,” U.S. Patent No. FR2938079 (A1).

[17] P.-H. Guering, L. Menez, and J.-P. Mullet, “Ensemble de sous-réseaux diffusant la lumière,” U.S. Patent No. EP2142948 (A1).

[18] EPIA (European Photovoltaic Industry Association), “Global market outlook for photovoltaics until 2014” (2010).

[19] D. Dickson Leroy, D. Cifelli, R. Rallison, and E. Pearson, “High dispersion diffraction grating including multiple holographic optical elements,” U.S. Patent No. EP1851577 (A2) (2006).

[20] Y. Kanamori, E. Roy, and Y. Chen, “Antireflection sub-wavelength gratings fabricated by spin-coating replication,” *Microelectronic Engineering* **78-79**, 287-293 (2005) [doi:10.1016/j.mee.2004.12.039].

[21] S.-S. Lo, C.-C. Chen, F. Garwe, and T. Pertch, “Broad-band anti-reflection coupler for a:Si thin-film solar cell,” *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40**, 754-758 (2007) [doi:10.1088/0022-3727/40/3/010].

[22] Andreas Gombert, “Diffractive optical elements for large area applications,” presented at symposium on photonics technologies for 7th framework program, 12 October 2006, Wroclaw (Pologne).

[23] J. A. Britten, S. J. Bryan, L. J. Summers, H. T. Nguyen, B. W. Shore, and O. Lyngnes, “Large aperture, high-efficiency multilayer dielectric reflection gratings,” presented at Lasers and Electro-Optics, 2002. CLEO '02. Technical Digest. Summaries of Papers Presented at the, 19 May 2002, Long Beach, CA-USA, CPDB7-1 - CPDB7-4.

[24] C. G. Chen, R. K. Heilmann, C. Joo, P. T. Konkola, G. S. Pati, and M. L. Schattenburg, “Beam alignment for scanning beam interference lithography,” *J. Vac. Sci. Technol. B* **20**, 3071 (2002) [doi:10.1116/1.1523402].

[25] G. S. Pati, R. K. Heilmann, P. T. Konkola, C. Joo, C. G. Chen, E. Murphy, and M. L. Schattenburg, “Generalized scanning beam interference lithography system for patterning gratings with variable period progressions,” *J. Vac. Sci. Technol. B* **20**, 2617 (2002) [doi:10.1116/1.1520563].

[26] T. Jitsuno, S. Motokoshi, T. Okamoto, T. Mikami, D. Smith, M. L. Schattenburg, H. Kitamura, H. Matsuo, T. Kawasaki, et al., “Development of 91 cm size gratings and mirrors for LEX laser system,” *J. Phys.: Conf. Ser.* **112**, 032002 (2008) [doi:10.1088/1742-6596/112/3/032002].

[27] H. Meiling, “Development of the ASML EUV alpha demo tool,” in *Proceedings of SPIE*, pp. 90-101, San Jose, CA, USA (2005) [doi:10.1117/12.600725].

[28] S. H. Ahn and L. J. Guo, “Large-Area Roll-to-Roll and Roll-to-Plate Nanoimprint Lithography: A Step toward High-Throughput Application of Continuous Nanoimprinting,” *ACS Nano* **3**, 2304-2310 (2009) [doi:10.1021/nn9003633].

[29] “ITRS Home,” <<http://www.itrs.net/>> (12 April 2011).

[30] M. Rothschild, “A Roadmap for Optical Lithography,” *Opt. Photon. News* **21**, 26-31 (2010) [doi:10.1364/OPN.21.6.000026].

[31] A. Yen, E. H. Anderson, R. A. Ghanbari, M. L. Schattenburg, and H. I. Smith, “Achromatic holographic configuration for 100-nm-period lithography,” *Appl. Opt.* **31**, 4540-4545 (1992) [doi:10.1364/AO.31.004540].

[32] A.-L. Charley, “Liquid immersion lithography at 193 nm using a high-NA achromatic interferometer,” in *Proceedings of SPIE*, p. 61541Z-61541Z-9, San Jose, CA, USA (2006) [doi:10.1117/12.654404].

[33] A. Dirani, F. Wieder, V. Roucoules, A. Airoudj, and O. Soppera,

“Nanopatterning of Plasma Polymer Thin Films by ArF Photolithography: Impact of Polymer Structure on Patterning Properties,” *Plasma Processes Polym.* **7**, 571-581 (2010) [doi:10.1002/ppap.200900162].

[34] Space Nanotechnology Laboratory, “SNL MIT progress report 2004” (2004).

[35] C.-H. Chang, Y. Zhao, R. K. Heilmann, and M. L. Schattenburg, “Fabrication of 50 nm period gratings with multilevel interference lithography,” *Opt. Lett.* **33**, 1572-1574 (2008) [doi:10.1364/OL.33.001572].

[36] G. R. Harrison, “The Production of Diffraction Gratings: II. The Design of Echelle Gratings and Spectrographs,” *J. Opt. Soc. Am.* **39**, 522-527 (1949) [doi:10.1364/JOSA.39.000522].

[37] “Heidelberg Instruments Mikrotechnik GmbH,” <<http://www.himt.de/en/home/>> (12 April 2011).

[38] “Micronic Mydata - Micronic Mydata,” <<http://www.micronic.se/>> (12 April 2011).

[39] “Kloé,” <<http://www.kloe.fr/>> (12 April 2011).

[40] “Vistec,” <<http://www.vistec-semi.com/>> (12 April 2011).

[41] Kloé, “Fiche produit Dilase 750.”

[42] U. D. Zeitner, “Lithographic fabrication techniques for Micro and Nano-optics,” NEMO Summer school, Besançon (2008).

[43] A. Jugessur, “Nonowriter- E-beam lithography system 5000+.”

[44] D. R. S. Cumming, S. Thoms, S. P. Beaumont, and J. M. R. Weaver, “Fabrication of 3 nm wires using 100 keV electron beam lithography and poly(methyl methacrylate) resist,” *Appl. Phys. Lett.* **68**, 322 (1996) [doi:10.1063/1.116073].

[45] F. Watt, A. A. Bettioli, J. A. Van Kan, E. J. Teo, and M. B. H. Breese, “Ion beam lithography and nanofabrication: a review,” *IJN* **4**, 269-286 (2004) [doi:10.1142/S0219581X05003139].

[46] I. Stolberg, P. Hahmann, and J. Gramss, “Variable-shaped-beam direct writing in semiconductor manufacturing,” *Semiconductor Manufacturing Magazine* (2006).

[47] Y. Bourgin, Y. Jourlin, O. Parriaux, A. Talneau, S. Tonchev, C. Veillas, P. Karvinen, N. Passilly, A. R. Md Zain, et al., “100 nm period grating by high-index phase-mask immersion lithography,” *Opt. Express* **18**, 10557-10566 (2010) [doi:10.1364/OE.18.010557].

[48] A. Talneau, F. Lemarchand, A.-L. Fehrembach, and A. Sentenac, “Impact of electron-beam lithography irregularities across millimeter-scale resonant grating filter performances,” *Appl. Opt.* **49**, 658-662 (2010) [doi:10.1364/AO.49.000658].

[49] Y. Jourlin, “Codeur optique miniature de haute résolution pour (micro)systèmes électro-mécaniques,” Thèse de doctorat, université de Saint-Etienne (2000).

[50] Y. Jourlin, “Réseaux de diffraction vers l’ultime: technologie et applications,” Habilitation à Diriger des Recherches, université de Saint-Etienne (2010).

[51] “Modal and C Methods Grating Design and Analysis Software Main Modal Method, modal method, C Method, C method, Grating Software, grating software, Grating Analysis, grating analysis, Grating Design, grating design,” <<http://www.mcgrating.com/>> (24 February 2011).

[52] E. Gamet, A. V. Tishchenko, and O. Parriaux, “Cancellation of the zeroth order in a phase mask by mode interplay in a high index contrast binary grating,” *Appl. Opt.* **46**, 6719-6726 (2007) [doi:10.1364/AO.46.006719].

[53] A. Ostendorf and B. Chichkov, “Two-Photon Polymerization: A New

Approach to Micromachining,” *Photonics spectra* (2006).

[54] H. Guo, H. Jiang, L. Luo, C. Wu, H. Guo, X. Wang, H. Yang, Q. Gong, F. Wu, et al., “Two-photon polymerization of gratings by interference of a femtosecond laser pulse,” *Chemical Physics Letters* **374**, 381-384 (2003) [doi:10.1016/S0009-2614(03)00704-8].

[55] Y. Bourgin, S. Bakkali, Y. Jourlin, S. Tonchev, and O. Parriaux, “Monolithic double-grating phase mask for large-period highly coherent grating printing,” *Opt. Lett.* **34**, 3800-3802 (2009) [doi:10.1364/OL.34.003800].

[56] Y. Bourgin, S. Bakkali, Y. Jourlin, S. Tonchev, and O. Parriaux, “Monolithic dual-grating phase mask for long grating writing,” presented at SPIE photonics Europe, Micro-Optics 2010, 2010, Brussels, Belgium, 77161M-77161M-8 [doi:10.1117/12.854133].

[57] G. Wehrhan, L. Parthier, D. Rytz, K. Dupre, and L. Ackermann, “Method and apparatus for making a highly uniform low-stress single crystal ...”

[58] P. Müller, “Design, fabrication and testing of long grating phase mask,” Diploma thesis, University of Freiburg (Allemagne) (2008).

[59] P. Muller, Y. Jourlin, C. Veillas, G. Bernaud, Y. Bourgin, S. Tonchev, and O. Dellea, “On-the-fly writing of a long grating phase mask,” *Opt. Eng.* **50**, 038001 (2011) [doi:10.1117/1.3549254].

[60] F. Wyrowski and O. Bryngdahl, “Iterative Fourier-transform algorithm applied to computer holography,” *J. Opt. Soc. Am. A* **5**, 1058-1065 (1988) [doi:10.1364/JOSAA.5.001058].

[61] T. Kaempfe, E.-B. Kley, and A. Tuennermann, “Design and fabrication of refractive and diffractive micro optical elements used in holographic recording setups,” in *Proceedings of SPIE Optical Fabrication, Testing, and Metrology II*, pp. 596503-596503-12, Jena, Germany (2005) [doi:10.1117/12.625195].

[62] Y. Jourlin, Y. Bourgin, S. Reynaud, O. Parriaux, A. Talneau, P. Karvinen, N. Passilly, A. M. Zain, and R. M. De La Rue, “DUV phase mask for 100 nm period grating printing,” in *Proceedings of SPIE*, p. 69920C-69920C-9, Strasbourg, France (2008) [doi:10.1117/12.783390].

[63] Y. Jourlin, Y. Bourgin, S. Tonchev, C. Veillas, E. Gamet, O. Parriaux, A. Talneau, P. Karvinen, N. Passilly, et al., “Phasemask grating printing extended to the resonance domain high index corrugation,” presented at 14 th Micro Optics Conference (MOC), 2008, Bruxelles (Belgique).

[64] Y. Bourgin, Y. Jourlin, O. Parriaux, S. Tonchev, A. Talneau, and C. Veillas, “100 nm period grating writing by high index phase mask immersion lithography,” presented at 35th Micro Nano Engineering (MNE) conference, 2009, Gand (belgique).

[65] P. A. Zimmerman, C. Van Peski, B. Rice, J. Byers, N. J. Turro, X. Lei, J. L. Gejo, V. Liberman, S. Palmacci, et al., “Status of High-Index Materials for Generation-Three 193nm Immersion Lithography,” *Journal of Photopolymer Science and Technology* **20**, 643-650 (2007) [doi:10.2494].

[66] M. Daimon and A. Masumura, “Measurement of the refractive index of distilled water from the near-infrared region to the ultraviolet region,” *Appl. Opt.* **46**, 3811-3820 (2007) [doi:10.1364/AO.46.003811].

[67] A. B. Djurišić and E. H. Li, “Modeling the Index of Refraction of Insulating Solids with a Modified Lorentz Oscillator Model” *Appl. Opt.* **37**, 5291-5297 (1998) [doi:10.1364/AO.37.005291].

[68] Bruker, “Probes and accessories” (2011).

Fabrication par masque de phase de réseaux de diffraction d'aire et de période ultimes

Cette thèse présente un banc d'écriture de réseaux de diffraction de grande surface dont la période peut varier de 100 nm à plusieurs micromètres. Le principe est basé sur l'écriture au vol qui permet d'écrire des longs réseaux en balayant continûment un substrat recouvert de résine photosensible sous un interférogramme de petite dimension créé par un masque de phase. Deux types de masques ont été fabriqués. Le premier, pouvant être décrit comme un interféromètre de type Mach-Zehnder monolithique, présente l'intérêt d'écrire des réseaux de grandes périodes sans limite supérieure. Il est composé de trois réseaux de diffraction, écrits sur la même face d'un substrat épais grâce à des techniques standards de lithographie (e-beam, gravure RIE) accessibles lors d'un échange à l'UEF à Joensuu. A la longueur d'onde 442 nm, ce masque a permis d'écrire un réseau de période de 2 μm de grande dimension à l'aide d'une nappe de lumière divergente.

Le second type de masque est monolithique en matériau haut indice. Il est utilisé en immersion à la longueur d'onde de 244 nm ; des réseaux de période de 100 nm ont été écrits. La structure capable de supprimer l'ordre zéro transmis a été modélisée et les masques ont été fabriqués par trois partenaires européens du réseau d'excellence NEMO. La gravure du LuAG a également été étudiée en vue de fabriquer un masque de phase pour la longueur d'onde 193 nm.

Afin d'écrire des réseaux larges et homogènes, une étude des différentes techniques d'élargissement de faisceau a été réalisée en vue de disposer d'une ligne de lumière avec un profil d'intensité homogène dit « top-hat », et une méthode de fabrication d'un long masque de phase a été développée.

Mots clés: réseau de diffraction, masque de phase, nanostructures, microstructures, lithographie, mise en forme de faisceau, LuAG.

Phase mask diffraction grating printing of extreme area and period.

This PhD thesis presents a bench capable to write highly coherent diffraction gratings on a large area (potentially one square meter) with periods varying from 100 nm to several micrometers. The strategy is based on the "write on the fly" method, which allows writing long and stitchingless gratings by scanning a photoresist-coated substrate under a small area interferogram generated by a phase mask. The main object of this thesis concerns the design of the phase-mask. Two different types have been developed. The first type can be described as a monolithic Mach-Zehnder interferometer comprising three diffraction gratings at the same side of a thick fused silica substrate. This approach has the advantage of writing large periods without any upper limitation. Standard lithography techniques (e-beam, RIE) have been used to fabricate the mask during a two months stay at UEF at Joensuu. At the wavelength of 442 nm, a large 2 μm period grating has been made with exposure by a divergent beam.

The second type of mask is binary and made in a layer of high refractive index material. It has been used at the 244 nm wavelength and under immersion to write a 100 nm period grating. The modeling was performed to find the optimal structure capable of suppressing the zeroth transmitted order. The masks were made by three European partners within the Network of Excellence NEMO. The etching of LuAG has also been studied in view of making a 193 nm phase-mask.

To write large and homogeneous gratings, various methods of beam expansion were compared to generate a light line with a homogeneous intensity profile (top-hat). Solutions for the fabrication of long phase-masks have also been demonstrated.

Key words: Diffraction gratings, phase masks, nanostructures, microstructures, interferential lithography, beam-shaping, LuAG.