Caractérisation et modélisation de structures photoniques multi-échelles dans les bio-organismes, une espèce caractéristique des Morphidés : Morpho rhetenor

Julie Boulenguez

▶ **To cite this version:**

Julie Boulenguez. Caractérisation et modélisation de structures photoniques multi-échelles dans les bio-organismes, une espèce caractéristique des Morphidés : Morpho rhetenor. Physique [physics]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2009. Français. NNT : . tel-00422928

HAL Id: tel-00422928
https://theses.hal.science/tel-00422928

Submitted on 8 Oct 2009

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

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

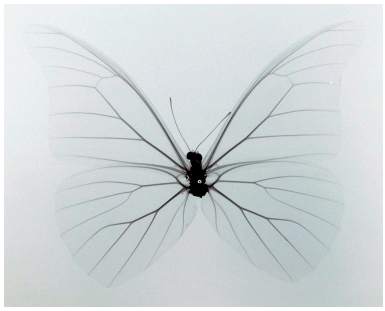
thèse de doctorat de l'université Pierre et Marie Curie - Paris VI

spécialité
physique de la particule à la matière condensée

présentée par
Julie Boulenguez

pour obtenir le grade de
docteur de l'université Pierre et Marie Curie

Caractérisation et modélisation de structures photoniques multi-échelles dans les bio-organismes, une espèce caractéristique des Morphidés : *Morpho rhetenor*



soutenue le 29 juin 2009 devant le jury composé de :

Serge Berthier	directeur de thèse
Pierre Chavel	rapporteur
Daniel Dupont	examinateur
Jacques Livage	examinateur
Amand Lucas	rapporteur
Agnès Maitre	examinatrice
Jean-Pol Vigneron	examinateur
Pete Vukusic	examinateur

Institut des NanoSciences de Paris - campus Boucicaut - 140, rue de Lourmel - 75015 Paris

Remerciements

Serge Berthier, directeur de thèse,
Jacques Lafait, chef d'équipe,
Bernard Perrin, directeur de laboratoire,
Pierre Chavel et Amand Lucas, rapporteurs,
Daniel Dupont, Jacques Livage, Agnès Maitre, Pete Vukusic, examinateurs,
Anne-Marie Cazabat et Jean Hare, directeurs de l'école doctorale,
Christine Andraud, Eric Charron et Sébastien Royer,
Abdelilah Mejdoubi, Emmanuel Maguet et Grégory Leclert,
Jean-Pol Vigneron et les *dear Biophotons*,
Hans Arwin et l'*applied optics group*,
Antonello De Martino et Martin Foldyna,
Patrick Callet et Sylvain Dumazet,
Frédéric Leroy,
Catherine Cassildé,
Philippe Lalanne et Jean-Paul Hugonin, *Reticolo software for grating analysis*, Institut d'Optique, Orsay, France (2005),
Stephan Borensztajn,
Dominique Demaille,
Jennyfer Miot et Céline Ferard,
Vincent Reillon, Clémence Bordier, Gaël Latour, Serge Itjoko, Caroline Magnain et Céline Vion,
Sébastien Fréal-Saison,
Romain, Nicolas et Jean-Philippe.

Table des matières

I Caractérisation **13**

1 Morphologie **15**
1.1 Radiographie . . . 15
1.2 Moiré . . . 17
1.3 Microscopie photonique . . . 20
1.4 Microscopie confocale . . . 24
1.5 Microscopie électronique à balayage . . . 27
1.6 Microscopie électronique en transmission . . . 31
1.7 L'échelle moléculaire . . . 35
1.8 Mesures géométriques en microscopie . . . 36
1.9 Le mouvement . . . 37

2 Optique **39**
2.1 Le spectrophotomètre à sphère intégrante . . . 39
2.1.1 Spectres pour différentes incidences . . . 40
2.1.2 Spectres sur une large plage . . . 42
2.2 Le goniospectrophotomètre . . . 47
2.2.1 L'appareil . . . 47
2.2.2 Considérations photométriques pour diaphragmer l'illumination . . . 48
2.2.3 Spectres en spéculaire . . . 51
2.2.4 Cartes de diffraction . . . 55
2.2.5 La diffraction conique . . . 56
2.2.6 Mesure dans l'espace réciproque . . . 61
2.3 Le goniospectrophotomètre en rétrodiffusion . . . 66
2.4 Le diffusomètre . . . 70
2.5 Le microspectrophotomètre . . . 73
2.5.1 L'appareil . . . 73
2.5.2 Transmission d'une écaille de *M. rhetenor* . . . 75
2.5.3 Réflexion multiéchelle sur *M. rhetenor* . . . 77
2.6 Ellipsométrie . . . 80
2.6.1 Cadre théorique . . . 80
2.6.2 Polarimétrie spectrale . . . 86
2.6.3 Polarimétrie spatiale et angulaire . . . 91

2.6.4 Mesure au goniospectrophotomètre 95

II Modélisation **99**

3 Étude multi-échelle par la méthode RCWA **103**
3.1 Principe de la méthode RCWA 103
3.2 Modèles 108
3.3 Résultats 109
3.3.1 Spectres de réflexion hémisphérique 109
3.3.2 Spectres de réflexion spéculaire 116
3.3.3 Cartes de diffraction 121
3.3.4 Spectres en rétrodiffusion 124
3.3.5 Microspectrophotométrie 126
3.3.6 Cartes de champ 130

4 La méthode des éléments finis **135**

5 L'approximation de Born **139**
5.1 Principe 139
5.2 Résultats 140

6 Le lancer de rayons arrière de *Virtuelium* **143**

Introduction

« Par juste perspective yssoit une couleur innommée, telle que voyez es coulz des tourterelles, qui rejouissoit merveilleusement les yeux des spectateurs. » Ainsi Rabelais, dans *La vie très horrificque du grand Gargantua*, décrit-il une couleur iridescente. On peut en voir sur des plumes, par exemple de colibri ou de geai, sur des écailles, de poisson ou de coléoptère, sur des pierres comme les opales...

Premières études optiques

En 1911, Michelson réalise des mesures ellipsométriques sur des métaux, des films minces de colorants et des animaux iridescents [1]. La similitude des résultats l'incite à penser que la forte réflexion de ces animaux est, comme dans les métaux, due à une grande absorption du matériau, qui empêche la propagation de la lumière en son sein. Il s'agirait donc d'une « réflexion de surface ». Leur absorption est supposée comme celle des colorants, très forte pour certaines longueurs d'ondes, mais pas sur tout le domaine visible, c'est pourquoi ils sont colorés et pas blancs comme la plupart des métaux ; c'est la « réflexion sélective ». Toutefois, pour *Morpho alga* (*sic*), Michelson écrit : « la mesure [...] montre clairement que tout le phénomène est considérablement compliqué par une structure des écailles. »

En 1919, Rayleigh défend l'hypothèse de couleurs interférentielles dues à la présence de couches minces [2]. Dans les années 1920, un microscopiste, Mason, réalise de nombreuses observations pour renforcer l'hypothèse des « couleurs structurales » [3, 4, 5, 6], qui trouvent leur origine dans l'interaction de la lumière et de la matière structurée. Dans les plumes et les insectes iridescents, il observe des empilements de couches minces. Ses observations seront confirmées dès l'invention de la microscopie électronique [7]. Il souligne déjà l'importance pour le rendu coloré de la transparence, de la forme et de l'orientation des écailles, même quand elles sont pigmentaires. Merritt montre qu'un modèle d'interférences dans une couche mince suffit à comprendre les spectres de réflexion des plumes du cou du pigeon et du *Morpho menelaus* [8]. Aujourd'hui encore un modèle d'interférences dans un multicouche permet souvent d'obtenir suffisamment d'information sur le fonctionnement optique de la structure réelle [9, 10].

Les cristaux photoniques et le biomimétisme

Dans un cristal photonique, la modulation spatiale périodique de l'indice de réfraction contrôle la propagation des ondes électromagnétiques. Dans certaines conditions elle fait apparaître une plage de fréquences dans laquelle la propagation des ondes est interdite, quelle que soit la direction de propagation ; c'est la « bande interdite photonique ». En 1987, Yablonovitch propose l'analogie suivante [11] : de même que dans les semiconducteurs cristallins la périodicité atomique empêche la propagation des électrons dont l'énergie est dans la bande interdite électronique, de même dans un matériau diélectrique la périodicité de l'indice de réfraction empêche la propagation des photons dont l'énergie est dans la bande interdite photonique. L'introduction de défauts dans le cristal autorise la propagation contrôlée des photons à une énergie donnée. Les cristaux photoniques promettent de nombreuses applications dans les domaines des transistors, lasers, cellules

solaires, guides d'ondes... On attend aussi d'eux de nouveaux effets comme par exemple la réfraction négative des « métamatériaux main gauche », si bien que leur étude suscite l'engouement de la communauté scientifique. Leur réalisation passe souvent par le perçage de trous dans un matériau diélectrique, mais bien d'autres géométries sont explorées, comme les opales synthétiques et la structure « couche par couche » (*woodpile*) [12]. Leur modélisation implique de prendre en compte la nature vectorielle du champ électromagnétique et de résoudre les équations de Maxwell [13].

Dans un tel contexte, les structures photoniques naturelles présentent un attrait particulier. Elles sont composées de chitine ou de kératine ; même si leur indice de réfraction fait encore l'objet d'investigations [14], on sait qu'il est de l'ordre de 1,5, si bien que le contraste d'indice est bien plus faible que dans les cristaux artificiels. Souvent, des pigments, comme la mélanine, sont inclus dans la structure photonique ; ils provoquent une absorption localisée. La géométrie de la structuration est souvent complexe, très aérienne, de réalisation difficile à envisager par l'humain. Ces structures sont efficaces alors que la microscopie électronique révèle un désordre dans la structure qui serait intolérable dans la réalisation des cristaux artificiels. Elles sont optimisées par l'évolution, probablement pas avec la réflectivité comme seul objectif, mais aussi sous des contraintes mécaniques, thermiques et hygrométriques [15, 16]. Elles pourraient être optiquement moins performantes que les structures artificielles, mais moins onéreuses, plus faciles à réaliser, avec de meilleures propriétés mécaniques [17]. Elles ont l'aspect attrayant du métal en étant des isolants thermiques et électriques [18]. Leur grande variété en fait une source d'inspiration inépuisée. De nombreux travaux sont alors consacrés à la compréhension des propriétés optiques de telles structures [19]. La caractérisation optique est approfondie : la réflexion est mesurée dans un maximum de configurations possibles afin de bien cerner le comportement de la structure. En particulier de plus en plus d'attention est accordée aux effets de polarisation de ces structures. Grâce aux outils de calcul plus puissants, les simulations sont plus détaillées, avec par exemple la méthode des éléments finis (*Finite Elements Method, FEM*) [20] ou la méthode des différences finies dans le domaine temporel (*Finite-Difference Time-Domain, FDTD*) [21, 22]. Les techniques de réplication des structures photoniques naturelles se multiplient [23, 24, 25, 26].

Intérêt biologique

La couleur d'un être vivant doit lui permettre tout à la fois de se cacher de ses prédateurs, d'afficher son identité et de capter l'énergie solaire. En 1867, Darwin est intrigué par les couleurs vives exhibées par certaines chenilles, qu'il ne peut pas expliquer par la sélection sexuelle. Alfred Russell Wallace lui répond que ces couleurs pourraient bien avertir le prédateur que la chenille n'est pas comestible. Cette stratégie adaptative est l'aposématisme (du grec *apo* au loin, *sematic* signe, signal repoussant). Elle repose sur la capacité d'apprentissage du prédateur. Le mimétisme müllerien, entre espèces non-comestibles, renforce la stratégie. Le mimétisme batésien consiste, pour une espèce comestible, à adopter la couleur d'une espèce aposématique ; il affaiblit la stratégie. Face à ces concepts restent quelques questions. La vision des prédateurs (par exemple pour les papillons, la vision des oiseaux) diffère de la nôtre [27]. Chez certains sca-

FIG. 1 – Face ventrale d'un *M. rhetenor*

rabées les couleurs iridescentes pourraient également être le support d'une communication intraspécifique [28]. L'évolution des couleurs structurales serait corrélée à l'évolution des espèces. L'apparition de la vision, en particulier des prédateurs, aurait suscité le développement, par les proies, de stratégies variées utilisant la lumière [29]. Il est donc important de comprendre les couleurs et les visions des animaux.

Chez les *Morphos*, la couleur brune de la face ventrale (figure 1) peut assurer à la fois le camouflage et le chauffage. Les couleurs des deux faces et les structures photoniques de la face dorsale semblent constituer un critère phylogénique pertinent. Les faces dorsales de quelques *Morphos* sont représentées en figure 2. On peut classer les couleurs des *Morphos* en quatre grand types : les bleu profond, les blanc, les bleu pâle et les autres. D'après la classification de la figure 3 est établie d'après les critères actuellement reconnus. La couleur bleu intense y apparaît comme un caractère ancien.

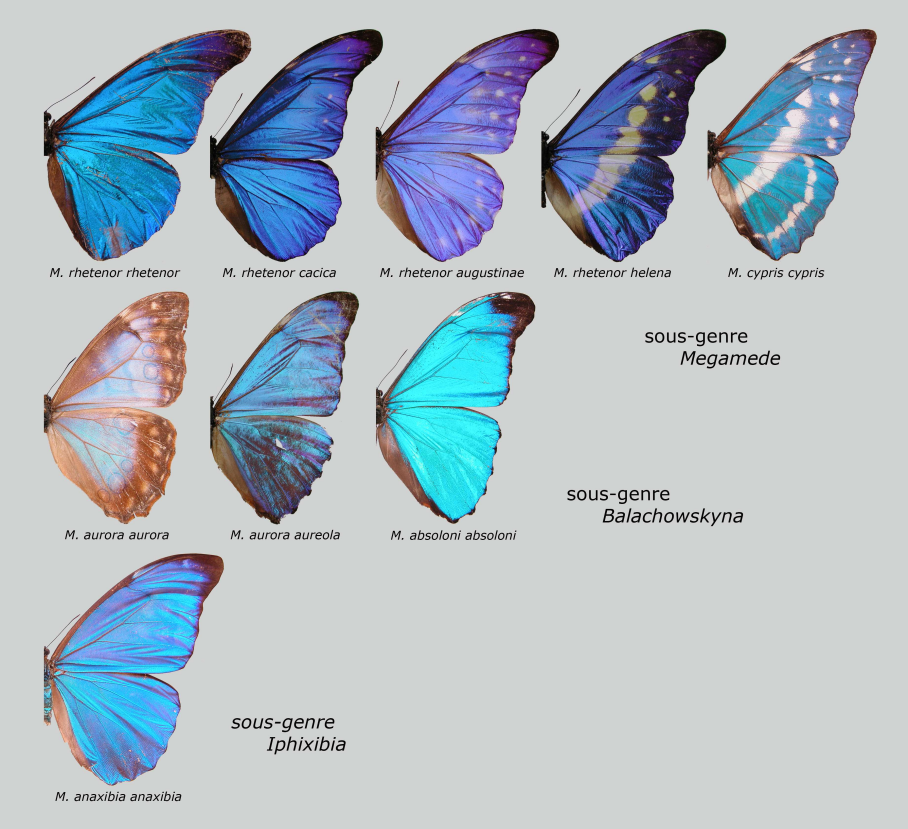


FIG. 2 – Quelques Morphos (d'après Catherine CASSILDÉ)

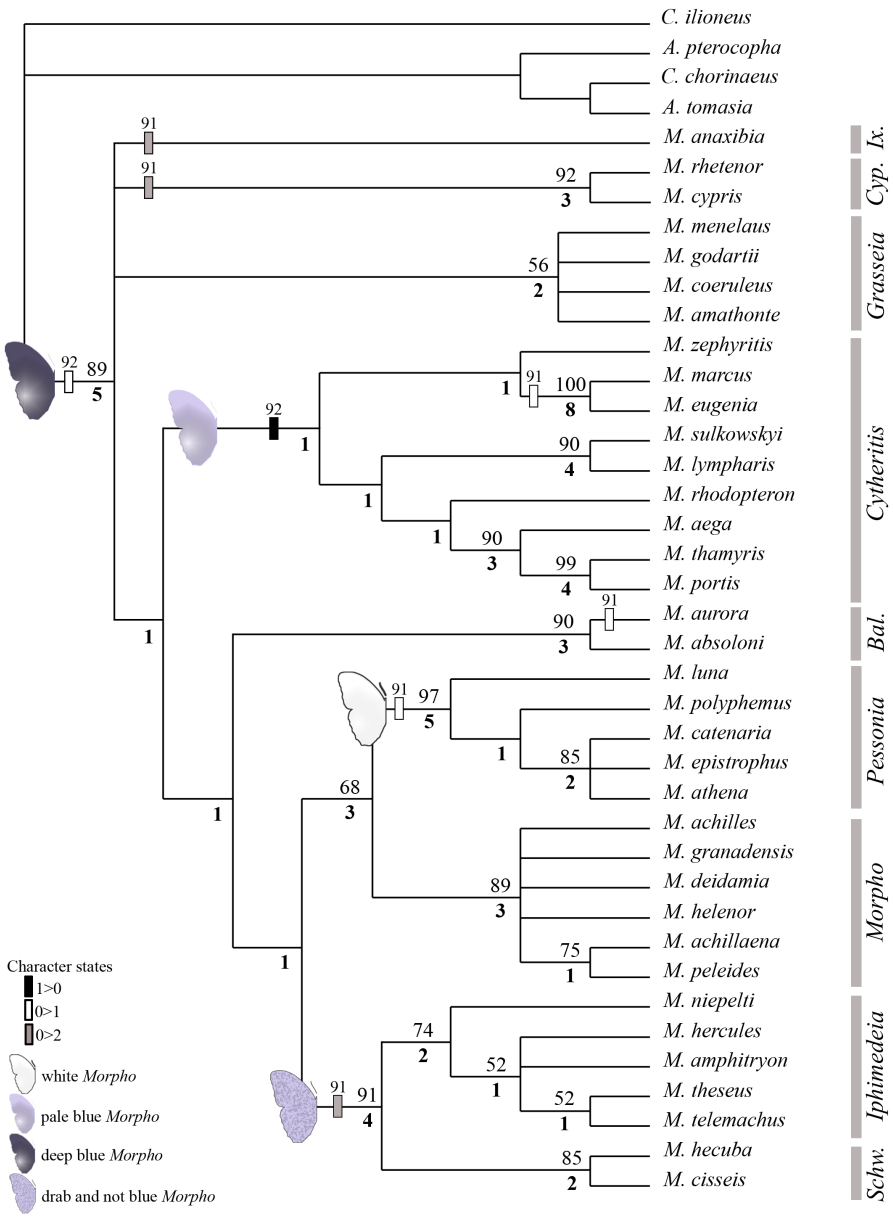


FIG. 3 – Classification proposée par Catherine CASSILDÉ, du Museum d'Histoire Naturelle de Paris

Première partie

Caractérisation

Chapitre 1

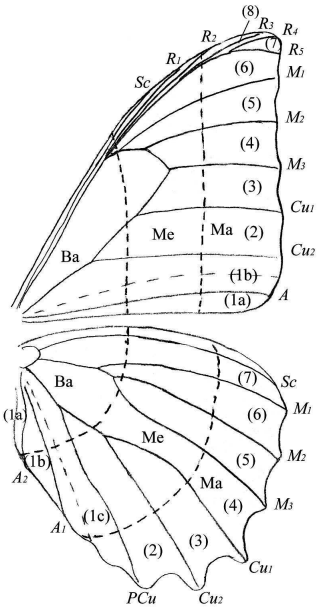
Morphologie

L'envergure de *M. rhetenor* est d'une douzaine de centimètres. Une aile de papillon est constituée de deux membranes qui se sont développées indépendamment et se sont accolées lors de la formation finale de l'aile. C'est pourquoi les motifs et les implantations des écailles des faces ventrale et dorsale de l'aile sont si différents. Chez beaucoup de *Morphos*, la face ventrale est cryptique (sombre, pour le camouflage) alors que la face dorsale présente un bleu éclatant. Pendant qu'elles s'accolent l'une à l'autre, les membranes se sclérifient le long des trachées, formant le réseau de nervures. Celui-ci est caractéristique de l'espèce. La nomenclature de la figure 1.1 permet de se repérer dans ce réseau. Les nervures sont parallèles à l'axe base-périphérie de l'aile, sauf la nervure discoïdale qui relie la radiale et la cubitale. Les aires délimitées par les nervures et le bord de l'aile sont les cellules alaires. Elles portent le nom de leur nervure inférieure, sauf l'aire discoïdale, délimitée par radiale, cubitale et discoïdale. Les mesures optiques requièrent des échantillons plats et homogènes qui sont le plus souvent prélevés dans les plus grandes de des cellules alaires, comme Cu1 ou Cu2.

1.1 Radiographie

La radiographie consiste à réaliser un cliché de la structure interne d'un objet à l'aide de rayons X. Cette technique est devenue très populaire en imagerie médicale aussitôt après la découverte de ces rayons par Röntgen en 1895. Elle repose sur la différence d'opacité aux rayons X des tissus, selon leur composition et leur épaisseur. Au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF), un dispositif d'acquisition de clichés a été conçu pour l'analyse d'œuvres d'art.

Lors de la réalisation de la radiographie de *M. rhetenor*, la tension d'alimentation, différence de potentiel qui accélère les électrons de la source, est 5 kV, si bien que les rayons X générés ont une énergie de l'ordre de 3,5 keV ; il s'agit de rayons X « mous », *i.e.* de faible énergie. Le papillon est juste devant le film photographique, sous un flux continu d'hélium qui crée une atmosphère plus transparente aux rayons X. La radiographie de *M. rhetenor*, figure 1.2, met en valeur le réseau de nervures de ses ailes.



aires	
Ba	basale
Me	médiale
Ma	marginale
nervures et cellules	
Sc	subcostale
R	radiale
M	médiale
Cu	cubitale
A	abdominale

FIG. 1.1 – Nervation standard d'un Morpho et nomenclature des principales régions des ailes (d'après Catherine CASSILDÉ)

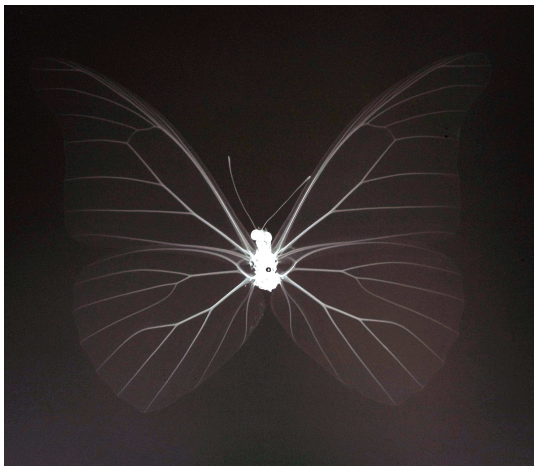


FIG. 1.2 – Radiographie de *M. rhetenor*

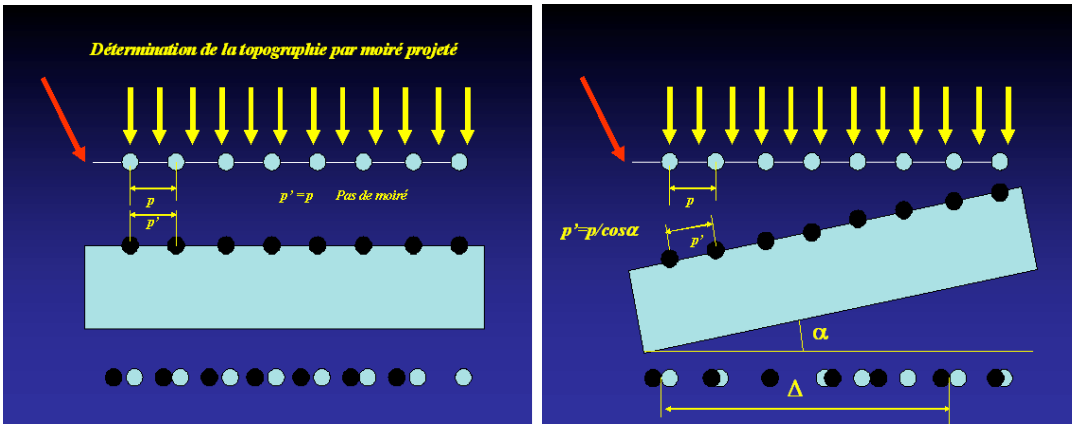


FIG. 1.3 – Formation de moiré par projection d'un réseau sur une surface

1.2 Moiré

Le moiré est un effet de contraste résultant de la superposition de deux motifs périodiques. Soient par exemple deux répartitions spatiales de l'intensité lumineuse sinusoïdales de périodes différentes,

$$\begin{aligned} I_1(x) &= I_0 \sin(2\pi\sigma_1 x) \\ I_2(x) &= I_0 \sin(2\pi\sigma_2 x) \end{aligned}$$

de périodes respectives $p_1 = \frac{1}{\sigma_1}$ et $p_2 = \frac{1}{\sigma_2}$. L'intensité résultante de la superposition de ces deux motifs est :

$$\begin{aligned} I(x) &= I_0(\sin(2\pi\sigma_1 x) + \sin(2\pi\sigma_2 x)) \\ &= I_0 2\sin(2\pi\frac{\sigma_1+\sigma_2}{2}x)\cos(2\pi\frac{\sigma_1-\sigma_2}{2}x) \end{aligned}$$

On observe donc des « battements » : un motif de période égale à la moyenne des deux périodes de départ est modulé par une enveloppe, le moiré, de période plus grande, donnée par :

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{\sigma_1-\sigma_2}{2} \quad \text{donc} \quad \lambda = 2\frac{p_1 p_2}{p_2-p_1}$$

On pose $p = p_1$ et $\delta p = p_2 - p_1$ et, si $\delta p << p$, on obtient

$$\lambda \simeq 2\frac{p^2}{\delta p}$$

La période apparente est la distance entre les noeuds de l'enveloppe, c'est donc $\frac{p^2}{\delta p}$.

Pour déterminer la topographie d'une surface, on peut observer le moiré entre un réseau de référence et son image projetée sur la surface. En figure 1.3 on considère une surface plane sur laquelle on projette l'ombre d'une grille de pas p_1 éclairée en incidence

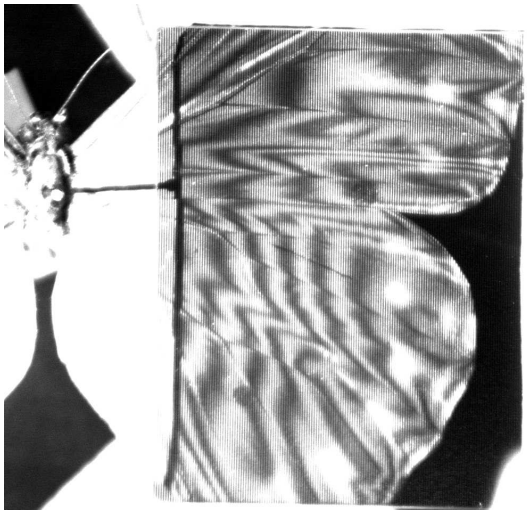


FIG. 1.4 – Moiré sur *M. cypris*

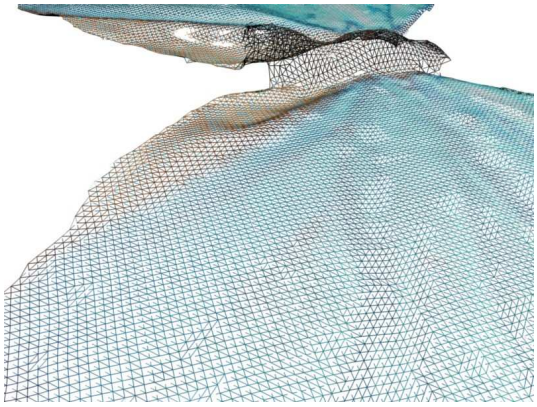


FIG. 1.5 – Maillage de *M. rhetenor* obtenu à partir de moiré

normale. La direction d'observation est oblique (flèche rouge). Si la surface est parallèle à la grille, le pas du réseau d'ombre est égal à celui de la grille et il n'y a pas de moiré ($\delta p = 0$). Si la surface est inclinée d'une angle α, le pas du réseau d'ombre est $p_2 = p_1/\cos\alpha$. La mesure de la période apparente du moiré permet donc d'accéder à α. La résolution est liée au pas de la grille.

En figure 1.4, on peut voir une image de moiré sur *M. cypris*.

Le laboratoire de Mathématiques Appliquées aux Sciences de l'École Centrale Paris dispose d'un système de projection de grilles qui permet d'établir la topographie d'un papillon avec une résolution de 50 μm (figure 1.5). On retrouve les reliefs liés au réseau de nervures. En outre, dans la chrysalide les ailes sont pliées en accordéon et les cellules alaires de l'imago (papillon adulte) présentent encore quelques plis. Une telle numérisation du papillon est le moyen d'introduire ces reliefs et plis dans une simulation.

Nous l'utilisons dans un logiciel de lancer de rayons pour construire une image virtuelle du papillon (chapitre 6).

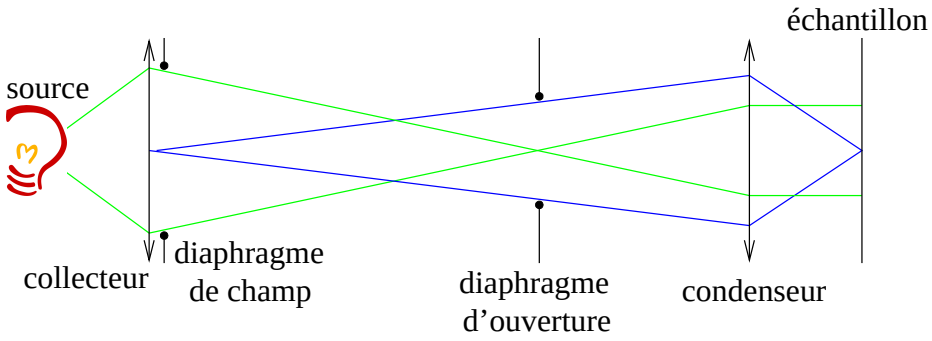


FIG. 1.6 – Principe de l'éclairage KÖHLER.

1.3 Microscopie photonique

Le microscope Olympus BX51 dont nous disposons à l'INSP est équipé d'un appareil photographique.

Réglage de l'éclairage Köhler

Dans un microscope l'image de l'échantillon par l'objectif est reprise et collimatée par l'oculaire. On peut nettement améliorer la qualité des observations en accordant de l'attention à la mise en forme du faisceau d'illumination. La technique mise au point par KÖHLER en 1893 est largement utilisée en microscopie optique, son principe est présenté en figure 1.6. Le collecteur image la source dans le plan focal objet du condenseur. Le diaphragme de champ permet de choisir l'aire éclairée de l'échantillon. Dans le plan focal objet du condenseur, un diaphragme permet de choisir l'ouverture du faisceau d'éclairage. Si on travaille en réflexion, le principe reste le même ; une séparatrice est introduite entre le diaphragme d'ouverture et le condenseur, qui n'est autre que l'objectif.

Pour régler l'éclairage KÖHLER :

- faire la mise au point sur l'échantillon ;
- fermer le diaphragme de champ, on le voit dans le champ, même si son image n'est pas nette ;
- placer le condenseur longitudinalement de façon à obtenir une image nette du diaphragme de champ, latéralement de façon à centrer cette image ;
- ouvrir le diaphragme de champ de façon à ce que l'image de ses bords soit juste autour du champ observé. Le diaphragme de champ restreint le diamètre du faisceau entrant dans le microscope, il diminue la lumière parasite et augmente le contraste de l'image ;
- choisir l'ouverture du diaphragme d'ouverture. Si on est limité par la diffraction, la résolution est de l'ordre de 1,22 $\lambda/2a$, où a est l'ouverture du faisceau utile. Ouvrir le diaphragme d'ouverture permet donc d'améliorer la résolution. Toutefois cette ouverture s'accompagne d'une augmentation de la lumière incidente qui peut provoquer une perte de contraste. Le choix de l'ouverture de ce diaphragme résulte

donc d'un compromis fait en observant l'échantillon. On recommande souvent de l'ouvrir à environ 70 % de l'ouverture de l'objectif ;
– enfin, éventuellement affiner la mise au point sur l'échantillon.

Ce réglage doit être contrôlé pour chaque objectif et pour chaque échantillon.

Observations

Sur la figure 1.7 on peut voir des écailles de *M. rhetenor* en différents points de l'aile. La taille typique d'une écaille est 80×200 μm. Sur les régions homogènes, l'ordre des écailles est frappant ; près de la base il se dégrade. Sur les images en haut à gauche, quelques écailles ont été arrachées et on peut apercevoir les trachéoles. Chaque cellule alaire est parcourue par un réseau secondaire de trachéoles. Sur la figure 1.8, des écailles des faces ventrale et dorsale ont été arrachées ; une trachéole relie les pédicelles des écailles. Souvent, les trachéoles sont parallèles à la périphérie de l'aile si bien que les écailles sont alignées, parallèles entre elles, parallèles à l'axe base-marge de l'aile. Classiquement, les écailles sont disposées en deux couches : les écailles de fond et les écailles de recouvrement, très différentes. Elles naissent en alternance sur une même trachéole, les unes recouvrent les autres comme des tuiles sur un toit. Les écailles de fond ne se chevauchent pas et recouvrent pratiquement toute la surface de la membrane alaire. Les écailles structurales se trouvent en fond et les écailles de recouvrement sont transparentes. Chez *M. rhetenor* les écailles de recouvrement sont atrophiées, leur taille est de l'ordre de 10×20 μm, elles ne recouvrent pas du tout les écailles de fond. Les écailles structurales sont particulièrement plates et elles sont directement exposées à la lumière ; c'est pourquoi nous avons choisi cette espèce pour notre étude. La base d'une écaille est du côté de l'aire basale de l'aile, du côté du corps, elle porte le pédicelle qui la relie à la trachéole. À l'opposé, l'apex de l'écaille pointe du côté de l'aire marginale de l'aile.

Sur la figure 1.9, une écaille isolée est observée avec un objectif de grandissement X40. La faible profondeur de champ d'un tel objectif rend la réalisation d'un cliché difficile. On peut néanmoins voir les stries sur la face supérieure de l'écaille. Elles sont parallèles à l'axe base-apex de l'écaille. La distance entre deux stries consécutives est de l'ordre du micromètre. Ces stries sont communes à presques toutes les espèces de papillons ; ici elles sont l'origine de l'éclat bleu.

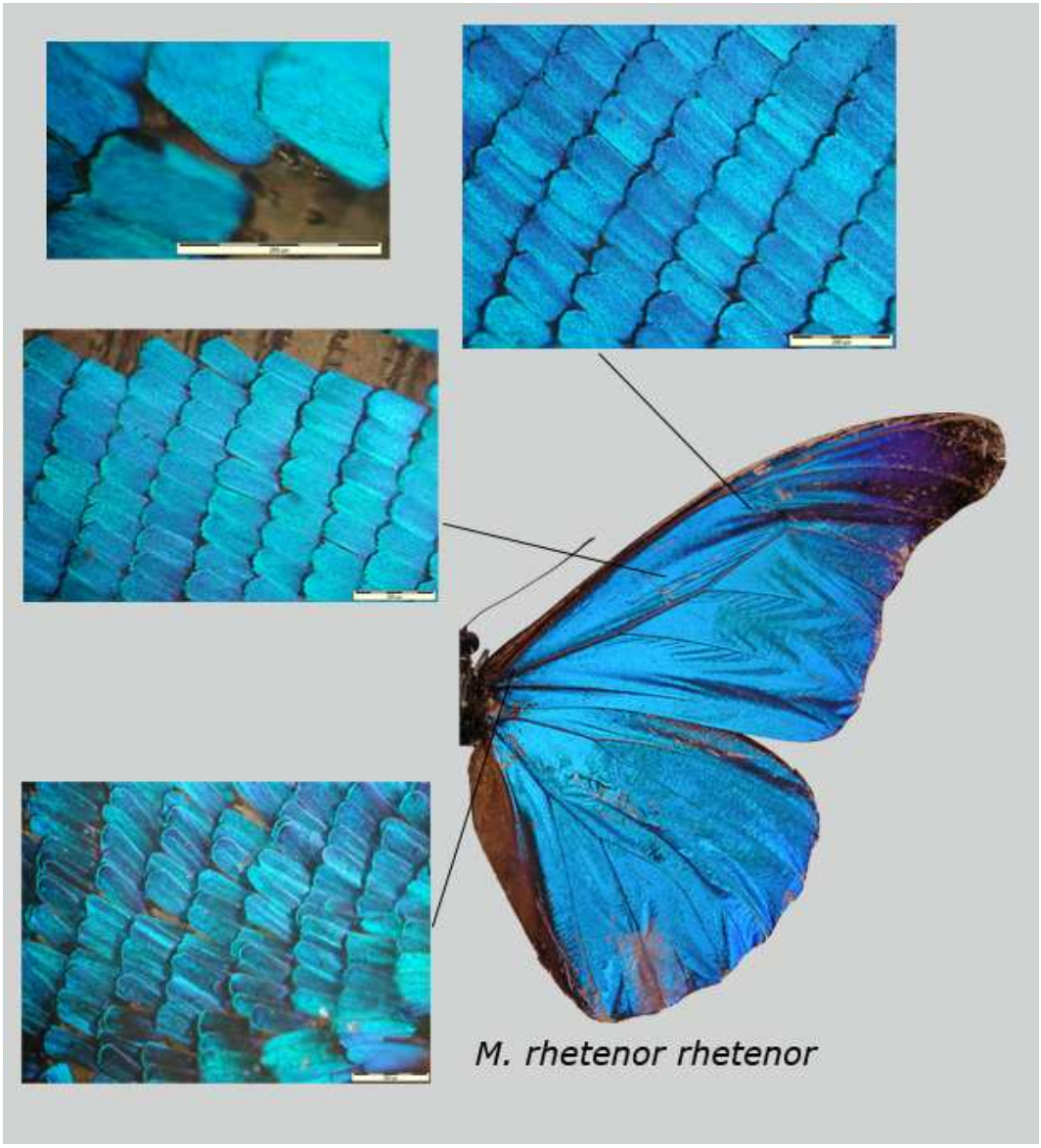


FIG. 1.7 – Écailles de *M. rhetenor* observées au microscope photonique (d'après Catherine CASSILDÉ). Les barres d'échelle représentent 200 μm.

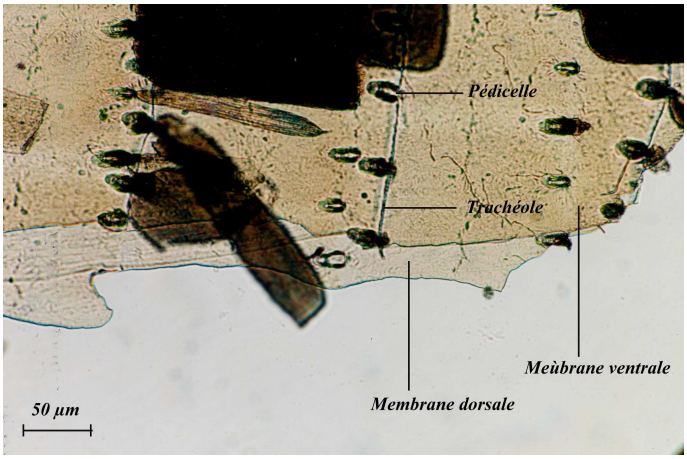


FIG. 1.8 – Membrane alaire de *M. menelaus*.

FIG. 1.9 – Écaille de *M. rhetenor* isolée observée au microscope photonique.

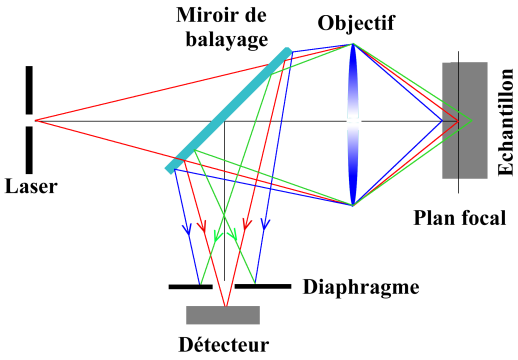


FIG. 1.10 – Schéma de principe de la microscopie confocale

1.4 Microscopie confocale

Breveté en 1957, le microscope confocal est un microscope photonique de très faible profondeur de champ. Le principe en est représenté en figure 1.10. Un très petit diaphragme est placé devant le détecteur, dans un plan conjugué du plan que l'on souhaite observer. Il coupe la lumière parasite qui vient des plans voisins de celui-ci, ce qui augmente le contraste de l'image. La source est un laser. Des miroirs de balayage font balayer le champ au faisceau laser pour construire une image. Puis un piezoélectrique déplace longitudinalement l'objectif pour positionner le plan focal dans la profondeur de l'échantillon ; la série d'images ainsi acquises permet de construire une représentation en trois dimensions de l'objet observé.

Les mesures sur *M. rhetenor* ont été réalisées lors de la démonstration par l'entreprise Nanofocus d'un microscope confocal portable. L'échantillon est un morceau d'aile fixé sur du carton noir. Une numérisation en trois dimensions de la face supérieure des écailles a pu être construite (figure 1.11).

Sur la figure 1.12, une carte des hauteurs sur plusieurs écailles révèle un léger chevauchement latéral de celles-ci. Il les incline de 6°. Nous avons vu en microscopie photonique qu'il dépend beaucoup de la région de l'aile observée ; dans l'aire basale il est beaucoup plus important que dans une région plate et homogène comme celle dans laquelle cet échantillon est prélevé.

Une carte des hauteurs sur une seule écaille (figure 1.13) révèle une déformation relative de sa face supérieure. C'est une vallée, parallèle à l'axe base-apex de l'écaille, d'1 μm de profondeur, ce qui correspond à une pente de 4° et n'a donc pas une grande conséquence sur l'aspect visuel de l'écaille. Cette déformation a été observée sur plusieurs écailles. Sur le profil, les plus petites oscillations pourraient être liées aux stries, mais on est juste à la limite de résolution de l'appareil, si bien que, si on sent les stries, on les sous-échantillonne et on ne peut pas mesurer leur période.

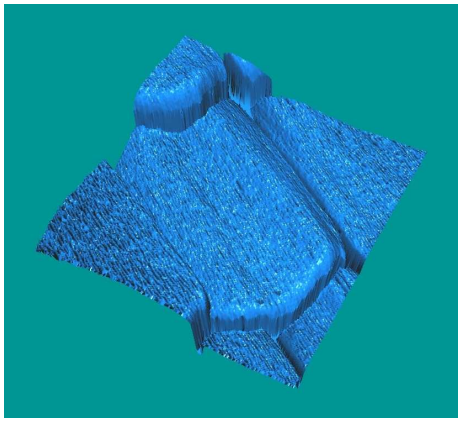


FIG. 1.11 – Reconstitution en trois dimensions des écailles de *M. rhetenor* par microscopie confocale

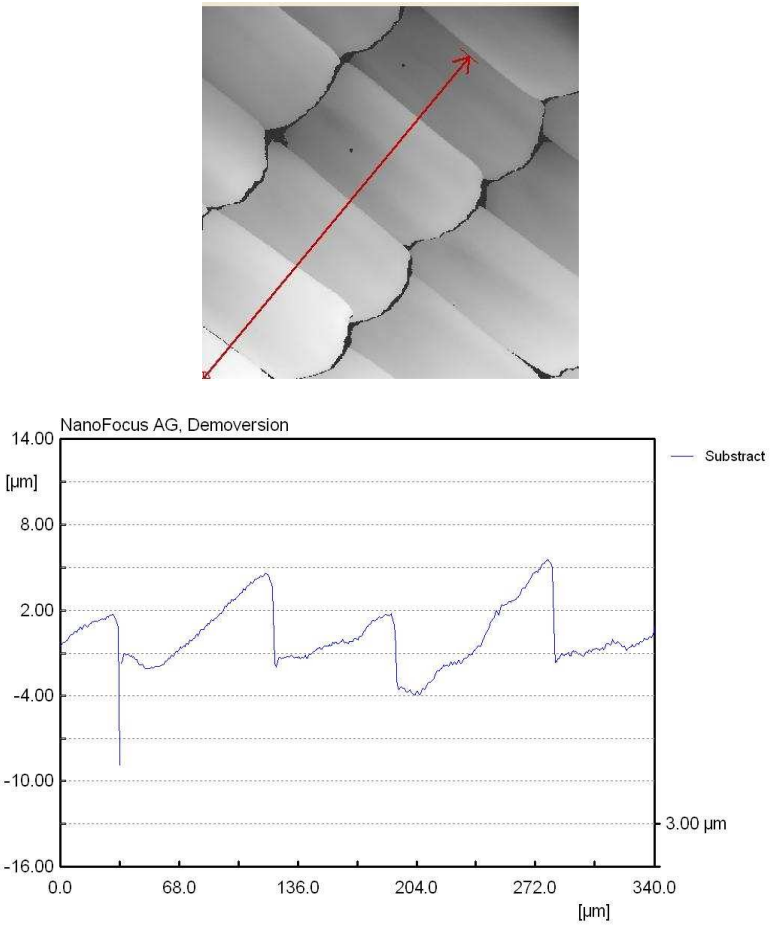


FIG. 1.12 – Écailles de *M. rhetenor* observées en microscopie confocale : image et profil

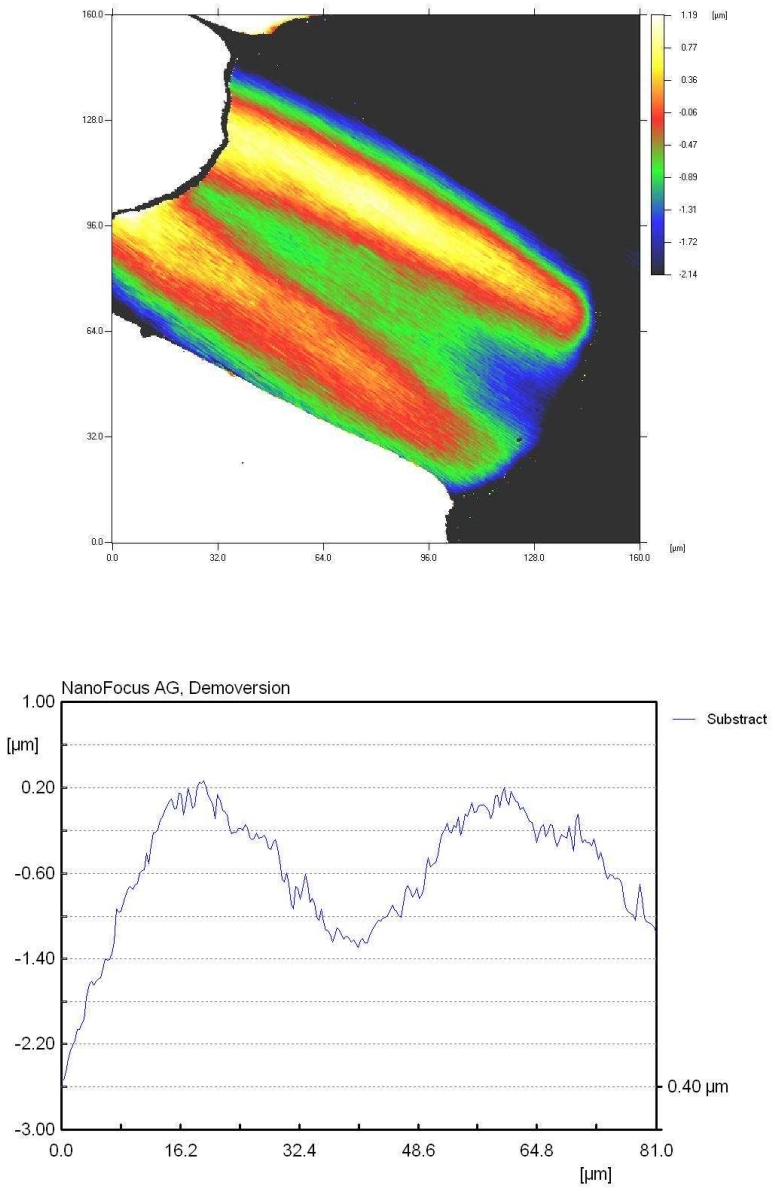


FIG. 1.13 – Écaille de *M. rhetenor* observée en microscopie confocale : image et profil

1.5 Microscopie électronique à balayage

Principe

Le pouvoir de résolution en microscopie optique est limité par la longueur d'onde de la lumière. En 1924, De Broglie émet l'hypothèse de la nature ondulatoire des électrons. La longueur d'onde associée à l'électron est bien plus faible que celle associée au photon, c'est pourquoi on peut attendre de la microscopie électronique une meilleure résolution.

La source d'un microscope électronique à balayage est un canon à électrons. Une colonne de « lentilles électroniques » met en forme le faisceau et lui fait balayer la surface de l'échantillon. Celui-ci est porté par une platine orientable. Des détecteurs captent et analysent les rayons émis par l'échantillon.

Des collisions des électrons primaires (incidents) avec les atomes de l'air provoqueraient la diffusion de ces électrons et leur ralentissement, donc un élargissement spatial et énergétique du faisceau de sonde, qui rendrait difficile l'analyse des rayonnements émis par l'échantillon. C'est pourquoi on fait dans la chambre objet un vide poussé, de l'ordre de 10^{-3} Pa. D'autres pompes peuvent maintenir le niveau de vide nécessaire aux différents niveaux de la colonne.

Différentes interactions peuvent se produire entre un électron primaire et un atome de l'échantillon, donnant lieu à l'émission d'électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger ou rayons X. Selon la nature de l'échantillon, l'information recherchée et la technique accessible, on privilégie la détection des uns ou des autres, dans notre cas les électrons secondaires.

Un choc entre un électron primaire et un atome de l'échantillon peut provoquer l'éjection d'un électron peu lié, appelé « électron secondaire ». Un électron primaire peut générer plusieurs électrons secondaires. Ces électrons ont une énergie relativement faible, de l'ordre de 50 eV. Par conséquent une faible différence de potentiel suffit à les dévier. La détection est donc aisée et on obtient souvent un bon rapport signal/bruit et une bonne résolution. En pratique, on place devant le détecteur d'électrons une grille que l'on porte à un potentiel de l'ordre de 300 V. Ainsi seuls les électrons secondaires sont orientés vers le détecteur.

Puisque les électrons secondaires ont une faible énergie, ceux qui sont détectés proviennent d'une profondeur dans l'échantillon de moins de 10 nm. Donc toute variation de la surface de l'échantillon entraîne une variation du nombre d'électrons secondaires. La mesure de cette variation donne accès à la topographie de l'échantillon. La région de l'échantillon qui émet des électrons secondaires est celle bombardée par le faisceau primaire. La résolution est donc de l'ordre de grandeur du diamètre de ce faisceau ; dans notre cas sa valeur minimale est 5 nm. Quand l'incidence augmente, la surface excitée augmente et le nombre d'électrons secondaires émis augmente. Donc une pente en surface de l'échantillon apparaît plus lumineuse qu'une région orthogonale à l'axe du microscope. On parle de « contraste topographique ». Cet effet est accentué par le fait que le détecteur est loin de la normale à l'échantillon. Sa position presque rasante provoque des effets d'ombrage.

L'échantillon idéal pour la microscopie électronique à balayage est :
- plat, de taille environ 1 cm : on découpe un morceau dans une cellule de l'aile ;
- propre : selon l'origine et la conservation du papillon, c'est le plus souvent le cas ;
- déshydraté : les insectes le sont le plus souvent lors de la capture, l'abdomen des papillons est retiré ;
- conducteur...

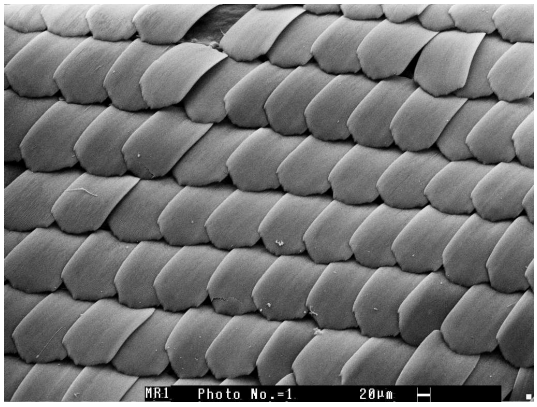
Dans notre cas, le morceau d'aile est isolant, donc il risque de « charger » c'est-à-dire que les électrons s'accumulent au niveau des écailles et provoquent une surbrillance sur l'image. Pour éviter ce phénomène on peut utiliser un faisceau primaire de basse énergie, ici cela ne suffit pas et il faut métalliser l'échantillon. Le morceau d'aile est fixé à la platine porte-échantillon avec du papier adhésif et de la colle conducteurs. Puis il est couvert par pulvérisation cathodique d'une fine couche d'or et de palladium. L'épaisseur de la couche nuit à la résolution. Sur des écailles de papillon on dépose le plus souvent 3 à 5 nm d'or. Le modèle de microscope électronique à balayage utilisé ici est un Zeiss 440 Stereoscan. La source délivre un faisceau dont l'énergie peut varier de 5 keV à 30 keV, habituellement 15 keV.

Images

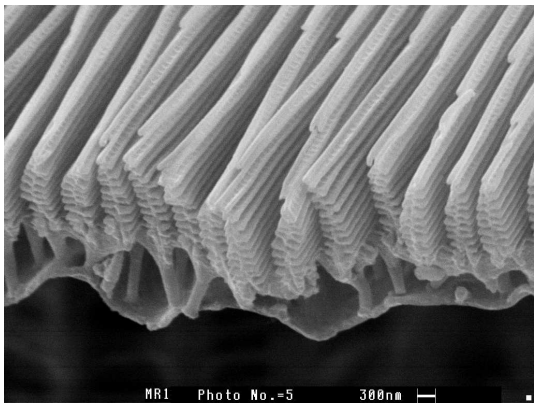
Sur la figure 1.14, image (a), on a une vue d'ensemble des écailles de *M. rhetenor*. Les écailles de fond sont bien ordonnées. La résolution est meilleure qu'en microscopie optique et on peut voir quelques stries, écailles endommagées et poussières, mais c'est surtout ici la profondeur de champ qui rend l'observation plus confortable qu'en microscopie optique.

Sur l'image (b), l'apex d'une écaille de fond est coupé avant l'observation et on peut voir la section de l'écaille. Une écaille est formée de deux feuillets chitineux. La face inférieure, faisant face à la membrane alaire, est généralement lisse. La face supérieure, du côté du monde extérieur est plus épaisse et montre chez les papillons une grande diversité de structures. Entre les deux, des trabécules maintiennent la structure. Si on considère l'écaille comme une soie sensorielle, il n'est pas surprenant que sa face supérieure soit perforée de pores permettant le passage de substances du monde extérieur vers le monde intérieur de l'insecte. Ici, chaque strie de la face supérieure de l'écaille est un empilement d'une dizaine de lamelles de chitine. La profondeur des stries, plus d'un micron, est bien plus grande que la distance inter-stries, ce qui fait de notre structure un réseau de diffraction « profond ». Cette structure est typique des *Morphos* ; par exemple les écailles structurales de *M. menelaus* et *M. sulkowskyi* ont rigoureusement la même architecture, elles diffèrent légèrement par les dimensions et le nombre de lamelles empilées dans chaque strie. Sur cette image la face inférieure de l'écaille n'est pas plate et les stries ne sont pas bien droites et parallèles ; ceci est sans doute dû à la technique d'observation (section de l'écaille, charge...). D'après les autres observations on peut dire qu'en général elle le sont.

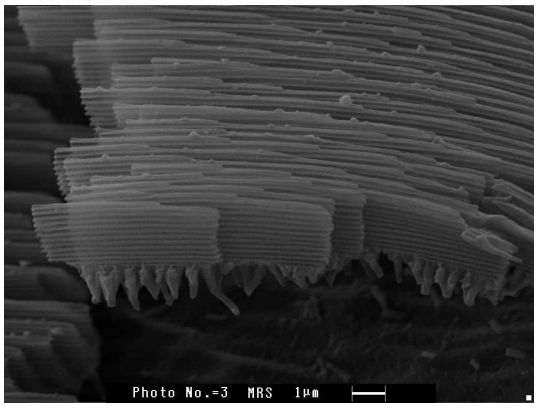
Sur l'image (c), la face supérieure d'une écaille particulièrement endommagée permet de voir le profil des stries. La face inférieure de l'écaille est arrachée. Dans chaque strie, les lamelles sont très longues et droites, légèrement inclinées par rapport au plan moyen



(a) vue d'ensemble



(b) section



(c) profil de stries

FIG. 1.14 – écailles de *M. rhetenor* au MEB

de la face supérieure de l'écaille. Des microtrabécules les maintiennent. Chez d'autres *Morphos*, les lamelles peuvent être plus courtes et beaucoup plus inclinées par rapport au plan moyen de la face supérieure de l'écaille. Une fois encore la régularité et la profondeur du réseau sont frappantes.

1.6 Microscopie électronique en transmission

Principe

Dans un microscope électronique en transmission (MET), l'échantillon est placé dans la « colonne ». Il est traversé par le faisceau d'électrons délivré par le canon et mis en forme par les lentilles électroniques. Des lentilles magnétiques imagent l'échantillon sur un écran fluorescent. Les interactions du faisceau d'électrons avec l'échantillon, selon son épaisseur, sa densité et sa nature chimique, déterminent le contraste de l'image. L'échantillon doit être très mince pour que le faisceau soit transmis. Il doit résister à l'impact du faisceau et au vide de la colonne, et être conducteur pour ne pas « charger ». Sa préparation est donc cruciale.

Préparation des échantillons

Les techniques de péparation sont très variées. Par exemple dans certains matériaux on peut découper la lame à observer avec un faisceau d'ions focalisé. Ici nous présentons la préparation d'échantillons biologiques. Chaque étape de la préparation doit être adaptée à l'échantillon étudié. Par exemple on utilise une résine de même dureté que l'échantillon. L'adaptation ne peut souvent se faire qu'empiriquement. Chaque étape de la préparation peut laisser une trace visible au MET. Observer le même échantillon préparé de plusieurs façons différentes permet de distinguer ces traces de ce qui est propre au matériau. L'identification de ces traces peut donner de l'information sur le matériau observé, comme sa dureté, sa résistance aux attaques chimiques et aux différentes températures. Elle permet aussi de savoir quel protocole de préparation est le mieux adapté à cet échantillon.

Les grandes étapes de la préparation sont les suivantes :

- la préparation préalable de l'échantillon ;
- la préparation, *i.e.* la réalisation de la lame qui sera observée ;
- la post-préparation, pour renforcer le contraste.

La préparation préalable comprend :

- la fixation pour immobiliser les molécules et stabiliser les structures, souvent inutile pour les structures de chitine ;
- la déshydratation car l'eau nuit à la polymérisation de la résine. Il s'agit de bains successifs pour substituer progressivement aux solutions aqueuses un solvant miscible avec la résine (éthanol puis oxyde de propylène) ;
- l'inclusion :
  - l'imprégnation : par des bains successifs, substitution du solvant par le milieu d'inclusion préparé extemporanément en mélangeant résine, durcisseur, plastifiant et éventuellement accélérateur ;
  - la polymérisation de la résine à l'étuve.

Dans notre cas la lame à observer au MET est coupée à l'ultramicrotome. Au préalable, avec une lame de rasoir l'extrêmité du bloc de résine qui enrobe l'échantillon est taillée en pointe. Au microtome, on réalise une première série de coupes pour sculpter à la surface de l'échantillon une « mesa », de section trapezoïdale, dans laquelle les

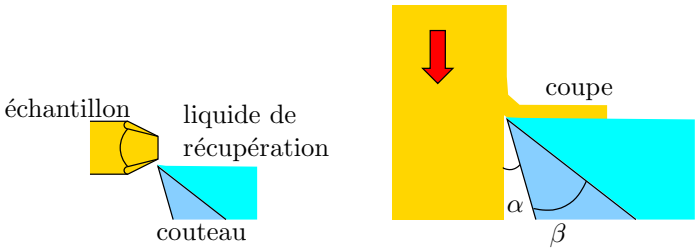


FIG. 1.15 – Principe de l'ultramicrotomie.

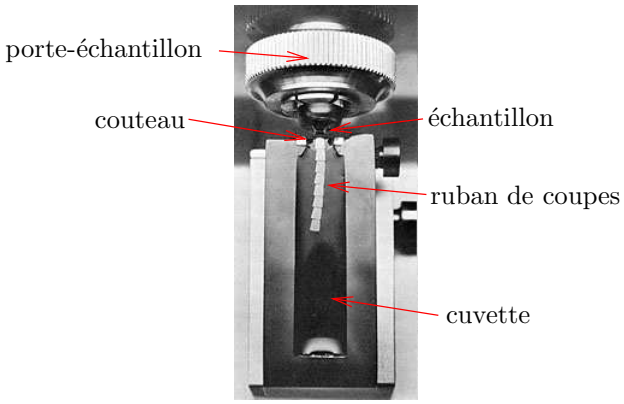


FIG. 1.16 – Vue de l'opérateur pendant l'ultramicrotomie.

coupes ultra-fines seront réalisées. Le porte-échantillon de l'ultramicrotome maintient le bloc horizontal, comme sur la figure 1.15. Le couteau est en verre (fabriqué extemporanément) ou, de plus en plus souvent, en diamant. Il demande beaucoup de soin car le moindre défaut sur son fil provoque une ligne, voire un déchirement dans toutes les coupes. Il est au bord d'une cuvette remplie d'eau distillée de façon à ce que le ménisque soit concave, tangent au fil du couteau. Le porte-échantillon a un mouvement vertical descendant pour réaliser la coupe, ensuite il se rétracte (vers la gauche sur la figure), remonte au-dessus du couteau, avance d'une longueur égale à la rétraction plus l'épaisseur de coupe et descend pour réaliser une nouvelle coupe. Pendant la descente, la coupe glisse sur le ménisque. Ensuite elle est poussée par la coupe suivante et l'ensemble des coupes forme un ruban, comme sur la figure 1.16. La principale déformation des structures due à la microtomie est une compression des coupes dans la direction de passage du couteau. Pour la minimiser : la vitesse de coupe doit être assez petite pour que le système se relaxe entre deux coupes ; l'épaisseur des coupes ne doit pas être trop faible ; l'angle de coupe, qui est la somme de l'angle de dégagement α et de l'angle du couteau β, doit être minimisé ; la dureté de la résine doit être bien choisie. Après la coupe, avec un outil fin comme un cil ou un cheveu d'enfant, on fractionne le ruban de coupes. On prélève les coupes avec une boucle de cheveu ou un outil métallique dédié (*perfect loop*). On les pose sur une grille, par exemple de cuivre, adaptée au MET. La post-préparation est

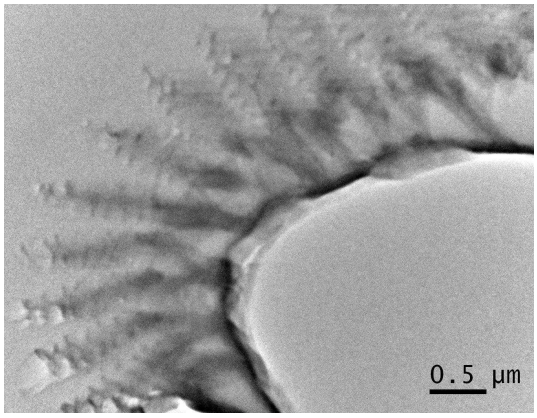


Fig. 1.17 – Stries de *M. rhetenor* observées au MET.

rarement effectuée dans notre cas. Elle contraste les coupes avec de l'acétate d'uranyle et du citrate de plomb.

La préparation et l'observation des échantillons étaient traditionnellement réalisées en dehors de notre laboratoire et nous avons travaillé à leur prise en main.

Images

Sur *M. rhetenor*, des coupes ont pu être observées au MET (figure 1.17). La qualité de cette image est bien en dessous de celles de la littérature. On y devine les stries, mais l'écaille n'est plus du tout plate, sa déformation sous le faisceau a pu être observée. La tension d'accélération des électrons est 200 keV, ce qui est sans doute trop pour les échantillons biologiques. Traditionnellement, un morceau d'aile entier est inclus dans la résine et l'orientation des écailles dans le bloc de résine n'est pas contrôlée, donc on ne sait pas si la coupe est orthogonale au plan moyen de l'écaille. Récemment nous avons tenté d'inclure des écailles isolées en contrôlant leur orientation. En figure 1.18, on voit l'extrêmité d'un moule destinée à la coupe ; le plan moyen de l'écaille est orthogonal à ce qui sera l'axe de coupe. Il faut maintenant couper ces blocs.

Quand l'observation est réussie, on obtient une image comme celle de la figure 1.19. *Morpho menelaus* est une espèce très proche de *M. rhetenor*. C'est très intéressant par exemple pour mesurer l'épaisseur des lamelles. On peut penser que les zones sombres sont des agglomérats de mélanine ; celle-ci est donc située dans les couches les plus profondes de la strie. Les simulations montrent que cette localisation influe beaucoup sur le spectre de réflexion de la structure photonique.

FIG. 1.18 – Écaille de *M. rhetenor* dans la résine.

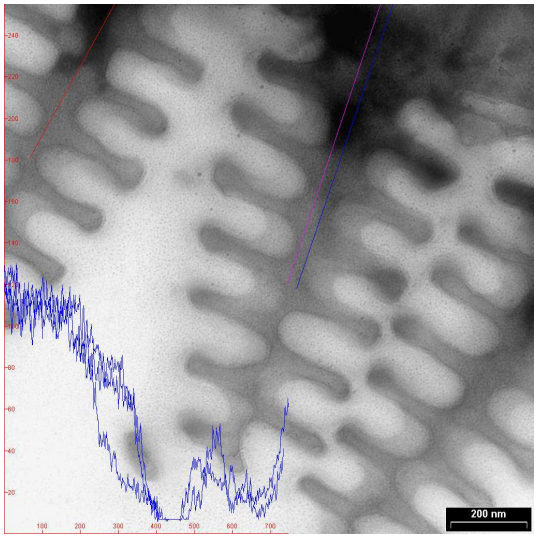
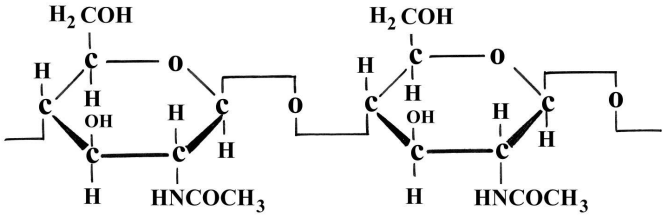
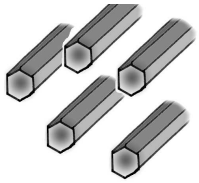


FIG. 1.19 – Situation de la mélanine dans une strie de *M. menelaus* : sur cette image de microscopie électronique en transmission, les courbes bleues représentent la luminosité en fonction de la profondeur.



(a) structure chimique : un motif de deux monosaccharides



(b) arrangement des molécules en microfibrilles

FIG. 1.20 – La chitine.

1.7 L'échelle moléculaire

Pendant la mue nymphale, certaines cellules épithéliales de la membrane alaire, les cellules trichogènes, sécrètent de la cuticule pour former une soie sensorielle aplatie : l'écaille. La cuticule constitue l'exosquelette des arthropodes. Elle ne comporte pas de cellules. L'un de ses principaux constituants est la chitine. Dans les écailles de *M. rhetenor* cette dernière est associée à des protéines et des pigments de mélanine.

La chitine

La chitine tire son nom de l'analogie entre l'exosquelette des arthropodes et une tunique, en grec *chitoon*. La molécule est un polysaccharide linéaire (figure 1.20), sa structure est analogue à celle de la cellulose végétale. Les molécules de chitine s'alignent par vingtaines pour former de longs quasi-cristaux, les microfibrilles, enrobées dans une matrice de protéines. Ces linéarités confèrent à l'ensemble une anisotropie de l'indice de réfraction qui a été mesurée [9].

Les mélanines

Les mélanines sont des pigments très courants dans la nature. Dans le règne animal, elles sont les principales responsables de la couleur des téguments. On distingue les eumélanines (noir brun) et les phéomélanines (jaune rouge). Elles coexistent souvent et donnent lieu à une très grande variété de pigmentations. Ce sont des polymères ; les monomères de l'eumélanines sont formés à partir d'un acide aminé, la tyrosine, ceux de la phéomélanine sont formés à partir de la tyrosine et d'un autre acide aminé, la cystéine. Leur formation est très sensible aux conditions environnementales, comme la température, l'humidité ou la teneur en CO_2. Les mélanines protègent des rayons ultraviolet, elles les absorbent (figure 1.21) et les transforment en chaleur. Chez les *Morphos*, les mélanines forment presque toujours un fond opaque sous et dans les écailles structurales. Chez *M. rhetenor*, nous les avons localisées dans les couches inférieures de la

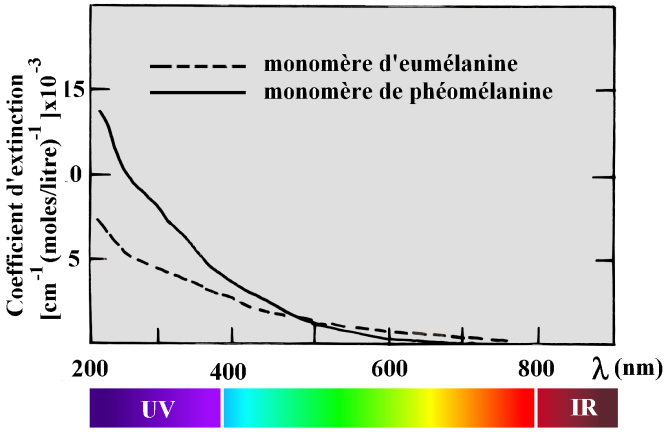


FIG. 1.21 – Spectres d'absorption des mélanines.

grandeur mesurée	valeur moyenne	écart-type	unité
angle entre le plan d'une écaille et l'aile	6	inconnu	degrés
angle entre les axes base-apex des écailles	0	5.6	degrés
largeur des écailles	79	6	μm
angle entre la structure photonique et l'écaille	4	inconnu	degrés
angle entre les stries	0	3.2	degrés
distance entre les stries	605	111	nm
nombre de lamelles empilées dans une strie	9	1	lamelles
épaisseur d'une lamelle	69	17	nm

TAB. 1.1 – Géométrie microscopique de *M. rhetenor*.

structure photonique.

1.8 Mesures géométriques en microscopie

Afin de connaître les dimensions de la structure de *M. rhetenor*, de nombreux pointés ont été réalisés sur l'ensemble des images de microscopie. Leurs résultats sont rassemblés dans le tableau 1.1. Une image de pointé est présentée figure 1.22. En microscopie électronique à balayage, le détecteur est loin de la normale à l'échantillon ; on ne connaît pas l'angle sous lequel on observe les structures. En microscopie électronique en transmission, on contrôle mal l'effet de l'inclusion, lors de l'imprégnation la résine peut faire gonfler les structures. L'orientation de la coupe dans la structure photonique est inconnue. L'action mécanique du couteau comprime les structures. Les structures peuvent paraître plus grandes ou plus petites qu'elles ne le sont naturellement.

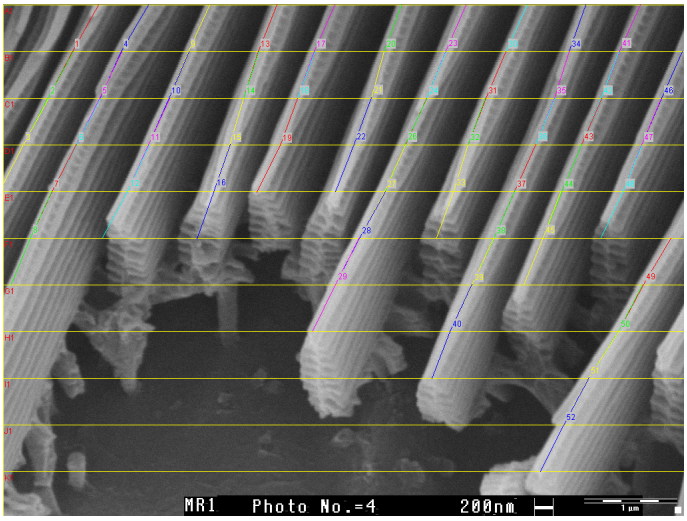


FIG. 1.22 – Pointés sur une image en MEB sur *M. rhetenor* pour la mesure du parallélisme des stries.

1.9 Le mouvement

Le *Morpho* vivant ne laisse souvent entrevoir la face dorsale de ses ailes que pendant le vol. Celui-ci est irrégulier : les battements d'ailes sont brefs entre les vols planés. Il semble que la rigidité des nervures peut changer très rapidement pour rendre l'aile soit rigide et plate pendant la phase descendante de l'aile, offrant une plus grande résistance à l'air, soit souple et courbée pendant la phase ascendante de l'aile, offrant moins de résistance à l'air (figure 1.23). On peut imaginer que les écailles sont plaquées contre la membrane alaire pendant la phase ascendante et qu'elles s'en décollent pendant la phase descendante (figure 1.24).

Conclusion

Les différentes échelles de la morphologie du *Morpho* contribuent à l'effet optique final. La structure photonique est à la surface de l'écaille. C'est en elle que sont les pigments responsables de l'absorption. Chez *M. rhetenor*, elle est directement exposée à la lumière et à la vue ; pour la plupart des espèces ce n'est pas le cas. L'exploration de la morphologie exposée ici permet de dégager à la fois un modèle pour la structure multi-échelle du papillon et le désordre caractéristique de chaque échelle. Ces données sont indispensables à la simulation des propiétés optiques. En première approximation on peut considérer que l'aile se comporte comme la structure photonique, à la fois réseau de diffraction et multicouche. En fait, à chaque échelle ses imperfections : dans la structure photonique, l'épaisseur des lamelles et la distance entre stries varient ; la face supérieure d'une écaille n'est pas rigoureusement plate ; les écailles ne sont pas rigoureusement parallèles entre elles ; la membrane alaire est pliée ; les nervures traversent l'aile...

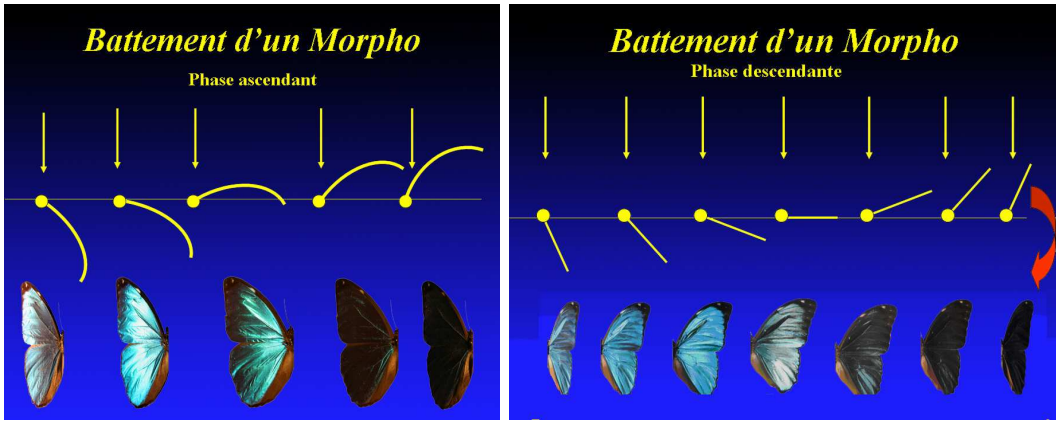


FIG. 1.23 – Déformation de l'aile pendant le vol.

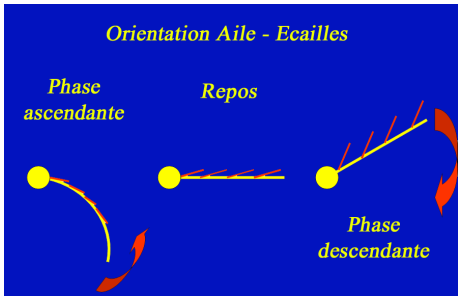


FIG. 1.24 – Changement de position des écailles sur l'aile pendant le vol (hypothèse).

Chapitre 2

Optique

La structure multi-échelle de *M. rhetenor* produit des effets optiques dont la couleur n'est qu'un des aspects. Le comportement réflectif d'une telle surface dépend de nombreux paramètres : la longueur d'onde, la polarisation, la direction et l'angle solide du faisceau incident, la direction, l'angle solide et la polarisation d'observation. Sa détermination se fait par parties : on fixe quelques variables et on mesure l'évolution du signal avec d'autres. Ainsi les mesures présentées ici sont complémentaires ; pour différentes géométries de montage, différentes composantes (spatiale, spectrale) sont explorées, sur différentes aires (de quelques millimètres carrés à quelques micromètres carrés).

2.1 Le spectrophotomètre à sphère intégrante

La réflexion ou la transmission hémisphérique d'un morceau d'aile peuvent être mesurées avec un spectrophotomètre Cary 5. Dans la nature l'éclairage est souvent diffus et l'observateur, humain ou prédateur par exemple, est à grande distance du papillon immobile ; l'angle solide d'observation est donc petit et fixe. Le spectre mesuré à la sphère intégrante est donc le spectre accessible à un observateur.

Le spectrophotomètre est équipé de deux lampes pour couvrir la plage de longueurs d'onde de 200 nm à 2500 nm ; une roue à filtres et un double monochromateur permettent un balayage fin de cette plage avant la sphère.

Le principe photométrique de la sphère intégrante est détaillé dans [30]. Pour obtenir le coefficient de réflexion d'un échantillon, deux acquisitions sont nécessaires : une avec l'échantillon dans l'ouverture de la sphère et une avec un blanc de référence, diffuseur isotrope (Lambertien). La loi de normalisation est alors :

$$R(\lambda) = \frac{\text{signal mesuré sur l'échantillon}(\lambda)}{\text{signal mesuré sur le blanc}(\lambda)}$$

Il s'agit donc d'un coefficient de réflexion relatif au blanc de référence. Le facteur de réflexion d'un diffuseur réel est de l'ordre de 0,96.

2.1.1 Spectres pour différentes incidences

Chez *M. rhetenor*, l'éclat du reflet bleu ne laisse pas de doute sur sa nature interférentielle, liée à la présence d'un multicouche à la surface de l'écaille. L'évolution du spectre de réflexion hémisphérique avec l'incidence permet de la valider.

Trois supports permettent de placer l'échantillon incliné dans la sphère. L'incidence i peut alors valoir 30, 45 ou 60 degrés. Par convention nous comptons l'incidence de la base vers l'apex. L'échantillon est un morceau d'aile, coupé dans une cellule alaire, collé à plat sur un morceau de carton noir. Dans ce montage le plan d'incidence est parallèle aux stries, mais il faut remarquer que le signal réfléchi étant intégré, l'orientation du plan d'incidence n'a ici pas d'effet sur la mesure.

En plaçant un polariseur à l'entrée de la sphère intégrante, on peut contrôler l'orientation du champ électrique du faisceau incident relativement aux stries. Toutefois le spectre de transmission du polariseur ne permet pas de mesurer des longueurs d'onde inférieures à 300nm. La lumière du jour n'étant pas polarisée, on moyenne les deux spectres obtenus pour connaître le comportement de la structure dans son milieu naturel. On obtient ainsi les spectres présentés figure 2.1.

Quelles que soient l'incidence et la polarisation, le spectre présente un seul pic. Considérons par exemple le cas où le champ électrique du faisceau incident est orthogonal aux stries. À incidence nulle, le pic, d'une amplitude remarquable, se situe vers 475 nm. Quand l'incidence augmente, son amplitude décroît et il se déplace vers les petites longueurs d'onde, déplacement classique en présence d'interférences. Si le champ électrique incident est parallèle aux stries, la seule remarque à ajouter est que la forme du pic est plus complexe. Il est plus large et semble résulter de l'« agglomération » de plusieurs pics plus fins. Dans tous les cas le coefficient de réflexion remonte pour les grandes longueurs d'onde.

Considérons la structure photonique comme une couche d'indice n_{eff} d'épaisseur e posée sur un substrat d'indice n_{sub} dans un milieu ambient d'indice n_{amb}, comme sur la figure 2.2. i est l'angle d'incidence et r l'angle de réfraction. La différence de marche entre le rayon 1 réfléchi par la face supérieure et le rayon 2 réfléchi par la face inférieure de la couche est classiquement :

$$\delta = 2n_{eff}e\cos r$$

Sur les images en microscopie électronique, on voit sous les structures photoniques quelques « colonnes » ; ce milieu est très aérien. On peut donc raisonablement supposer que $n_{sub} < n_{eff}$. Par conséquent, le rayon 1 subit un déphasage de π à la réflexion, pas le rayon 2. Le déphasage entre 1 et 2 est :

$$\Delta\phi = \frac{2\pi}{\lambda}\delta + \pi$$

Quand la réflexion est minimale, le déphasage est congru à π modulo 2π. On peut en déduire :

$$\exists k \in \mathbb{Z} \,/\, k^2\lambda^2 = 4e^2[n_{eff}^2 - (n_{amb}\sin i)^2] \tag{2.1}$$

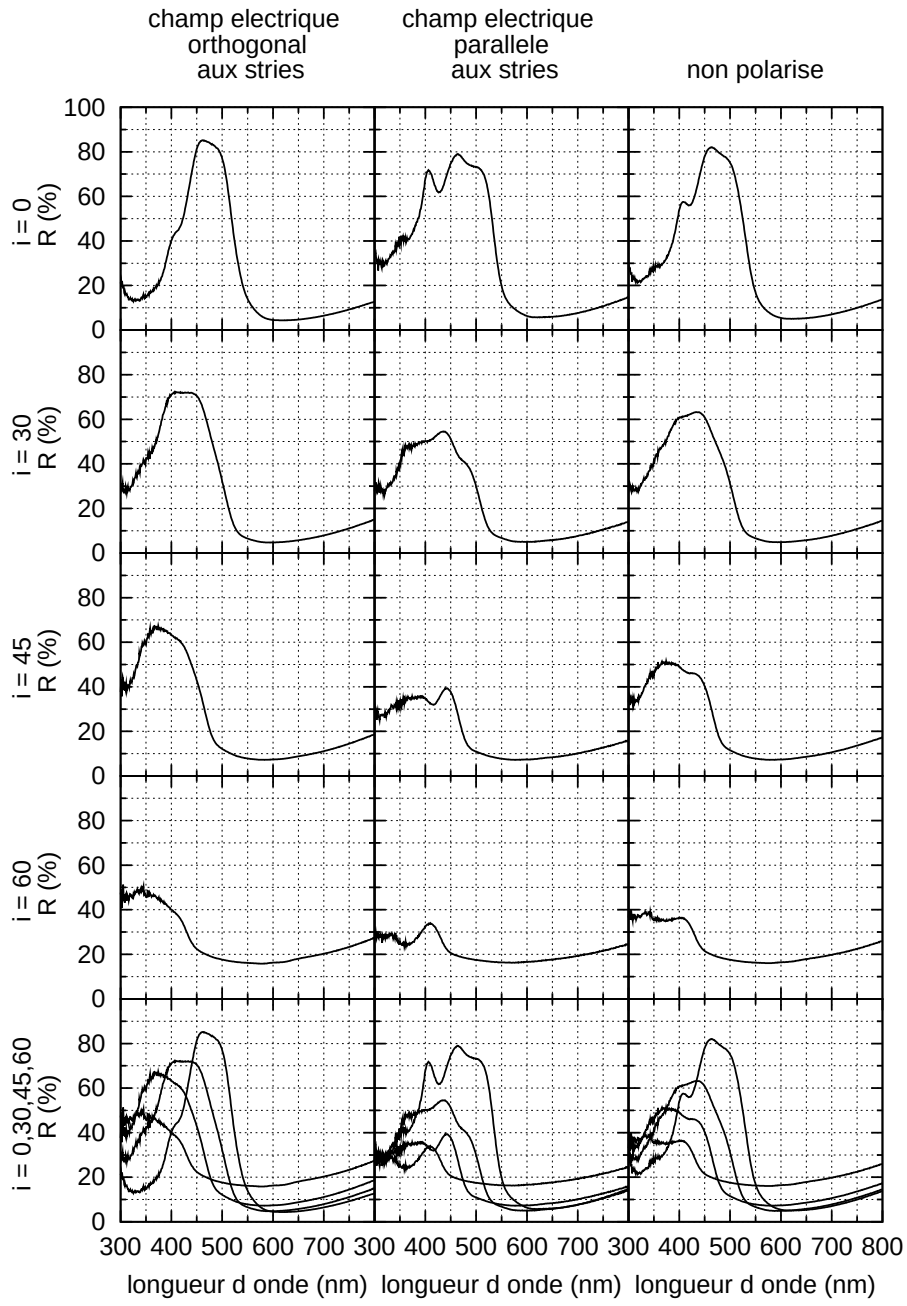


FIG. 2.1 – Spectres de réflexion mesurés à la sphère intégrante sous différentes incidences.

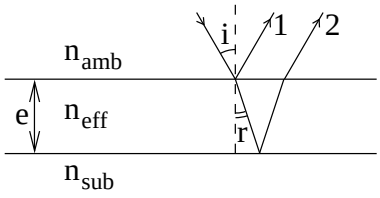


FIG. 2.2 – Interférences dans une couche mince.

	E orthogonal aux stries				E parallèle aux stries			
i (°)	0	30	45	60	0	30	45	60
λ_{min} (nm)	618	594	582	578	621	600	580	570

TAB. 2.1 – Pointés des minima des spectres de réflexion mesurés à la sphère intégrante pour différentes incidences.

Remarquons que si nous avions eu $n_{sub} > n_{eff}$, nous nous serions ramenés à la même équation en considérant la réflexion maximale. Les grandeurs accessibles à la mesure sont l'incidence i et la longueur d'onde de l'extremum λ. Si une réflexion est interférentielle et que les milieux ambiant et effectif ne sont pas dispersifs, alors λ^2 varie linéairement en fonction de $(\sin i)^2$. Dès 1925, MERRITT utilise ce raisonnement pour comparer les couleurs interférentielles des plumes de pigeon et de *Morpho menelaus* à celles des trempes [8]. Jusqu'à très récemment la communauté scientifique n'a pas ressenti le besoin de prendre en compte la dispersion de la chitine.

Sur les spectres on pointe la longueur d'onde pour laquelle le coefficient de réflexion est minimal λ_{min} (valeurs dans le tableau 2.1.1).

Si le champ électrique est orthogonal aux stries, entre $(\sin i)^2$ et λ^2_{min}, le coefficient de corrélation est de 94% ; s'il est parallèle aux stries il est de 99%. Le déplacement de ce minimum est donc bien interférentiel. Pour chacun de ces spectres on peut placer le point correspondant sur le diagramme de chromaticité CIE 1931 (figure 2.3). Les points sont placés pour les deux polarisations ; il s'agit donc de la couleur que verrait un observateur humain moyen regardant le papillon à travers un polariseur. La position des points varie nettement avec l'incidence : c'est l'iridescence. À faible incidence, les deux polarisations se distinguent nettement en teinte. Quand l'incidence augmente la teinte se déplace vers le violet avant de revenir vers le bleu et les deux polarisations se distinguent moins bien.

2.1.2 Spectres sur une large plage

Dans l'infrarouge jusqu'à la longueur d'onde 2,5μm

Si on n'utilise pas de polariseur, on a accès à la plage de longueurs d'onde 250 - 2 500 nm. Cette fois, pour mesurer la transmission de l'aile, une aile entière est prise en sandwich entre deux morceaux de carton noir percés d'une fenêtre. Pour accéder à la transmission, on place le blanc de référence dans l'ouverture de la sphère et on réalise

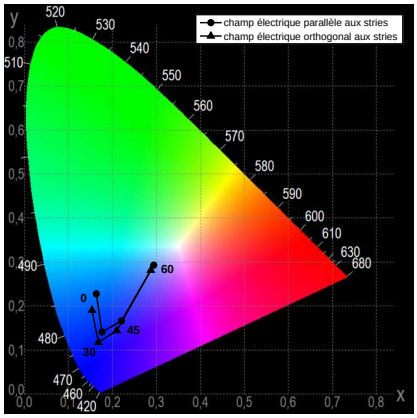


FIG. 2.3 – Postitions des spectres mesurés à la sphère intégrante pour différentes incidences sur le diagramme de chromaticité CIE 1931.

une acquisition avec à l'entrée de la sphère l'échantillon et une sans :

$$T(\lambda) = \frac{\text{signal mesuré à travers l'échantillon}(\lambda)}{\text{signal mesuré à travers rien}(\lambda)}$$

Les spectres ainsi obtenus sont représentés en figure 2.4. Le détecteur du Cary 5 est un photomultiplicateur dans l'ultraviolet et le visible, une cellule photoélectrique refroidie dans l'infrarouge. Sur les spectres le changement de détecteur provoque une discontinuité à 800 nm. Dans la partie visible du spectre, on retrouve le pic déjà décrit. La réflexion y est essentiellement due aux structures photoniques qui nous intéressent. Par contre il ne faut pas oublier que la transmission est mesurée sur l'aile entière, avec la membrane alaire et les écailles de la face ventrale. L'absorption qui en est déduite n'est donc pas seulement celle de la mélanine de notre structure photonique. Malgré la forte réflexion aux petites longueurs d'onde, l'absorption est majoritaire dans le visible. Dans le proche infrarouge, elle est de l'ordre de 6 %, faible mais non négligeable.

Dans l'infrarouge jusqu'à la longueur d'onde 25μm

Pour élargir encore vers l'infrarouge la plage spectrale des spectres de réflexion et transmission du *M. rhetenor*, nous avons eu accès à un appareil du centre de recherche de la Délégation Générale pour l'Armement (DGA) d'Arcueil. Il s'agit d'un spectrophotomètre à transformée de FOURIER Nicolet-Magnar avec l'accessoire SOC-100 HDR (pour *Hemispherical Directional Reflectivity*). Son principe est schématisé figure 2.5. Ces mesures sont réalisées en utilisant le principe de retour inverse de la lumière : au lieu de fixer une incidence et d'intégrer le rayonnement réfléchi, on crée une illumination isotrope et on fixe la direction de détection. Une source de type corps noir (CN) est placée

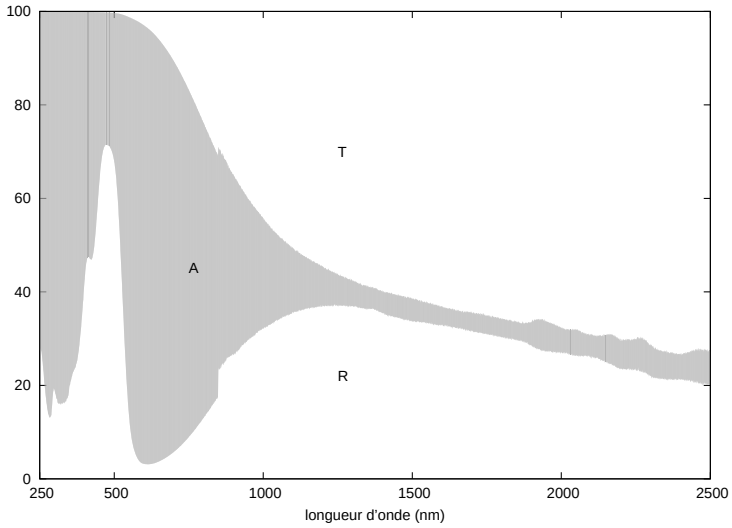


FIG. 2.4 – Spectres de réflexion R et transmission T en % mesurés à la sphère intégrante de l'ultraviolet au proche infrarouge sous incidence nulle. C'est 1-T qui est représenté si bien que l'écart entre les deux courbes, en gris, représente l'absorption A.

à l'un des foyers (F) d'un miroir d'or demi-ellipsoïdal. L'énergie délivrée par la source est focalisée par le miroir sur l'échantillon (*sample* S) placé à son autre foyer (F'). Un petit miroir mobile dans le demi-ellipsoïde collecte l'énergie réfléchie dans la direction choisie pour la détection et la renvoie vers le spectrophotomètre. Pour s'affranchir du rayonnement émis par l'échantillon, un modulateur (*chopper* C) module l'énergie délivrée par la source. C'est un miroir d'or dépoli qui sert de référence en réflexion.

Sur le spectre mesuré, figure 2.6, l'absorption présente des maxima à 3 μm et 6 μm. Ailleurs elle reste constante, de l'ordre de 10 %. Ici encore il s'agit de l'absorption de l'aile entière.

Les plages spectrales du Cary 5 et du Nicolet-Magnar ne se chevauchent pas mais sont juxtaposées. Le tracé de la juxtaposition des spectres mesurés, figure 2.7, montre une continuité des mesures satisfaisante.

La thermorégulation

Un papillon doit maintenir sa température entre 35 et 40°C. Pour le décollage, la température optimale des muscles abducteurs et inducteurs des ailes est 40°C, donc le papillon au repos doit échauffer ses muscles. Les *Morphos* plaquent leurs ailes l'une contre l'autre, verticales au-dessus du corps ; la couleur sombre de leur face ventrale assure le camouflage et le chauffage. Pendant le vol la température du corps descend vers 35°C. L'énergie calorifique est évacuée par conduction et convection par l'air environnant et par échange trachéal entre le thorax et l'abdomen.

Pour capter au mieux l'énergie solaire, le papillon doit maximiser son absorptivité et minimiser son émissivité. S'il est en équilibre thermique, la seconde loi de KIRCHHOFF

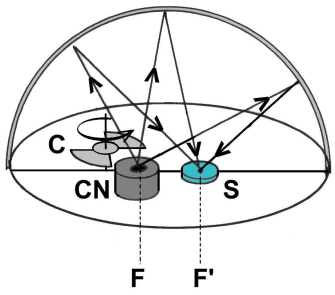


FIG. 2.5 – Schéma de principe de l'équipement SOC-100 pour la mesure de la réflexion ou de la transmission hémisphérique dans l'infrarouge.

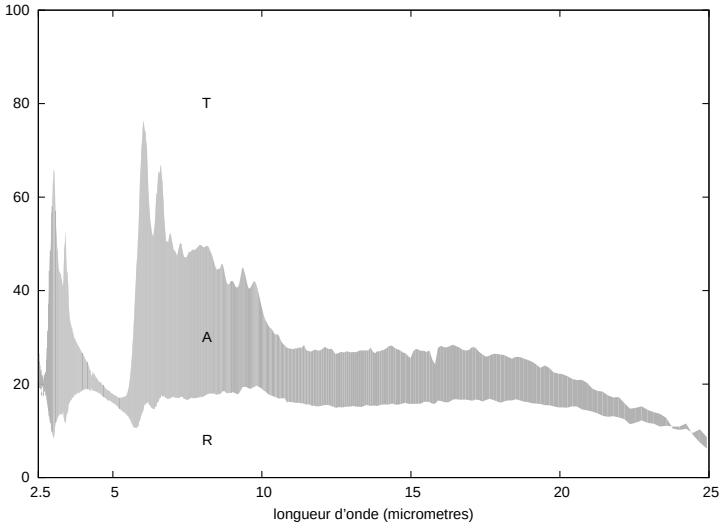


FIG. 2.6 – Spectres de réflexion R et transmission T en % mesurés dans l'infrarouge. C'est 1-T qui est représenté si bien que l'écart entre les deux courbes, en gris, représente l'absorption A.

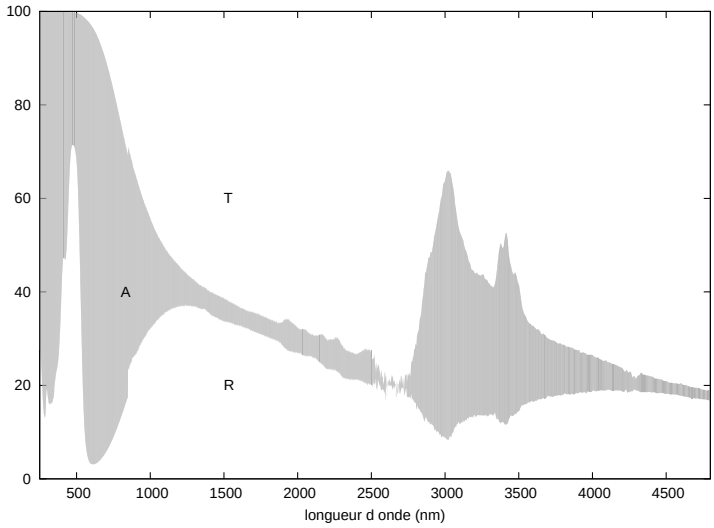


FIG. 2.7 – Juxtaposition des mesures au Cary 5 et au Nicolet-Magnar : jonction à 2 500 nm

impose l'égalité entre absorptivité et émissivité.

Dans le visible (figure 2.4), la réflexion est forte pour les petites longueurs d'onde, qui sont minoritaires dans le spectre solaire, l'absorption est majoritaire sur tout le spectre solaire. La mélanine absorbe d'autant plus que la longueur d'onde est petite. La structuration de la surface de l'écaille piège les longueurs d'onde du visible et réfléchit les longueur d'onde plus grandes, qui seraient dans le spectre d'emission du corps noir à la température du papillon. Dans ce domaine, d'après la seconde loi de KIRCHHOFF, l'absence d'absorption impose l'absence d'émission. La présence simultanées de pigments et de structures aboutit à l'absorption effective de 95 % de la lumière incidente sur l'ensemble du spectre solaire.

Dans l'infrarouge (figure 2.6), les maxima d'absorption à 3 et 6 μm correspondent à des vibrations de la chitine. Celui à 6 μm est juste au bord du spectre d'émission du corps noir 40°C. Quand la température du papillon augmente, son spectre d'émission de corps noir se déplace vers les basses longueurs d'onde et chevauche ce pic. D'après la seconde loi de KIRCHHOFF, l'émissivité augmente, donc le rendement radiatif du papillon en tant que capteur solaire diminue et sa température baisse. Quand la température du papillon baisse, son spectre d'émission de corps noir se déplace vers les grandes longueurs d'onde et ne recouvre pas ce pic d'apbsorption. D'après la seconde loi de KIRCHHOFF, l'émissivité diminue, donc le rendement radiatif du papillon en tant que capteur solaire augmente et sa température monte.

Le rendement radiatif du papillon est asservi à sa température pour la stabiliser. Ceci a été observé sur plusieurs espèces de papillons [31].

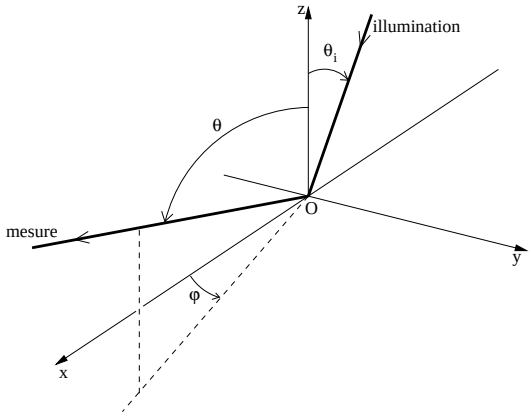


FIG. 2.8 – Schéma de principe du goniospectrophotomètre.

2.2 Le goniospectrophotomètre

2.2.1 L'appareil

Le goniospectrophotomètre a été réalisé au Laboratoire d'Optique des Solides, dont le personnel est maintenant membre de l'INSP.

L'échantillon est posé sur un porte-échantillon ; on en règle la hauteur et l'assiette pour le placer dans le plan horizontal (xOy) de la figure 2.8. Dans notre cas, les stries seront parallèles à (Oy) pour observer la diffraction classique ou parallèles à (Ox) pour observer la diffraction conique.

La source Avantes DH-2000 comporte une lampe halogène et une lampe deutérium pour les mesures dans l'ultraviolet. On utilise la lampe halogène Micropack pour les mesures dans le visible qui demandent plus d'intensité lumineuse. La lumière qu'elle délivre est guidée dans une fibre optique. L'extrémité de la fibre est montée sur un goniomètre permettant de régler l'angle d'incidence θ_i. Le plan d'incidence est (xOz). À la sortie de la fibre, une lentille collimate la lumière ; on peut éventuellement monter un diaphragme et un polariseur. Le bras de détection est monté sur un goniomètre à deux moteurs permettant de faire varier indépendamment les angles de mesure θ et ϕ. Sur ce bras, on peut éventuellement monter un polariseur et un diaphragme. Une lentille focalise la lumière à l'entrée d'une fibre optique qui la guide vers un spectrophotomètre à réseau Avantes SD2000. Les optiques de collimation du bras d'incidence et de focalisation du bras de détection sont identiques. L'utilisateur commande les moteurs et l'acquisition des données via une interface LabVIEW.

Cet appareil offre donc de multiples possibilités. Les plus utilisées sont :

- à directions d'incidence et de détection fixes, mesure d'un spectre ;
- à direction d'incidence et longueur d'onde fixes, mesure du flux réfléchi dans diverses directions pour établissement d'une carte de diffraction.

Soient F_i le flux incident sur l'échantillon et $F_d(\theta, \phi)$ le flux collecté par le détecteur.

Le facteur de réflexion qui nous intéresse est directionnel :

$$R(\theta, \phi) = \frac{F_d(\theta, \phi)}{F_i}$$

Dans notre cas, F_i est le plus souvent mesuré par la « trace directe » : les bras d'illumination et de détection face à face. Dans le bras d'illumination, le cœur de la fibre est dans le plan focal de la lentille de collimation. Il a une dimension transverse finie et la distance focale de la lentille de l'ordre du centimètre si bien que la divergence du faisceau est non négligeable. Puisque les optiques d'illumination et de détection sont identiques, une partie du faisceau n'est pas dans le champ du détecteur. Pour diminuer la section du faisceau à courte distance et s'assurer de mesurer toute l'énergie de l'éclairage, on peut monter un diaphragme sur le bras d'illumination. Le diaphragme n'est pas dans un plan conjugué à la face de sortie de la fibre, à grande distance on voit qu'il ne modifie ni la section ni la divergence du faisceau.

En résumé, quand on place un diaphragme sur le bras d'illumination :

- on diminue l'intensité incidente, ce qui ne facilite pas toujours la mesure, notamment dans l'ultraviolet ;
- on diminue la section du faisceau à courte distance, on diminue l'aire éclairée de l'échantillon, ce qui permet souvent de sonder une région plus homogène de l'échantillon ;
- on s'assure de collecter toute la lumière de l'illumination lors de l'acquisition de la trace directe ;
- enfin, on s'assure de mesurer la même grandeur physique, quelle que soit la direction de détection, comme le montrent les considérations photométriques suivantes.

2.2.2 Considérations photométriques pour diaphragmer l'illumination

Soit A_i l'aire de l'échantillon éclairée par ce flux incident. Par définition l'éclairement E de l'échantillon en un point quelconque de la surface éclairée est :

$$E = \frac{F_i}{A_i}$$

Dans un premier temps, considérons que le détecteur reste dans le plan d'incidence et que seul θ varie.

On considère ici que le détecteur collecte des rayons parallèles orthogonaux à la surface de son optique de focalisation. Rigoureusement le détecteur collecte en fait des rayons très faiblement inclinés par rapport à son axe optique [32]. Sur la figure 2.9, on voit le faisceau lumineux mesuré et ses aires de contact avec le détecteur A_{cd} et avec l'échantillon A_{ce}. L'angle solide sous lequel le détecteur voit l'échantillon Ω_d est en pointillés fins, et l'angle solide sous lequel l'échantillon voit le détecteur Ω_e, en pointillés. On peut écrire l'étendue géométrique de ce faisceau G de deux façons :

$$G = A_{cd}\ \Omega_d = A_{ce}\ \cos\theta\ \Omega_e$$

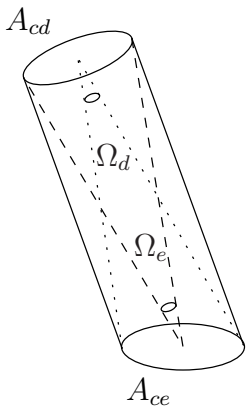


FIG. 2.9 – Angles solides déterminant l'étendue géométrique du faisceau de rayons parallèles détecté.

Puisque nous considérons que le détecteur collecte des rayons parallèles orthogonaux à la surface de son optique de focalisation, $A_{ce}\ \cos\theta = A_{cd}$, donc $\Omega_d = \Omega_e$. Nous posons $\Omega = \Omega_d = \Omega_e$.
Cette approximation nous permet également d'écrire simplement l'aire de l'échantillon vue par le détecteur A_{vue} en fonction de la surface s_d de son optique de focalisation et de sa position θ.

$$A_{vue}(\theta) = \frac{s_d}{\cos\theta}$$

Soit $L_d(\theta)$ la luminance, au niveau du détecteur, du rayonnement dû à l'aire A_{ce} de contact du faisceau lumineux mesuré avec l'échantillon. Le flux lumineux collecté par le détecteur F_d est donné par :

$$F_d(\theta) = L_d(\theta)\ G$$

Soit $L_s(\theta)$ la luminance, au niveau de la surface de l'échantillon, de ce rayonnement. D'après le principe de conservation de la luminance, la luminance au niveau du détecteur est identique à la luminance au niveau de l'aire A_{ce} de l'échantillon : $L_d(\theta) = L_s(\theta)$. La BRDF, *Bidirectional Reflectance Distribution Function*, fonction de distribution de réflectance bidirectionelle, de cette aire est définie par [30] :

$$BRDF_{A_{ce}}(\theta) = \frac{L_s(\theta)}{E_{A_{ce}}}$$

$$\text{Ainsi,} \quad L_d(\theta) = E_{A_{ce}}\ BRDF_{A_{ce}}(\theta)$$

Cas où $A_{vue}(\theta) < A_i$

C'est le champ de vue du détecteur qui délimite la géométrie du faisceau détecté : $A_{ce} = A_{vue}(\theta)$ et $A_{cd} = s_d$. En supposant que le faisceau incident a une répartition

homogène de flux dans sa section,

$$E_{A_{vue}(\theta)} = E = \frac{F_i}{A_i}$$
$$\text{donc } L_d(\theta) = \frac{F_i}{A_i}\ BRDF_{A_{vue}(\theta)}(\theta)$$

On a ici la BRDF de l'aire vue par le détecteur $A_{vue}(\theta)$. Pour deux positions et deux valeurs de θ différentes, on obtient donc les BRDF en ces points de deux aires différentes. La BRDF traduit le comportement d'une surface par rapport au diffuseur parfait ; dans sa définition elle ne dépend pas de l'aire considérée. Nous allons considérer ici que l'échantillon ne présente pas de forte hétérogénéité de comportement diffusif dans la surface éclairée :

$$\forall\theta \in [0, 90], \quad BRDF_{A_{vue}(\theta)} = BRDF_{A_i}$$

Pour écrire l'étendue géométrique du faisceau mesuré, on choisit ici d'utiliser le point de vue du détecteur :

$$G = s_d\ \Omega$$

Le flux détecté s'écrit donc :

$$F_d(\theta) = \frac{F_i}{A_i}\ BRDF(\theta)\ s_d\ \Omega$$

Cas où $A_i < A_{vue}(\theta)$

C'est la taille du faisceau incident qui délimite la géométrie du faisceau détecté : $A_{ce} = A_i$.

$$L_d(\theta) = E\ BRDF(\theta) = \frac{F_i}{A_i}\ BRDF(\theta)$$

Pour écrire l'étendue géométrique du faisceau mesuré, on choisit ici d'utiliser le point de vue de l'échantillon :

$$G(\theta) = A_i\ \cos\theta\ \Omega$$

Le flux détecté s'écrit donc :

$$F_d(\theta) = F_i\ BRDF(\theta)\ \cos\theta\ \Omega$$

Situation de la limite entre les deux configurations

À la limite entre les deux cas, on a :

$$\begin{aligned} A_{vue}(\theta_{limite}) &= A_i \\ \frac{s_d}{\cos\theta_{limite}} &= A_i \\ \cos\theta_{limite} &= \frac{s_d}{A_i} \end{aligned}$$

Φ_i (mm)	3			1		
$(\frac{\Phi_d}{\Phi_i})^2$	4.5			40		
$\theta_i(^\circ)$	argument de Arccos	θ_{limite} ($^\circ$)	$A_i(\mathrm{mm}^2)$	argument de Arccos	θ_{limite} ($^\circ$)	$A_i(\mathrm{mm}^2)$
0	4.5	non défini	7	40	non défini	1
75	1.2	non défini	27	10	non défini	3
80	0.8	39	41	7	non défini	5
85	0.4	67	81	3.5	non défini	9
90	0	90	∞	0	90	∞

TAB. 2.2 – Calcul de θ_{limite} quand on diaphragme le faisceau incident.

$$\theta_{limite} = \mathrm{Arccos}\Big(\frac{s_d}{s_i}\cos\theta_i\Big) = \mathrm{Arccos}\Big(\big(\frac{\Phi_d}{\Phi_i}\big)^2\cos\theta_i\Big)$$

où Φ_i est le diamètre du faisceau d'illumination et Φ_d le diamètre de l'optique du détecteur. Pour une incidence θ_i donnée, si on ne place aucun diaphragme, $\Phi_d = \Phi_i$ et $\theta_{limite} = \theta_i$: dans les mesures pour la constitution d'une même carte de diffraction, on se trouve tantôt dans le cas où $A_{vue}(\theta) < A_i$, tantôt dans le cas où $A_i < A_{vue}(\theta)$, mais nous venons d'établir que dans les deux cas le flux mesuré ne traduit pas les mêmes grandeurs.

Si on diaphragme un peu le faisceau incident, on diminue Φ_i donc θ_{limite} diminue. Si on le diaphragme beaucoup, l'argument de la fonction Arccos devient plus grand que 1, et θ_{limite} n'est plus défini. Dans ce cas, quelle que soit la position θ du détecteur, l'aire éclairée A_i est toujours plus petite que l'aire vue par le détecteur $A_{vue}(\theta)$ et on mesure toujours la même grandeur. Le tableau 2.2 permet de voir quand on se trouve dans cette situation. Pour le construire, on suppose que Φ_d=6.35 mm [32]. La plus petite aire visible par le détecteur est donc $A_{vue}(0)$=32 mm^2.

D'après ce tableau, on pourrait penser que, si l'incidence θ_i n'est pas trop grande, un diaphragme de diamètre Φ_i=3 mm sur le faisceau incident suffit pour se placer dans cette situation « confortable ». Cependant, si on fait une mesure où le détecteur n'est plus dans le plan d'incidence ($\phi \neq 0$), on peut avoir une configuration où $A_i < A_{vue}$ sans que le faisceau incident limite seul le faisceau détecté (Figure 2.10). Pour éviter cette situation, il est donc plus sûr d'utiliser le plus petit diaphragme à notre disposition, de diamètre Φ_i =0.6 mm.

2.2.3 Spectres en spéculaire

Le diaphragme de diamètre 0,6 mm est monté sur le bras d'illumination, sans polariseur. On place un miroir (galette de silicium) sur le porte-échantillon, on observe le signal détecté dans la direction spéculaire et on règle l'assiette pour maximiser ce signal. Ainsi le porte-échantillon est horizontal. On enlève le miroir. L'échantillon est un morceau d'aile de *M. rhetenor*. Il est monté sur un morceau de carton noir, de façon à être

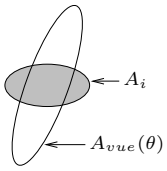


FIG. 2.10 – Cas où $\phi \neq 0$ et $A_i < A_{vue}(\theta)$ mais le faisceau incident ne limite pas seul la géométrie du faisceau détecté.

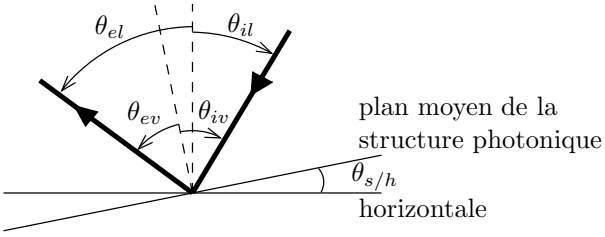


FIG. 2.11 – Schéma représentant un défaut d'alignement de la structure photonique.

le plus plat possible. Nous effectuons des mesures dans une configuration de diffraction « conique » : les stries sont parallèles au plan d'incidence. On pose le morceau d'aile sur le porte-échantillon, l'axe base-apex dans le plan d'incidence. Dans le faisceau lumineux on peut voir les lignes d'écailles ; en les observant, on oriente le morceau d'aile de façon à placer l'axe base-apex dans le plan d'incidence. Cette technique d'alignement semble grossière mais l'utilisation d'une platine rotative de précision nous a montré que cet alignement n'était pas critique. On choisit une région de l'échantillon telle que, quand l'incidence change, la surface éclairée est toujours homogène. Si le montage est soigné, on peut considérer que le carton noir et le morceau d'aile sont bien plats et parallèles au porte-échantillon, donc horizontaux. Par contre on sait que les écailles ne sont pas rigoureusement parallèles à la membrane alaire et que les structures réfléchissantes à la surface d'une écaille ne sont pas parallèles au plan moyen de l'écaille. Tous ces défauts de parallélisme peuvent être intégrés comme suit : le plan moyen des structures réfléchissantes est obtenu par une rotation du plan horizontal autour d'un axe orthogonal au plan d'incidence, d'un angle que nous appellerons $\theta_{s/h}$. Comme le montage n'est pas parfait, $\theta_{s/h}$ englobe, entre autres, l'angle entre l'horizontale et le carton ; sa valeur est donc liée au montage et ne nous donne pas d'information sur la géométrie des écailles. C'est la constance de $\theta_{s/h}$ qui nous indique sa validité. Une éventuelle rotation du plan moyen des structures réfléchissantes autour de l'axe base-apex est ici négligée.

$\theta_{s/h}$ est la différence entre l'incidence lisible sur le vernier du goniomètre θ_{il} et l'incidence véritable θ_{iv} (figure 2.11). Considérons la réflexion spéculaire sur le plan moyen des structures : le rayon réfléchi émergent sera détecté pour une position lue du bras de

	apex vers illumination					apex vers détection				
θ_{el} (°)	65	55	45	35	25	10	20	30	40	50
θ_{il} (°)	47	39	29	20	10	26	36	46	57	68
θ_{iv} (°)	56	47	37	27,5	17,5	-18	-28	-38	-48,5	-59
$\theta_{s/h}$ (°)	9	8	8	7,5	7,5	8	8	8	8,5	9
λ_{min} (nm)	570	580	595	605	620	620	600	590	570	560

TAB. 2.3 – Situation et exploitation des spectres de réflexion mesurés au goniospectrophotomètre dans la configuration spéculaire pour différentes incidences.

mesure θ_{el}, et on a :

$$\begin{cases} \theta_{iv} &= \theta_{il} + \theta_{s/h} \\ \theta_{ev} &= \theta_{iv} \\ \theta_{el} &= \theta_{ev} + \theta_{s/h} \end{cases} \quad \text{donc} \quad \begin{cases} \theta_{il} &= \theta_{iv} - \theta_{s/h} \\ \theta_{el} &= \theta_{ev} + \theta_{s/h} \\ \theta_{s/h} &= \frac{1}{2}(\theta_{el} - \theta_{il}) \end{cases}$$

Remarque : si on envisage une mesure dans une configuration de diffraction « classique », $\theta_{s/h}$ provoquera un décalage en ϕ : le maximum de signal ne sera pas détecté dans le plan $\phi = 0$. On est confronté au même problème si on ne néglige pas une éventuelle rotation du plan moyen des structures réfléchissantes autour de l'axe base-apex, ou si on veut prendre en compte le défaut de parallélisme entre l'axe base-apex et le plan d'incidence. Dans ces cas on peut envisager d'introduire les angles d'EULER pour situer le plan moyen des structures réfléchissantes. Une autre solution consiste à placer les bras du goniomètre dans la configuration spéculaire et orienter la platine porte-échantillon de façon à maximiser le signal détecté, c'est-à-dire de façon à confondre le plan moyen des structures photoniques avec le plan horizontal (xOy). Pour les spectres présentés ici, l'utilisation de $\theta_{s/h}$ permet de gagner le temps de l'alignement.

Pour chaque spectre, on choisit une position du détecteur θ_{el} quelconque, dans le plan d'incidence, i.e. à $\phi = 0$. On cherche l'incidence θ_{il} pour laquelle on mesure le maximum de signal. On en déduit $\theta_{s/h}$. D'expérience, on sait que chez *M. rhetenor*, $\theta_{s/h}$ est de l'ordre de 5 à 10 degrés. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 2.3. Celles de $\theta_{s/h}$ varient relativement peu, ce qui valide notre méthode d'alignement.

La loi de normalisation est la suivante :

$$R(\lambda) = \frac{\text{signal mesuré sur l'échantillon}(\lambda)}{\text{signal mesuré en trace directe}(\lambda)}$$

Les spectres obtenus sont représentés en figure 2.12. On peut remarquer les faibles valeurs de R obtenues : la lumière est largement diffractée et seule une infime partie est réfléchie dans la direction spéculaire. Si on avait normalisé avec un blanc de référence, Lambertien, on aurait obtenu des coefficients de réflexion très supérieurs à 1. Quand l'incidence augmente, le pic de réflexion se déplace vers les faibles longueurs d'onde. Sur les spectres on pointe la longueur d'onde pour laquelle le coefficient de réflexion est minimal λ_{min} (valeurs dans le tableau 2.3). Entre $(\sin(\theta_{iv}))^2$ et λ_{min}^2, le coefficient de

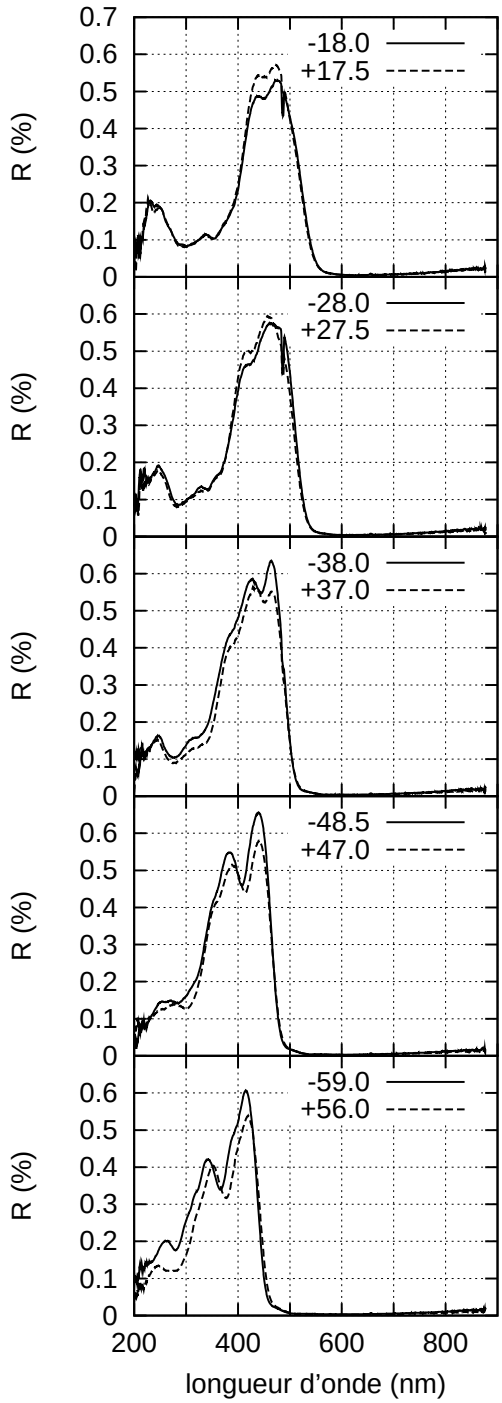


FIG. 2.12 – Spectres de réflexion mesurés au goniospectrophotomètre dans la configuration spéculaire pour différentes incidences.

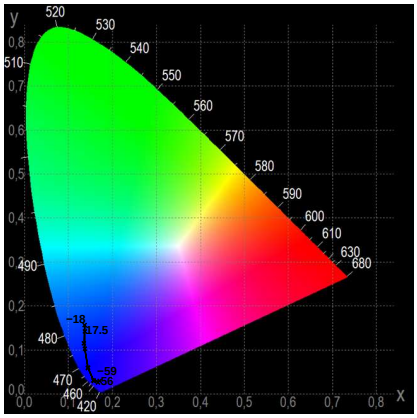


FIG. 2.13 – Positions des spectres mesurés au goniospectrophotomètre en spéculaire pour différentes incidences sur le diagramme de chromaticité CIE 1931.

corrélation est de 98% . Le déplacement de ce minimum est donc bien interférentiel. Dans les systèmes purement interférentiels et dans les spectres hémisphériques de *M. rhetenor*, le déplacement du pic de réflexion est accompagné d'une diminution de la valeur maximale de la réflexion. Ici ce n'est pas vraiment le cas ; quelle que soit l'incidence, le maximum de réflexion est de 0,6 %. D'après les simulations, si notre structure photonique était un réseau parfait elle diffracterait au moins 10 % de l'énergie dans l'ordre 0. Le désordre et l'étalement des ordres sur le cône de diffraction qui en découle peuvent expliquer les faibles valeurs mesurées. Pour chaque incidence, on dispose d'un spectre de réflexion, donc on peut obtenir une idée de l'effet visuel à cette incidence en calculant les coordonnées du point correspondant à ce spectre dans un espace colorimétrique, en l'occurence ici l'espace CIE 1931 (figure 2.13). On voit que les couleurs ainsi obtenues sont proches de la ligne des couleurs pures, elles sont saturées. Comme on peut l'observer à l'oeil nu, quand l'incidence augmente la couleur passe du bleu au violet. Enfin, les chemins des incidences négatives et positives sont indiscernables ; ceci valide la méthode de repérage du plan moyen des structures photoniques.

2.2.4 Cartes de diffraction

Si les stries de *M. rhetenor* ont été observées très tôt (MICHELSON les observe en 1911), l'idée que l'écaille puisse diffracter la lumière comme un réseau est longtemps négligée. En 1999, VUKUSIC détecte les lobes de diffraction en transmission sur une écaille isolée [33]. On peut aussi sentir la diffraction dans les cartes de répartition angulaire de la lumière réfléchie [34].

Le goniospectrophotomètre permet en effet, à incidence et longueur d'onde fixes, la mesure du flux réfléchi dans diverses directions pour établissement d'une carte de dif-

fraction. L'interface LabVIEW permet d'automatiser les mesures. Le domaine accessible à la mesure est limité, d'une part par les limites des moteurs, d'autre part par le risque de collision entre les bras d'illumination et de détection. Par exemple à faible incidence l'angle de mesure θ ne peut pas prendre de faible valeur, la réflexion spéculaire ne peut pas être mesurée. Afin de savoir quelles cartes sont les plus parlantes, des simulations sont réalisées avec la méthode RCWA. La figure 2.14 représente l'évolution de la diffraction conique par la structure photonique modèle de celle de *M. rhetenor*, représentée en figure 3.2. Pour une incidence de 30° et une longueur d'onde de 450 nm, l'ordre 0 s'éteint et les ordres -1 et +1 atteignent leur efficacité maximale, de l'ordre de 30%. D'autre part, à 250 nm, un réseau parfait diffracterait 5 ordres, mais de faibles efficacités.

Pour cette mesure, on monte le diaphragme de diamètre 0,6 mm sur le bras d'illumination, sans polariseur. Un alignement fin de l'échantillon a été possible : on choisit une grande incidence et une courte longueur d'onde, telles que la théorie prédit un maximum d'efficacité dans l'ordre 0. On place les bras du goniomètre dans la configuration spéculaire et on oriente la platine porte-échantillon de façon à maximiser le signal détecté, c'est-à-dire de façon à confondre le plan moyen des structures photoniques avec le plan horizontal (xOy). Cette méthode d'alignement permet aussi d'obtenir le parallélisme entre l'axe base-apex et l'axe Ox de l'appareil, toujours en maximisant le spéculaire.

Les cartes ainsi mesurées sont présentées en figure 2.15. Le choix du système de coordonnées dans lequel représenter une telle carte est une question actuelle en raison du développemet récent des diffusomètres ; ici nous utilisons le système le plus courant, à savoir un système polaire où l'angle est ϕ et la distance θ. Ce mode de représentation peut induire des déformations de la carte et de nouvelles coordonnées sont aujourd'hui proposées [35]. À 400 et 450 nm on voit nettement l'ordre 0 s'éteindre au profit des ordres -1 et +1. Il s'agit donc de diffraction par un réseau ; ceci prouve que les stries sont assez ordonnées pour que leur ensemble se comporte comme un réseau. À 400 nm les ordres -1 et +1 n'ont pas la même efficacité, ce qui est cohérent avec la théorie pour un réseau profond à profil non symétrique [36], comme celui de *M. rhetenor* [37]. En changeant de représentation (figure 2.16), on peut voir que la lumière diffractée se situe sur le cône d'axe Ox contenant le spéculaire. À 500 nm le même réseau disperse moins et la lumière se concentre dans le spéculaire. Pour les plus petites longueurs d'onde, on a bien une plus grande dispersion et une plus petite efficacité. À 250 nm, on ne peut pas résoudre les 5 ordres prévus par la théorie. Peut-être se recouvrent-ils à cause du désordre de la structure. Peut-être pourrait-on les résoudre en mesurant, avec un plus long temps d'intégration, partout sauf dans le spéculaire. Pour comprendre l'origine de cette diffraction « conique », un peu de théorie est nécessaire.

2.2.5 La diffraction conique

En 1690, Huygens stipule que chacun des points d'un front d'onde se comporte comme la source d'une onde sphérique secondaire, l'enveloppe de toutes ces ondes secondaires formant le nouveau front d'onde. En 1818, Fresnel suppose en outre que ces ondes secondaires interfèrent. À grande distance, elles peuvent être approchées par des ondes planes, c'est la diffraction de Fraunhofer (1787-1826). Cette approximation

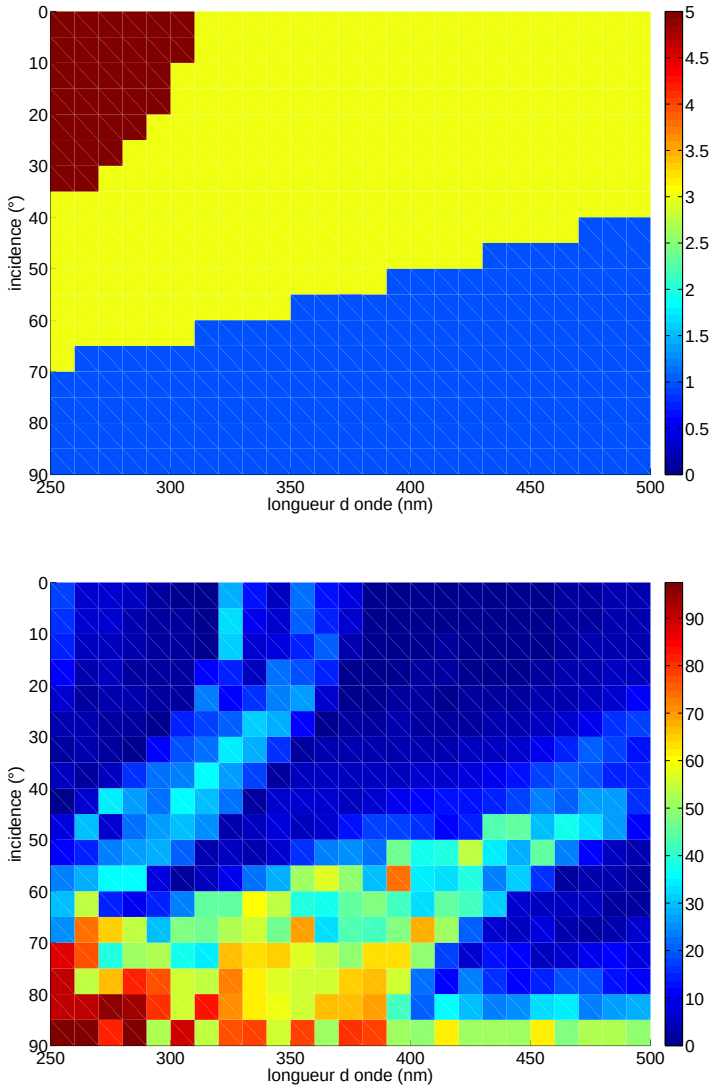


FIG. 2.14 – Évolution de la diffraction conique avec la longueur d'onde et l'incidence : nombre d'ordres propagatifs et efficacité de l'ordre 0 (en %).

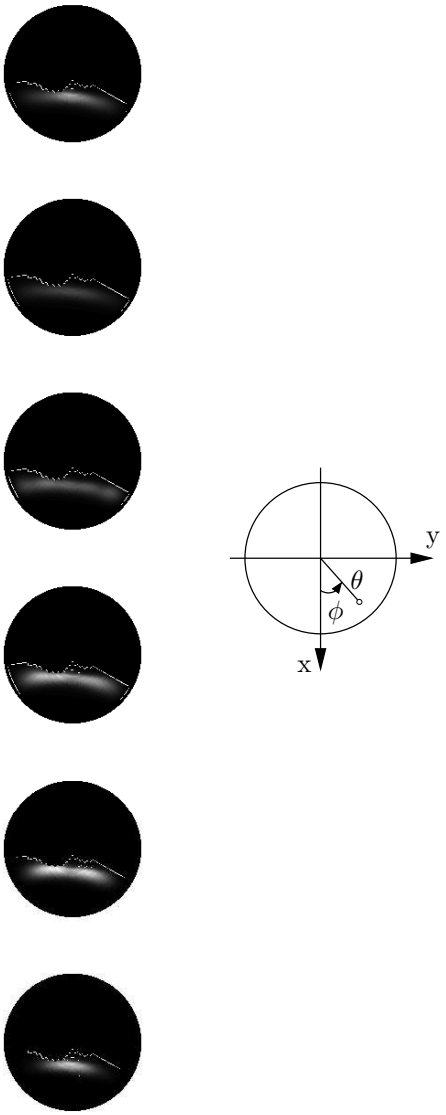


FIG. 2.15 – Cartes de diffraction conique sous incidence 30°. De haut en bas la longueur d'onde vaut 250, 300, 350, 400, 450 et 500 nm. L'échelle de gris est la même pour les six cartes, la valeur maximale est 0,5 %.

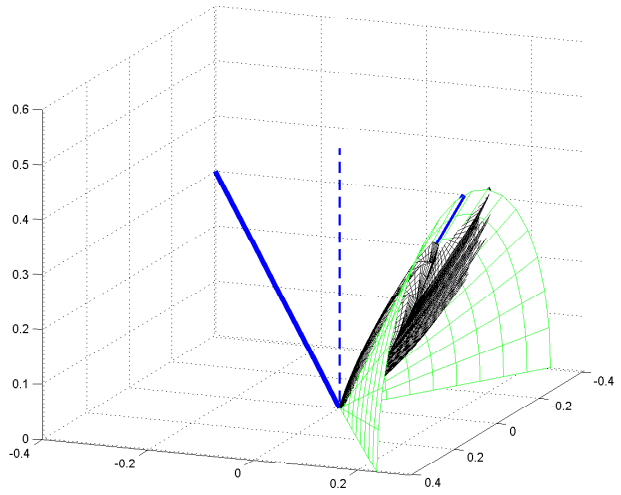


FIG. 2.16 – Diffraction à 450 nm représentée dans l'espace réel. En pointillés, la normale à l'échantillon ; en bleu, les directions incidente et spéculaire ; en vert, le cône sur lequel la théorie prévoit les ordres diffractés. La distance d'un point de la nappe au centre est la réflexion mesurée dans cette direction, en %.

faite, on peut déduire du principe de HUYGENS-FRESNEL le résultat suivant.

Soit un objet éclairé par une onde incidente plane monochromatique de vecteur d'onde $\overrightarrow{k_i}$. L'amplitude diffractée dans la direction définie par le vecteur d'onde $\overrightarrow{k}$ est proportionnelle à la transformée de FOURIER de l'amplitude du champ sur l'objet diffractant, transformée évaluée en le vecteur d'onde de l'espace réciproque $\overrightarrow{q}$ donné par $\overrightarrow{q} = \overrightarrow{k} - \overrightarrow{k_i}$.

Dans notre cas, quand le morceau d'aile est, comme sur la figure 2.17, sur le porte-échantillon du goniospectrophotomètre, avec l'axe base-apex parallèle au plan d'incidence, la structure photonique peut être considérée comme un réseau parfait, *i.e.* rigoureusement périodique et ordonné. L'objet diffractant est infini et uniforme selon x,

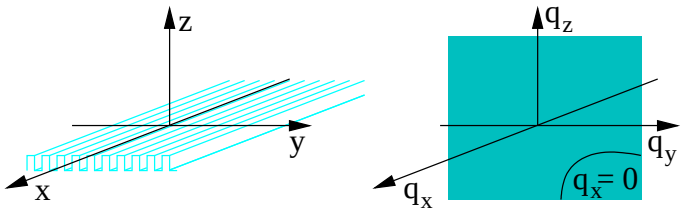


FIG. 2.17 – Schéma : situation des structures dans l'espace réel et de la lumière diffractée dans l'espace réciproque.

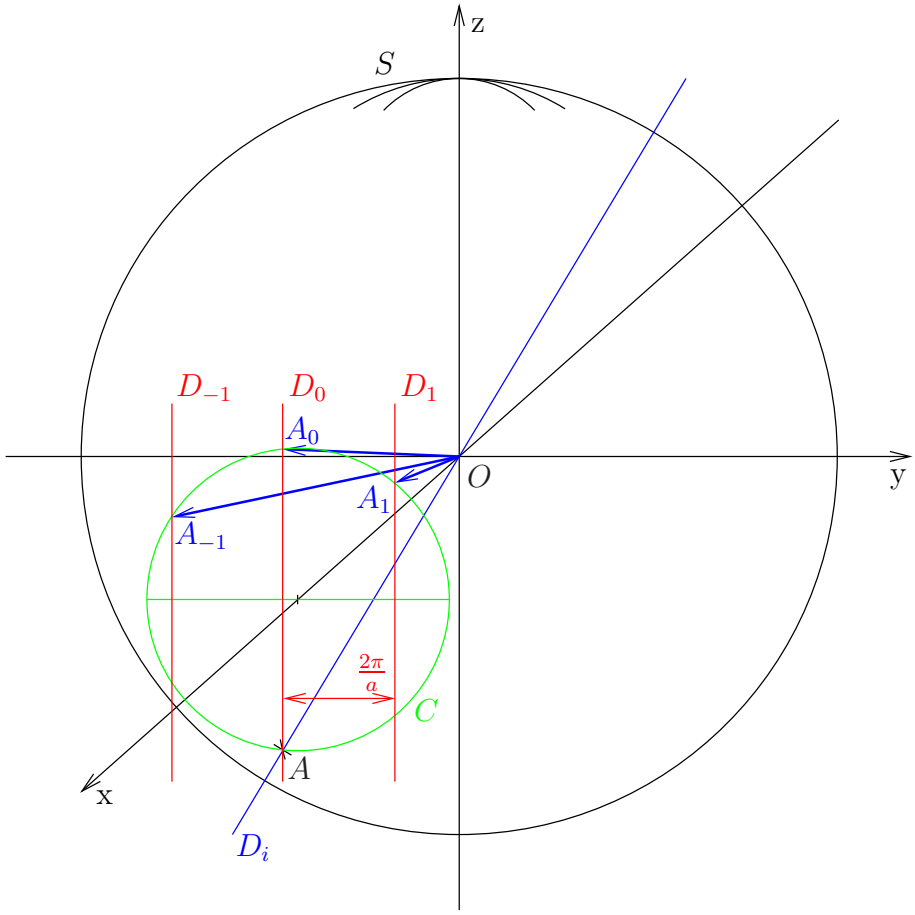


FIG. 2.18 – Construction géométrique de la diffraction conique.

donc sa transformée de FOURIER se situe dans le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque. L'objet diffractant est périodique de période a selon y, donc sa transformée de FOURIER est périodique de période $\frac{2\pi}{a}$ selon q_y. Les équations qui permettent de situer l'onde diffractée d'ordre p de vecteur d'onde $\overrightarrow{k_p}$ sont les suivantes.

$$\begin{cases} \text{symétrie de translation de l'objet selon } x : & k_{px} = k_{ix} \\ \text{périodicité de l'objet selon } y : & k_{py} = k_{iy} + p\frac{2\pi}{a} \\ \text{la diffraction est un phénomène élastique} : & \|\overrightarrow{k_p}\| = \|\overrightarrow{k_i}\| \end{cases}$$

Une construction géométrique, réalisée en figure 2.18, permet de représenter les ordres diffractés [38].
Soit un espace muni d'un repère orthonormé $(O, \overrightarrow{u_x}, \overrightarrow{u_y}, \overrightarrow{u_z})$.
Soit P un point courant de cet espace, et $\overrightarrow{OP}$ le candidat vecteur d'onde : $\overrightarrow{OP} = \overrightarrow{k_p}$.
Soit S la sphère de centre O de rayon $\|\overrightarrow{k_i}\|$: $P \in S \Leftrightarrow \|\overrightarrow{k_p}\| = \|\overrightarrow{k_i}\|$

Soit D_i la droite passant par O de vecteur directeur $\overrightarrow{k_i}$.
Soit A le point d'intersection de D_i et S tel que $x_A > 0$: $\overrightarrow{OA} = \overrightarrow{k_i}$
Soit Π le plan orthogonal à (Ox) passant par A et C son intersection avec S :

$$P \in C \Leftrightarrow \begin{cases} k_{px} & = k_{ix} \\ \|\overrightarrow{k_p}\| & = \|\overrightarrow{k_i}\| \end{cases}$$

La symétrie de translation de l'objet selon x place la lumière diffractée sur le cône de sommet O de « base » C.
Soit D_0 la droite parallèle à (Oz) passant par A.

$$P \in D_0 \Leftrightarrow \begin{cases} k_{px} & = k_{ix} \\ k_{py} & = k_{iy} \end{cases}$$

Pour p entier relatif, soit D_p la droite translatée de D_0 de $p\frac{2\pi}{a}\overrightarrow{u_y}$.

$$P \in D_p \Leftrightarrow \begin{cases} k_{px} & = k_{ix} \\ k_{py} & = k_{iy} + p\frac{2\pi}{a} \end{cases}$$

S'il existe, le point d'intersection de D_p et le demi-cercle de C des z positifs est A_p.

$$P \in D_p \cap C \Leftrightarrow \begin{cases} k_{px} & = k_{ix} \\ k_{py} & = k_{iy} + p\frac{2\pi}{a} \\ \|\overrightarrow{k_p}\| & = \|\overrightarrow{k_i}\| \end{cases}$$

Donc $\overrightarrow{OA_p} = \overrightarrow{k_p}$. La périodicité de l'objet selon y provoque la discrétisation de la répartition de la lumière diffractée sur le cône : la lumière est diffractée dans un nombre entier fini de directions ; les ordres de diffraction apparaissent.

Cette construction permet de comprendre le fonctionnement de la structure. Dans les cartes de diffraction mesurées, la localisation de la lumière réfléchie sur le cône indique que la symétrie de translation selon l'axe base-apex est bien respectée, avec un certain ordre. L'étalement des ordres sur le cône indique un désordre dans la distance entre les stries ; à longue distance, la période du réseau n'est pas bien définie.

2.2.6 Mesure dans l'espace réciproque

Situation des points de mesure

L'objet diffractant étant infini selon x, sa transformée de Fourier se situe dans le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque, c'est donc dans ce plan que l'on attend la lumière diffractée. Pour sonder la géométrie de notre structure selon y et z, il faut déplacer le détecteur dans le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque.

Traditionnellement, quand on mesure une carte de diffraction, on fixe la longueur d'onde et l'angle d'incidence θ_i donc le vecteur d'onde $\overrightarrow{k_i}$. Puis on déplace le détecteur

sur une portion de sphère, c'est-à-dire que l'extrémité de $\overrightarrow{k}$ prend différentes positions sur la sphère de rayon $\frac{2\pi}{\lambda}$. Donc $\overrightarrow{q}$ prend différentes positions sur une portion de la sphère de rayon $\frac{2\pi}{\lambda}$ translatée de $\overrightarrow{k_i}$. L'intersection de cette portion de sphère avec le plan $q_x = 0$ est au mieux un arc de cercle (figure 2.19).

Pour aller sonder le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque, il faut, pour différentes valeurs de l'incidence, faire parcourir au détecteur l'arc de cercle tel que $q_x = 0$ dans l'espace réciproque, qui est aussi un arc de cercle dans l'espace réel (figure 2.20). Il s'agit de l'intersection de la sphère accessible à la mesure avec le cône de la diffraction conique.

Si on introduit $\overrightarrow{u_k}$ le vecteur unitaire directeur du vecteur d'onde, alors :

$$\overrightarrow{q} = \frac{2\pi}{\lambda}(\overrightarrow{u_k} - \overrightarrow{u_{k_i}})$$

La longueur d'onde détermine la dilatation de l'espace réciproque. Pour résoudre la répartition de l'intensité dans l'espace réciproque, on a intérêt à choisir une petite longueur d'onde.

Mesure dans l'espace réciproque

Cette mesure a été réalisée pour la longueur d'onde $\lambda = 250$ nm. Il y a donc peu de signal. Sur le bras d'illumination on utilise le diaphragme de diamètre 1 mm, sans polariseur. Ainsi l'aire illuminée est toujours incluse dans l'aire vue, le nombre de coups mesuré est proportionnel à l'intensité lumineuse et aucune normalisation n'est nécessaire. Pour chaque valeur de l'incidence, une série de positions du détecteur a été calculée (un trajet en arc de cercle) ; pour automatiser cette mesure une nouvelle interface LabVIEW a été développée. Le protocole d'alignement est celui présenté en 2.2.3. Pour chaque incidence, le manipulateur doit placer manuellement le bras d'illumination, choisir le temps d'intégration, ouvrir la nouvelle interface LabVIEW, y contrôler le risque de collision entre les bras d'illumination et de détection, si nécessaire, corriger la série de positions du détecteur pour annuler ce risque. Pour des raisons liées aux conditions de mesure, l'incidence varie entre 38 et 56°.

Le résultat de cette mesure est présenté en figure 2.21. Les coordonnées de $\overrightarrow{q}$ sont divisées par $\frac{2\pi}{\lambda}$ si bien qu'une périodicité de a dans la structure apparaîtrait comme une périodicité de $\frac{\lambda}{a}$ sur cette carte. Cette mesure est la première en son genre et gagnerait à être reprise :

- un alignement fin de l'échantillon (plan moyen des structures photoniques confondu avec (xOy) et axe base-apex parallèle à (Ox) en maximisant le spéculaire) allègerait les corrections entre angles lus et angles réels ;
- une plus grande plage d'incidences premettrait d'accéder à une plus grande plage de valeurs de q_z ;
- un meilleur échantillonage des positions de mesures, notamment autour de $q_y = 0$, permettrait d'y résoudre la répartition de la lumière : c'est elle qui donne de l'information sur la structure.

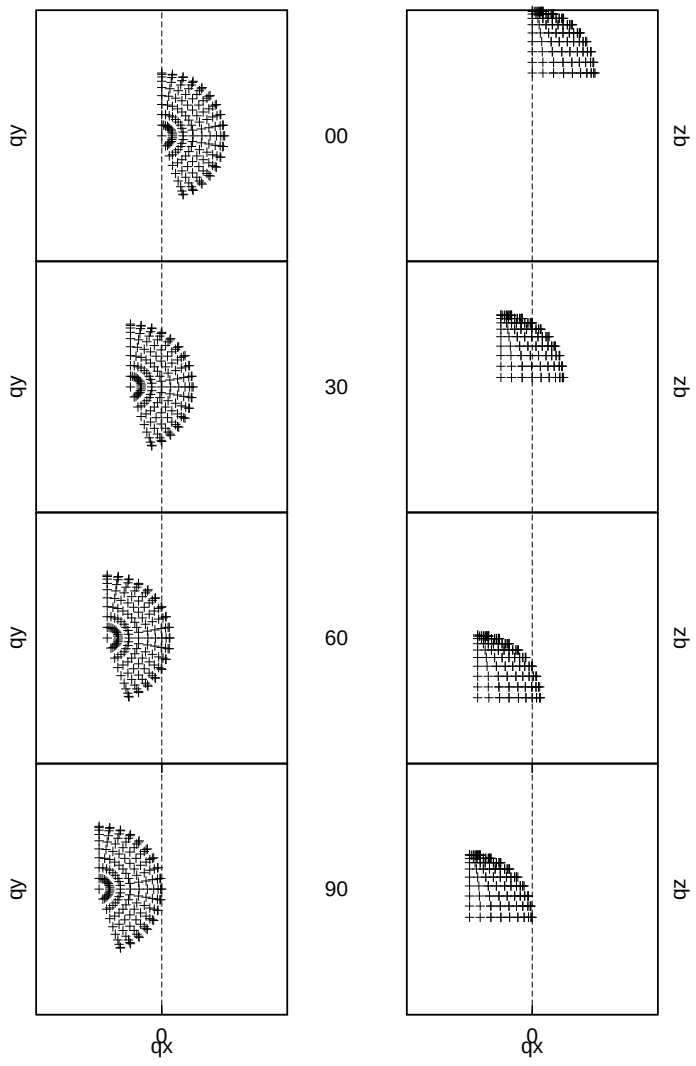


FIG. 2.19 – Situation de la région de l'espace réciproque sondée lors de la mesure d'une carte pour les incidences 0, 30, 60 et 90 degrés.

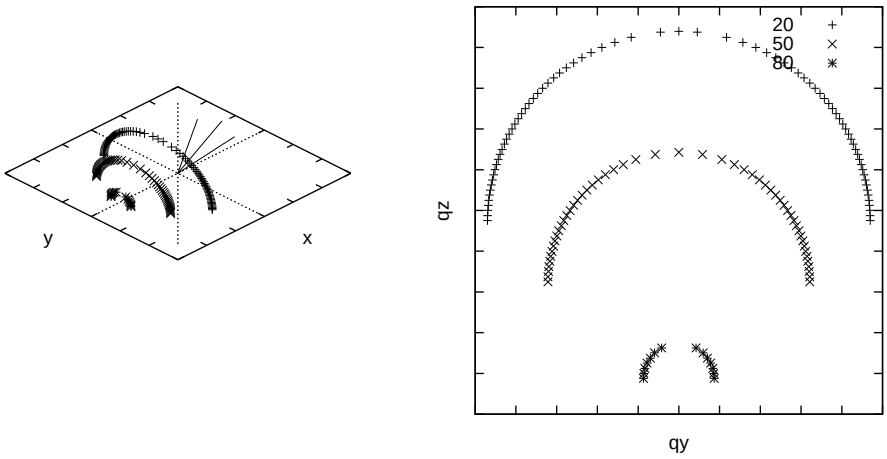


FIG. 2.20 – Pour sonder le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque, situation des positions de mesure pour les incidences 20, 50 et 80°, dans l'espace réel et dans le plan $qx = 0$.

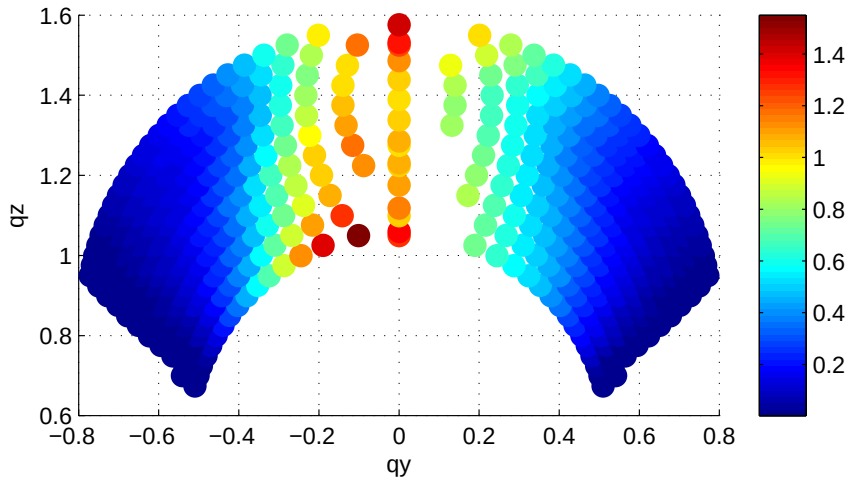


FIG. 2.21 – Carte de l'intensité mesurée dans le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque. L'échelle de couleurs représente le nombre de coups par seconde.

2.3 Le goniospectrophotomètre en rétrodiffusion

Cet appareil permet de confondre les directions d'incidence et de mesure. Il vient donc combler l'angle mort du goniospectrophotomètre « à deux bras ».

La lumière délivrée par une lampe halogène est guidée dans une fibre optique dont la face de sortie est, en incidence normale, conjuguée par une lentille avec le plan de l'échantillon. La taille de la tache lumineuse sur l'échantillon est légèrement inférieure à 1 mm. La lumière rétrodiffusée est couplée par la même lentille avec 6 fibres optiques, placées autour de la fibre d'incidence, qui la guident vers un spectrophotomètre dont la plage mesurable va de 380 nm à 780 nm. L'échantillon est un morceau d'aile, coupé dans une cellule alaire, collé à plat sur un morceau de carton noir, posé sur une platine d'assiette réglable. Pour cette mesure le plan d'incidence est orthogonal aux stries ; il s'agit donc d'un montage de diffraction « classique ».

Théoriquement, un réseau parfait de période a éclairé par une onde à la longueur d'onde λ sous l'incidence i diffracte en réflexion l'ordre p dans la direction i' selon la loi :

$$\sin i' - \sin i = p\frac{\lambda}{a}$$

À incidence nulle, quelle que soit la longueur d'onde l'ordre 0 est rétrodiffusé mais l'efficacité de cet ordre dépend de la longueur d'onde si bien que le spectre n'est pas plat. À incidence non nulle, si l'ordre -1 est diffracté dans la direction d'incidence, alors :

$$\lambda = 2a \sin i$$

Quand l'incidence augmente, la longueur d'onde réfléchie dans l'ordre -1 augmente. Dans notre cas, à cause du désordre la période a est mal définie. Si on l'estime à 600 nm, alors dès que i est supérieur à 45° la longueur d'onde réfléchie dans l'ordre -1 n'est plus dans la plage mesurable par le spectrophotomètre.

Avant la mesure, pour estimer l'efficacité diffractée dans l'ordre -1 rétrodiffusé s'il existe, la méthode RCWA est utilisée. En figure 2.22 on peut voir l'évolution de la diffraction par la structure photonique modèle de celle de *M. rhetenor*, représentée en figure 3.2. Selon la valeur de la période a, les simulations annoncent une efficacité maximale pour une incidence i entre 20 et 30 degrés et une longueur d'onde λ de 490 nm.

L'appareil est conçu pour l'étude d'œuvres d'art. Classiquement il est utilisé toujours à la même incidence et la distance entre l'œuvre et l'appareil est déterminée par la lentille. Dans notre cas, le protocole d'alignement est le suivant : à incidence nulle, l'assiette du porte-échantillon est choisie de façon à maximiser le signal ; cette sorte d'autocollimation permet de rendre le plan moyen des structures photoniques horizontal. On repère bien la zone de l'aile éclairée (ici près d'un point où manquent quelques écailles). Pour chaque valeur de l'incidence, simultanément, on règle la hauteur de l'appareil pour maximiser le signal mesuré et on translate le porte-échantillon sur la table horizontale pour toujours éclairer la même zone, puis on acquiert le signal $S_{\text{échantillon}}$. Enfin, on retire l'échantillon et pour chaque valeur de l'incidence on acquiert le signal sur un blanc de référence

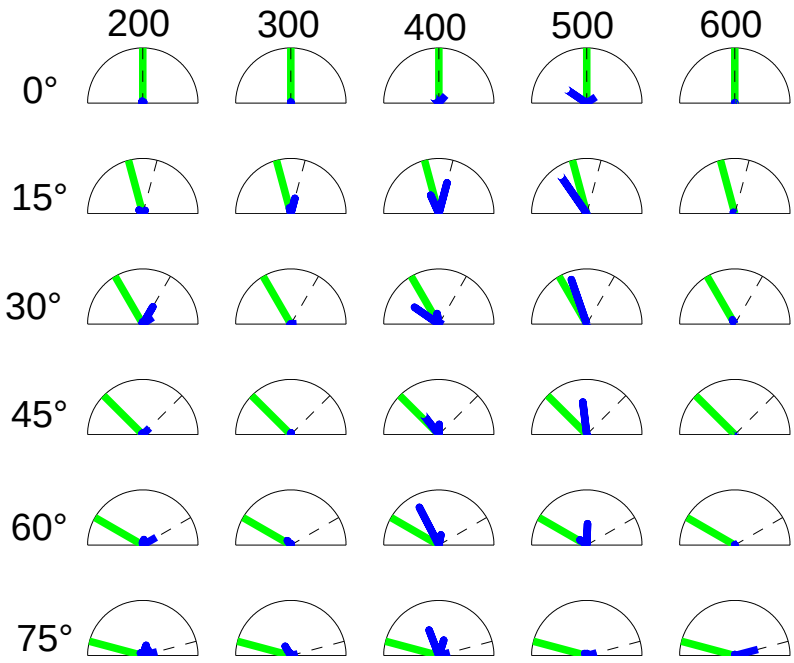


FIG. 2.22 – Évolution de la diffraction dans un montage « classique » avec l'incidence et la longueur d'onde. En vert, l'incidence, en pointillés la direction spéculaire, en bleu les directions des ordres diffractés propagatifs. La longueur du segment bleu est égale à l'efficacité dans cet ordre.

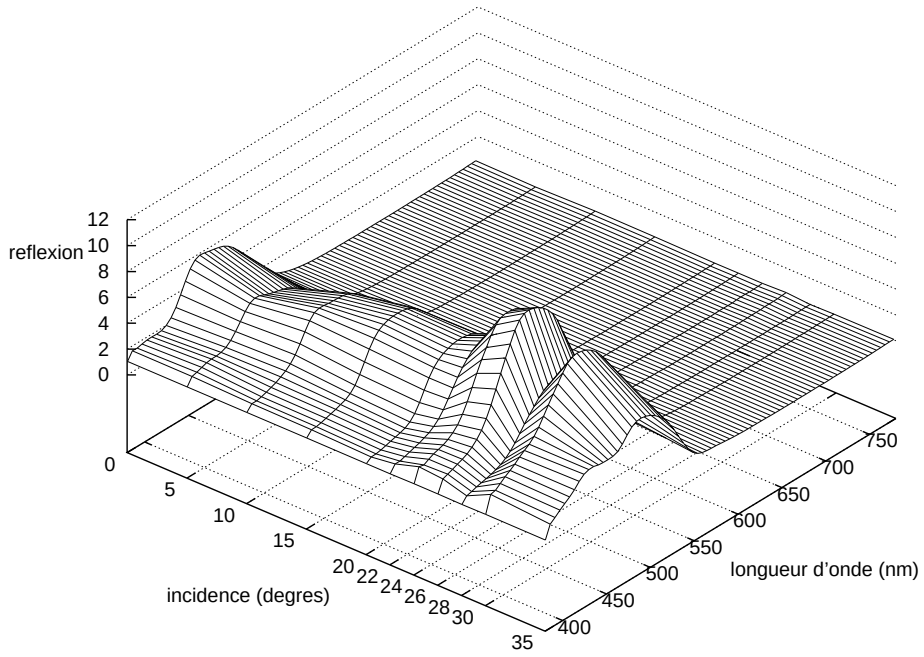


FIG. 2.23 – Spectres de réflexion mesurés en rétrodiffusion pour différentes incidences.

Lambertien S_{blanc} et sur un velours noir S_{noir}. On comprend combien l'alignement est grossier. La loi de normalisation est :

$$R(\lambda) = \frac{S_{\text{échantillon}}(\lambda) - S_{\text{noir}(\lambda)}}{S_{\text{blanc}}(\lambda) - S_{\text{noir}(\lambda)}}$$

Ainsi, il s'agit d'un coefficient de réflexion relatif au blanc de référence et il ne faut pas s'étonner de trouver sur les spectres de réflexion ainsi mesurés (figures 2.23 et 2.24) des valeurs supérieures à 1 : c'est que l'énergie rétrodiffusée par notre structure photonique est plus grande que celle rétrodiffusée par le blanc de référence.

La longueur d'onde du maximum de réflexion est d'environ 485 nm, comme prévu. Contrairement aux prédictions théoriques, la longueur d'onde du maximum de réflexion ne croît pas linéairement du tout quand l'incidence augmente et reste faible : on est loin du réseau parfaitement ordonné. Par contre, on a bien une efficacité maximale pour l'incidence i autour de 25°.

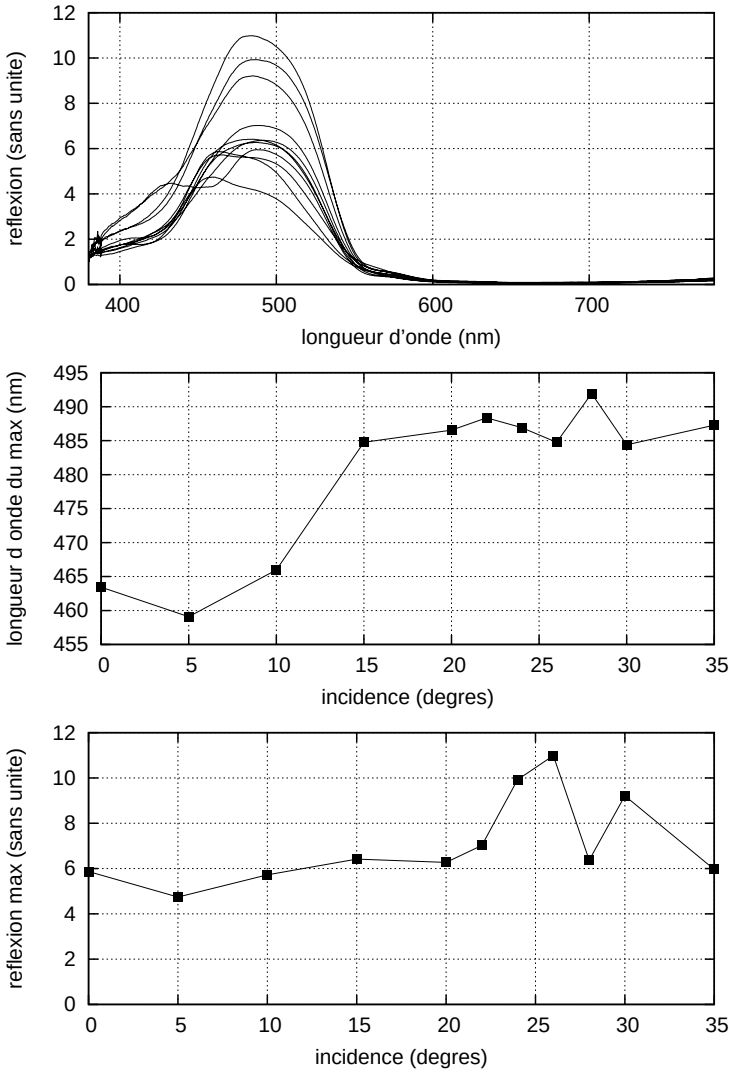


FIG. 2.24 – Spectres de réflexion mesurés en rétrodiffusion pour différentes incidences, positions des maxima.

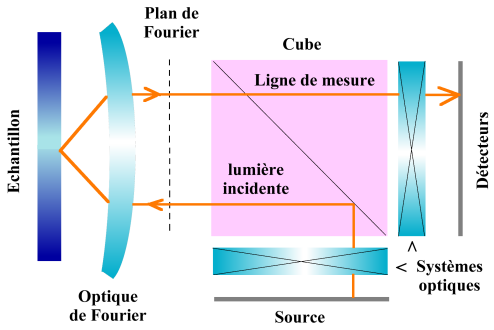


FIG. 2.25 – Schéma de principe du diffusomètre.

2.4 Le diffusomètre

L'appareil EZLite, actuellement à l'INSP, commercialisé par la société ELDIM, mesure la répartition angulaire de la lumière réfléchie par un échantillon. Ses atouts principaux par rapport au goniospectrophotomètre sont sa rapidité et l'absence d'angle mort. Son principe est présenté en figure 2.25. Le cœur de la technique réside dans l'utilisation du plan de FOURIER. L'échantillon est dans le plan focal objet d'une lentille. Dans le plan focal image de la lentille, appelé aussi plan de FOURIER, chaque point correspond à un angle d'émergence de la lumière de l'échantillon. En imageant ce plan sur une matrice CCD, on peut obtenir la carte de diffraction instantanément. Si le principe est très simple, la mise en œuvre requiert la réalisation d'une optique de très haute qualité, travaillant sans aberration jusqu'à une grande ouverture, à savoir 60° pour EZLite, 80° pour son successeur EZContrast. La CCD, refroidie à -25°C a une haute résolution si bien que la résolution angulaire est 0,2°. La source est une lampe xénon suivie d'un filtre illuminant D65. Elle est reliée à l'appareil par une fibre optique dont la face de sortie peut être translatée de façon à translater son image dans le plan de FOURIER et choisir ainsi la direction (θ, ϕ) d'incidence. Le diamètre du faisceau sur l'échantillon est 2 mm. Devant le détecteur, un diaphragme de champ permet de choisir la taille de la zone analysée sur l'échantillon. Pour cette mesure son diamètre est 330 μm. L'appareil devrait bientôt être équipé d'un diaphragme de diamètre 80 μm, permettant de réaliser des mesures sur moins d'une écaille.

Les cartes de diffraction mesurées sur *M. rhetenor* sont présentées figure 2.26. Le système de coordonnées est le même qu'en figure 2.15. Les échelles de couleurs sont en cd/m^2. Chaque carte a sa propre échelle de couleurs afin que le signal y soit visible. Le signal réfléchi est en fait beaucoup plus fort à faible incidence, comme dans les spectres mesurés en sphère intégrante. Le plan d'incidence est parallèle aux stries, parallèle à l'axe ϕ=0. Dans toutes ces cartes on retrouve la barre lumineuse caractéristique, dans ce système de coordonnées, de la diffraction « conique ». Sur certaines on observe que

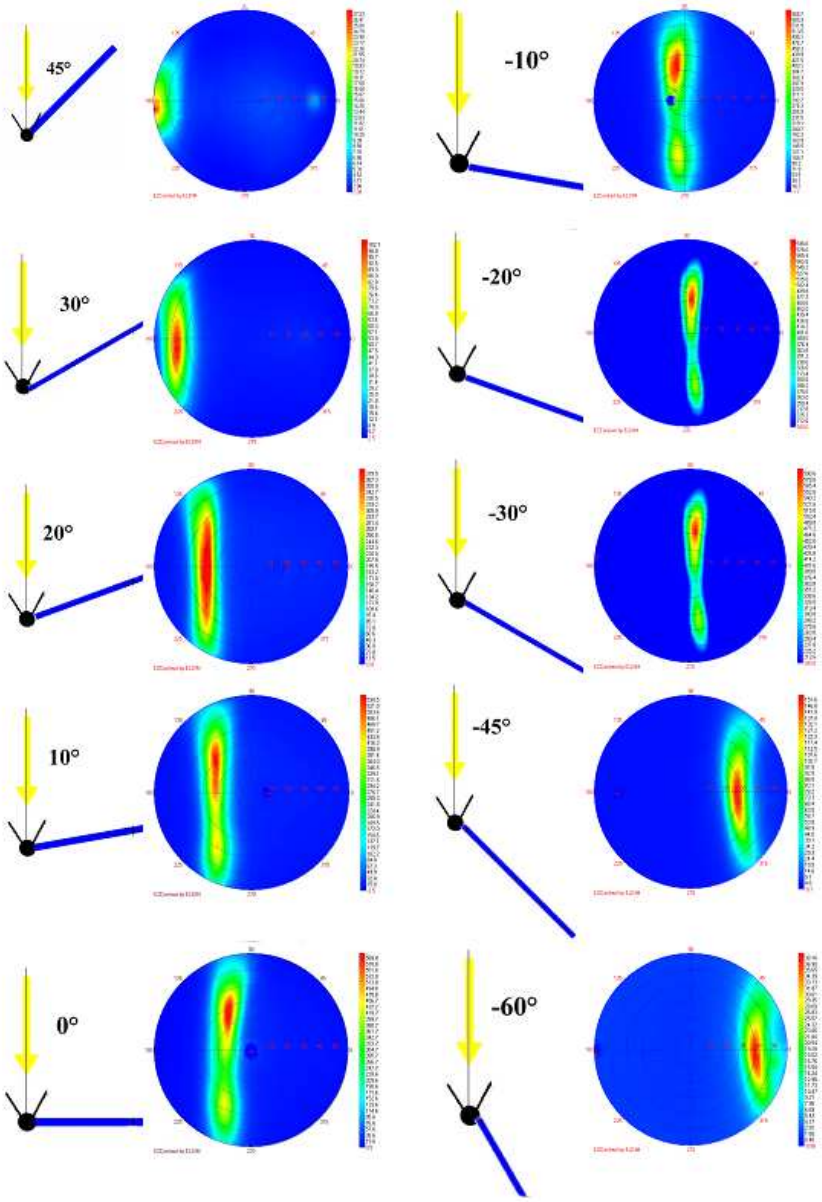


FIG. 2.26 – Cartes de diffraction mesurées au diffusomètre.

les ordres -1 et 1 sont plus lumineux que l'ordre 0.

Considérons que dans la lumière directe du soleil les rayons lumineux sont parallèles. Lorsque le papillon vole sous cet éclairage, l'incidence sur ses ailes varie très vite. Pour un observateur éloigné immobile, donc à direction d'observation fixe et angle solide d'observation faible, seule une certaine incidence permet de détecter un signal lumineux, c'est pourquoi on parle parfois d'éclair (*flash*) ; on imagine alors combien furtif est le papillon.

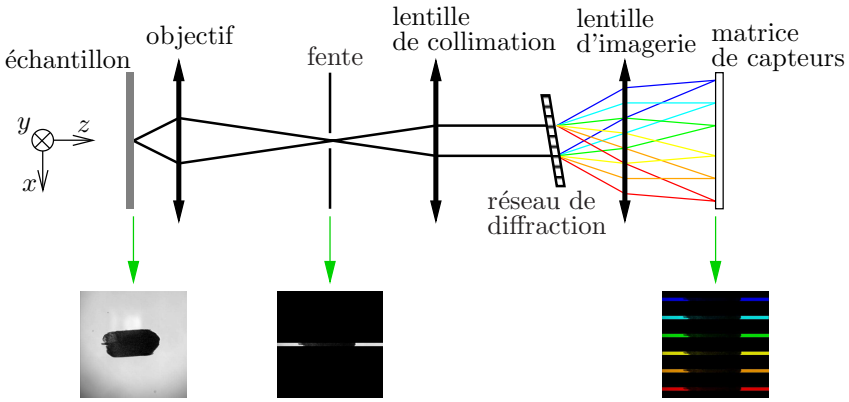


FIG. 2.27 – Schéma de principe du microspectrophotomètre

2.5 Le microspectrophotomètre

2.5.1 L'appareil

Principe

Le spectrophotomètre Spectral DV, commercialisé par Roper, est monté sur un microscope Olympus BX51. Son schéma de principe est présenté figure 2.27. L'appareil présente deux modes : le mode *imagerie*, utilisé pour préparer une acquisition, et le mode *spectral*, pour l'acquisition. En mode *imagerie*, la fente est ouverte et le bloc réseau est sorti du trajet de la lumière ; le plan image de l'échantillon par l'objectif est imagé sur la matrice de détecteurs. Le passage du mode *imagerie* au mode *spectral* consiste en la fermeture de la fente et l'insertion sur le trajet de la lumière du « bloc réseau ». En mode *spectral*, dans le plan image de l'échantillon par l'objectif, la fente, dont les bords sont parallèles à (Oy) sélectionne une colonne de l'image. L'image de cette colonne est collimatée et le réseau la décompose. Ainsi, chaque colonne de la matrice de détecteurs, selon y, reçoit l'image de cette colonne à une longueur d'onde donnée. Le long d'une ligne de la matrice de détecteurs, selon x, on a le spectre d'un pixel de l'échantillon. Une fois ce carré de données (y, λ) enregistré, un moteur piézoélectrique translate l'échantillon selon x de la distance correspondant à la largeur de la fente, faisant ainsi apparaître sur la matrice un nouveau carré de données (y, λ). Lors de l'acquisition, l'ordinateur enregistre donc un cube de données (x, y, λ). Il le remet en forme pour afficher à l'écran le carré (x, y) à λ fixé. L'utilisateur peut alors voir l'image de l'échantillon et dispose du spectre en chaque point de cette image.

La taille de la matrice selon x permet de mesurer un spectre de 375 à 920 nm. Toutefois, en bord de spectre l'ordre 1 et l'ordre 2 du réseau peuvent se chevaucher et ainsi fausser le spectre. Une solution consiste à placer dans le microscope un filtre coupant les grandes longueurs d'onde pour mesurer le spectre aux petites longueurs d'ondes. On voit alors le second ordre des petites longueurs d'onde sur les colonnes de la matrice correspondant aux grandes longueurs d'onde. Ensuite on peut placer un filtre

			Les pixels limitent.		La diffraction limite.	
g	a	θ	1 pixel	3 pixels	λ=380 nm	λ=780 nm
5	0.15	9	3200	9600	1545	3172
10	0.30	17	1600	4800	773	1586
20	0.46	27	800	2400	504	1034
40	0.75	49	400	1200	309	634
100	0.95	72	160	480	244	501

TAB. 2.4 – Résolution du microspectrophotomètre en nanomètres. g est le grandissement auquel travaille l'objectif, a son ouverture, θ son angle d'ouverture en degrés.

coupant les petites longueurs d'onde pour mesurer les grandes sans être gêné par le second ordre des petites. Dans notre cas, le microscope est équipé d'un filtre coupant les grandes longueurs d'onde si bien que la plage mesurable est 375-750 nm.

Résolution et largeur de fente

La caméra, refroidie à -30°C, comporte 512×512 détecteurs de taille Φ_{pixel}= 16 μm chacun. La résolution selon y peut-être limitée par la diffraction ou par la taille du pixel de la matrice. Selon x la résolution est liée au pas du déplacement du moteur piézo-électrique et à la largeur de la fente. Le pas de déplacement du moteur piézoélectrique peut correspondre à la taille du pixel ou à la largeur de la fente. Ouvrir la fente permet de gagner en lumière, la fermer permet de gagner en résolution, la fermer au-delà de la limite de diffraction est inutile et très dangereux puisqu'on risque de mettre en contact les bords de fente. Par ailleurs le constructeur recommande que la largeur de la fente soit au moins la taille de trois pixels de la matrice.

Le grandissement de l'ensemble des optiques du spectrophotomètre est 1. Soient g le grandissement auquel travaille l'objectif et a son ouverture. Dans le plan de l'échantillon, si la taille du pixel limite, la résolution est $\frac{\Phi_{\text{pixel}}}{g}$; si la diffraction limite, la résolution est 1,22 $\frac{\lambda}{2a}$. Le tableau 2.4 permet de déterminer la limite de résolution dans le plan de l'échantillon pour quelques configurations. Si on suit les indications du constructeur, la résolution est dans la grande majorité des cas limitée par la largeur de la fente de 3 pixels (48 μm) ; on ne peut pas attendre une résolution meilleure que 500 nm.

Normalisation des mesures

L'appareil a été conçu a priori pour des chimistes qui cherchent à localiser des pics fins, se dégageant bien du signal dès l'acquisition. Dégager le spectre de réflexion ou de transmission d'un objet du spectre de la source et normaliser ce spectre en amplitude posent des problèmes liés à la nature de l'appareil.

Imaginons par exemple que l'on travaille en transmission. Un objectif de faible grandissement travaille avec une faible ouverture et un large champ objet. Si l'échantillon se comporte comme l'air, toute la lumière de l'éclairage est collectée par l'objectif. S'il diffuse largement la lumière, une partie de l'énergie transmise n'est pas collectée. S'il

se comporte comme un réseau de diffraction, peut-être que certains ordres ne sont pas collectés. Un objectif de plus fort grandissement travaille avec une plus grande ouverture et peut collecter cette lumière. Comment alors comparer des spectres établis avec différents objectifs ?

Si maintenant on travaille en réflexion, sur quel objet acquérir le signal de référence, que l'on considérera comme réfléchissant 100 % de l'énergie ? Un blanc Lambertien ? Un miroir ? Il semble que le plus adapté soit un blanc ayant le même comportement diffusif que l'échantillon. Mais comment l'identifier ? Dépend-il de l'objectif utilisé ? Comment ensuite comparer des spectres normalisés avec des références différentes ?

En transmission nous avons validé un protocole de normalisation. Nous avons utilisé une simple lame de microscope. Nous avons mesuré sa transmission en incidence et émergence normales, au spectrophotomètre Cary 5 et avec le goniospectrophotomètre. Pour les mesures au microspectrophotomètre, nous avons, pour chaque objectif, utilisé le protocole suivant :

- placer la lame et mettre au point ;
- ôter la lame, en mode *spectral* régler l'intensité de la source et le gain de la caméra ;
- placer une densité sur le diaphragme de champ, placer la lame et en mode *imagerie* choisir la zone analysée ;
- passer en mode *spectral* et ôter la densité, lancer l'acquisition de S_{lame} ;
- placer un objet opaque sur le diaphragme de champ et acquérir S_{noir} ;
- ôter la lame et l'objet opaque et acquérir $S_{\text{référence}}$.

La loi de normalisation est

$$T = \frac{S_{\text{lame}} - S_{\text{noir}}}{S_{\text{référence}} - S_{\text{noir}}}$$

Les spectres obtenus sont tracés en figure 2.28. Les mesures sont toutes comprises dans une plage de 0,03 %. Ce protocole est donc tout à fait acceptable, en n'oubliant pas que la lame de verre ne diffuse que très peu.

2.5.2 Transmission d'une écaille de *M. rhetenor*

On arrache quelques écailles d'une aile de *M. rhetenor* et on les place sur une lame de microscope. Au microscope, en alternant observations en réflexion et en transmission, lame à l'endroit et à l'envers, on repère les écailles qui sont tombées sur leur face extérieure, c'est-à-dire sur les structures photoniques. On veut mesurer la transmission de la lumière qui rencontre d'abord les structures photoniques. Si dans la nature transmission il y a, c'est dans ce sens. C'est donc la face inférieure de l'écaille que l'on voit en mode *imagerie*, figure 2.29. On choisit toujours la zone analysée de façon à y trouver, pour la région où on prend le spectre sur l'écaille, une région de même taille et de même position y sans l'écaille : c'est sur la même acquisition, dans cette région, que l'on prend la référence, considérée comme transmettant 100 % de la lumière. Les spectres ainsi obtenus sont présentés en figure 2.30. Comme expliqué ci-dessus, la comparaison de spectres acquis avec différents objectifs est délicate. Le pic à 450 nm est remarquable car il disparaît quand l'ouverture augmente. D'après les autres mesures, la réflexion est

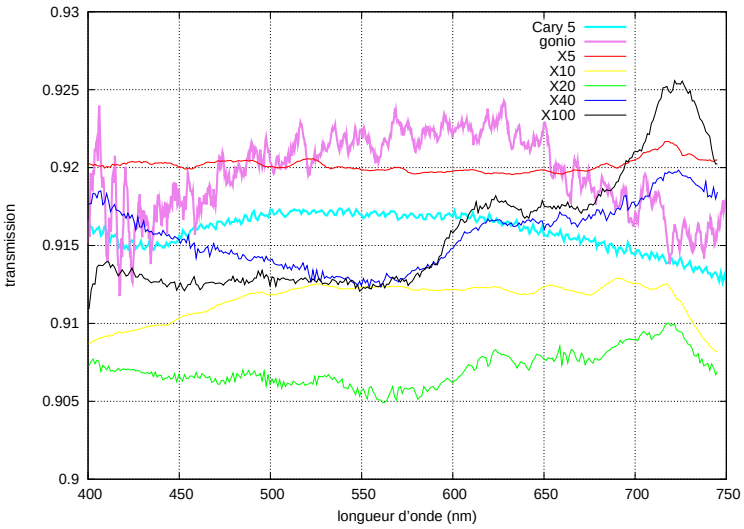


FIG. 2.28 – Spectres de transmission d'une lame de verre mesurés au microspectrophotomètre avec différents objectifs, comparaison avec la même mesure réalisée avec d'autres spectrophotomètres.

(a) X5 (b) X10 (c) X20 (d) X40 (e) X100

FIG. 2.29 – Images d'une écaille

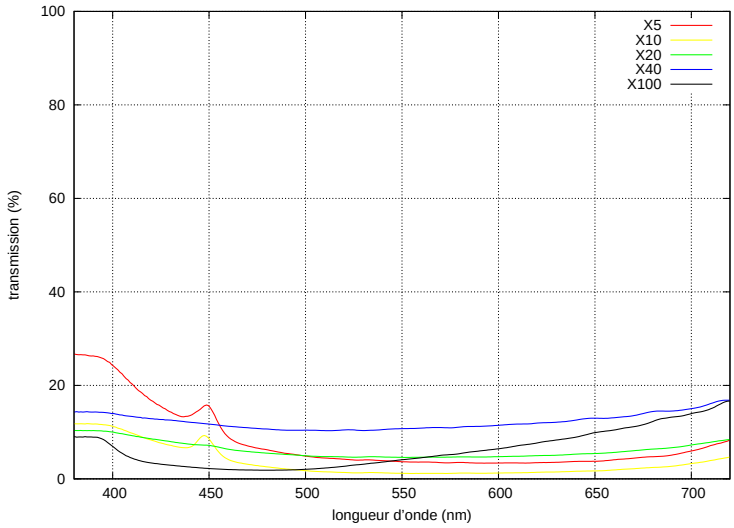


FIG. 2.30 – Spectres de transmission d'une écaille de *M. rhetenor* mesurés au microspectrophotomètre avec différents objectifs.

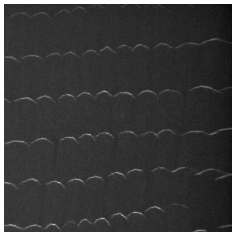


FIG. 2.31 – Bruit de mesure sur *M. rhetenor*

faible en dehors du pic à 480 nm ; donc pour ces longueurs d'onde l'absorption dans l'écaille est très importante.

2.5.3 Réflexion multiéchelle sur *M. rhetenor*

L'échantillon est un morceau d'aile fixé sur carton noir. On utilise l'objectif de grandissement 10. En *imagerie* on observe l'image des écailles sur la matrice de détecteurs et on règle l'éclairage KÖHLER pour optimiser la qualité de cette image. On réalise une acquisition du signal sur les écailles $S_{\text{écailles}}$. On ferme l'obturateur de l'éclairage et on mesure le « noir » $S_{\text{noir sur écailles}}$. Pour un objectif comme le X10 qui a une distance de travail d'environ 10 mm, la contribution de la lumière ambiante au signal mesuré est non négligeable ; en figure 2.31 on voit le signal $S_{\text{noir sur écailles}}$ à la longueur d'onde 503 nm : les apex des écailles sont nettement visibles. Sur la platine on remplace l'échantillon par un blanc de référence et on réalise les mêmes acquisitions.

Le signal $S_{\text{écailles}}$ à 503 nm est représenté en figure 2.32. Nous nous intéressons au spectre moyenné spatialement sur une région carrée de côté croissant. Les frontières de

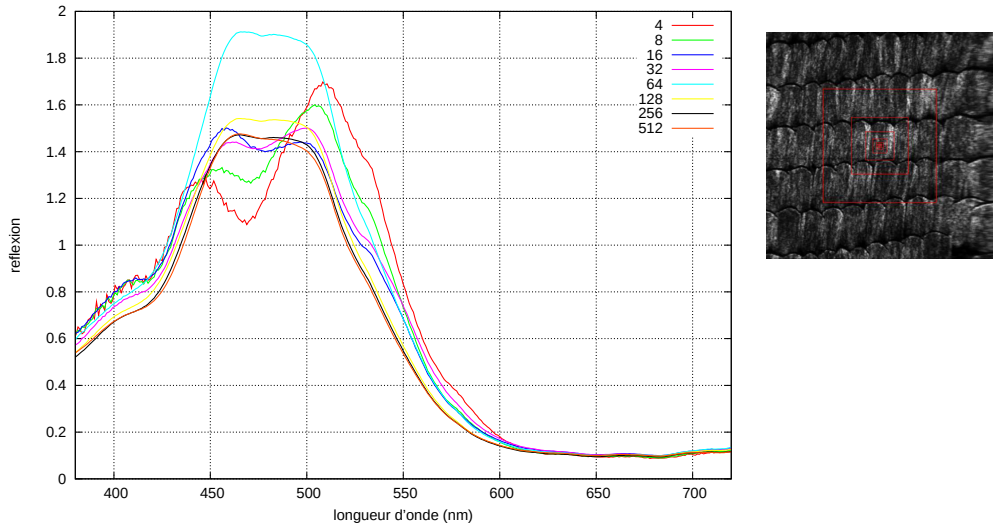


FIG. 2.32 – Spectres de réflexion mesurés au microspectrophotomètre sur *M. rhetenor* et leur situation.

ces régions sont tracées sur l'image de la figure 2.32. Leurs tailles sont :

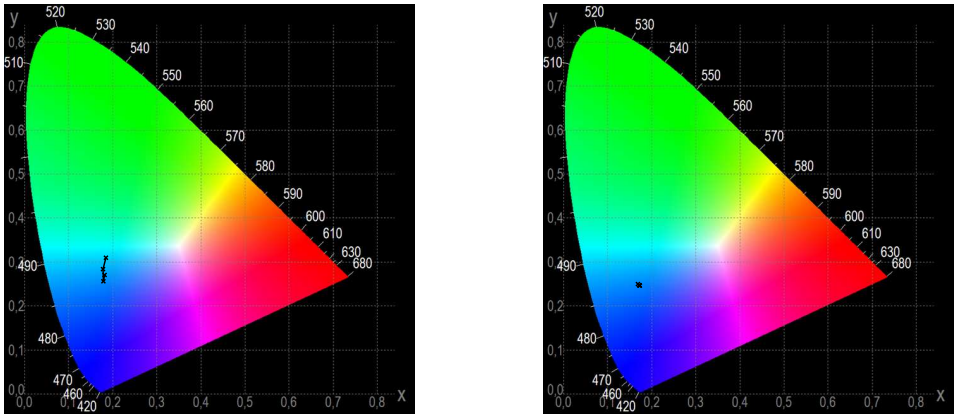
taille en pixels	4	8	16	32	64	128	256	512
taille en μm	6,4	12,8	25,6	51,2	102,4	204,8	409,6	819,2
taille en écailles	$\ll 1$	$\ll 1$	$\ll 1$	$\simeq 0,5$	$\simeq 1,2$	$\simeq 3$	$\simeq 15$	$\simeq 50$

Pour chaque spectre, le signal mesuré est moyenné spatialement sur la même région dans les quatre acquisitions, puis la loi de normalisation est :

$$R = \frac{S_{\text{écailles}} - S_{\text{noir sur écailles}}}{S_{\text{blanc}} - S_{\text{noir sur blanc}}}$$

Les spectres ainsi obtenus sont tracés en figure 2.32. Les points leur correspondant sont placés sur le diagramme de chromaticité CIE 1931 en figure 2.33.

Tant que l'on observe moins d'une écaille, les spectres présentent deux maxima, vers 450 et 500 nm. Quand la surface de moyennage augmente, ces pics se déplacent d'une dizaine de nanomètres et la position du spectre dans le diagramme de chromaticité change. Ceci peut s'expliquer par la géométrie des écailles. Les écailles ne sont pas rigoureusement horizontales et leur face supérieure n'est pas rigoureusement plane (partie 1.4). Pour le carré de côté 64 pixels, la région de moyennage comprend le bord droit de l'écaille centrale, qui présente un reflet important. C'est la région pour laquelle ce reflet a le plus de poids : il n'est pas dans les plus petites régions et dans les plus grandes régions son impact est atténué par le poids des autres points de l'image. C'est pourquoi c'est ce spectre qui a l'amplitude maximale. Dès que l'on observe plus d'une écaille, on ne peut plus bien résoudre les deux maxima, mais un pic de largeur à pleine hauteur d'une quarantaine de nanomètres. Les spectres moyennés sur 3, 15 et 50 écailles



(a) sur moins d'une écaille

(b) sur plus d'une écaille

FIG. 2.33 – Position des spectres mesurés au microspectrophotomètre en réflexion sur le diagramme de chromaticité CIE 1931.

sont très semblables ; sur le diagramme de chromaticité ils se superposent. Ceci correspond bien aux observations microscopiques d'écailles isolées : le bleu vif caractéristique de *M. rhetenor* est visible sur une écaille seule ; regrouper des écailles ne modifie pas l'impression colorée.

2.6 Ellipsométrie

2.6.1 Cadre théorique

Cette présentation de l'ellipsométrie est largement inspirée du cours d'optique de Hans Arwin [39]. L'ellipsométrie est principalement une technique de caractérisation de surface, couches minces et multicouches. C'est une technique optique non-destructive et sans contact, adaptée aussi pour des études dynamiques comme le contrôle de la croissance de couches minces. Sa sensibilité à l'état de surface est remarquable puisqu'elle donne aisément accès à une résolution atomique sur l'épaisseur d'un couche mince.

La polarisation

Considérons une onde électromagnétique plane monochromatique de pulsation ω, de vecteur d'onde $\vec{k}$ (de module k), se propageant dans l'air. $(O, \overrightarrow{u_x}, \overrightarrow{u_y}, \overrightarrow{u_z})$ est un repère local tel que $\overrightarrow{u_z}$ soit la direction de propagation. L'origine des phases est choisie arbitrairement. E_x est l'amplitude de la projection du champ électrique sur l'axe des x, E_{xm} son maximum, ϕ_x son déphasage à l'origine. E_y est l'amplitude de la projection du champ électrique sur l'axe des y, E_{ym} son maximum, ϕ_y son déphasage à l'origine. Le champ électrique s'écrit :

$$\overrightarrow{E}(z,t) = E_x\overrightarrow{u_x} + E_y\overrightarrow{u_y} \qquad \text{avec} \qquad \begin{cases} E_x(z,t) = E_{xm}\cos(\omega t - kz + \phi_x) \\ E_y(z,t) = E_{ym}\cos(\omega t - kz + \phi_y) \end{cases}$$

Si E_x et E_y ne sont pas ou peu corrélés, l'onde n'est pas ou partiellement polarisée ; s'ils sont complètement corrélés, l'onde est totalement polarisée. Par exemple, si $E_y \equiv 0$, l'onde est polarisée linéairement selon (Ox). Si E_{xm} et E_{ym} sont fixés, considérons l'évolution temporelle de $\overrightarrow{E}$ dans le plan $z = 0$ au cours de la propagation de l'onde.

$$\forall t > 0 \quad \overrightarrow{E}(0,t) = \begin{pmatrix} E_{xm}\cos(\omega t + \phi_x) \\ E_{ym}\cos(\omega t + \phi_y) \end{pmatrix}$$

Chacune des deux composantes orthogonales du champ électriques est une vibration sinusoïdale. L'extrémité de $\overrightarrow{E}$ décrit donc une des courbes observées par Lissajous en 1855. Elle est inscrite dans le rectangle centré en O de dimension $2E_{xm} \times 2E_{ym}$. Comme les deux composantes vibrent à la même fréquence, la trajectoire de l'extrémité de $\overrightarrow{E}$ est une ellipse. Le déphasage entre E_x et E_y est $\phi = \phi_y - \phi_x$; $\phi \in]-\pi, \pi]$. Sur la figure 2.34 cette ellipse est tracée pour $E_{xm} < E_{ym}$ et pour quelques valeurs de ϕ. Les termes « droite » et « gauche » sont employés pour indiquer le sens de parcours de l'ellipse. Si $E_{xm} = E_{ym}$ et $\phi = \frac{\pi}{2}$, alors la polarisation est circulaire droite.

L'ellipsométrie est la caractérisation de cette ellipse et de sa transformation lors du passage par un système optique. Notamment sa transformation lors de la réflexion sur une surface donne une information précise sur l'état de cette surface.

La représentation complexe de E_x est

$$E_x(z,t) = E_{xm}e^{i(\omega t - kz + \phi_x)}$$

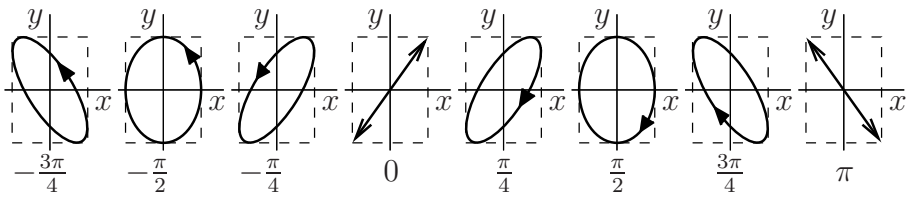


FIG. 2.34 – Ellipse de polarisation pour quelques valeurs de ϕ.

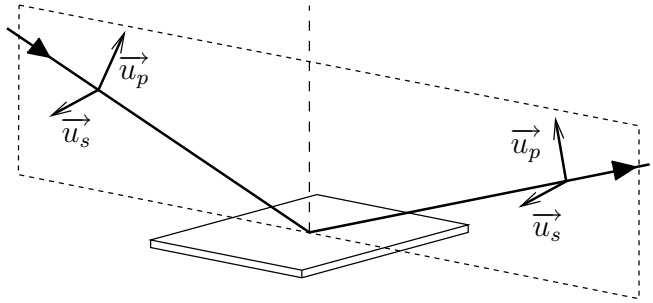


FIG. 2.35 – Schéma situant les polarisations p et s.

Bien souvent le couplage spatio-temporel n'est pas écrit et on se contente de l'amplitude complexe $E_{xm}e^{i\phi_x}$. Ainsi

$$\overrightarrow{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{xm}e^{i\phi_x} \\ E_{ym}e^{i\phi_y} \end{pmatrix}$$

L'ellipse de polarisation est complètement déterminée par l'amplitude relative et la phase relative d'une composante E_y par rapport à l'autre E_x. Sa forme peut être définie par l'état de polarisation χ :

$$\chi = \frac{E_y}{E_x} = \frac{E_{ym}}{E_{xm}}e^{i(\phi_y - \phi_x)}$$

C'est une quantité aisément accessible à la mesure. Son module traduit le format (*aspect ratio*) du rectangle dans lequel l'ellipse de polarisation est inscrite, c'est-à-dire le rapport des amplitudes maximales des projections du champ selon les axes transverses ; son argument traduit l'orientation et l'ellipticité de cette ellipse, c'est-à-dire le déphasage entre les projections du champ selon les axes transverses

Les angles ellipsométriques Ψ et Δ

Considérons la réflexion spéculaire sur une surface plane, figure 2.35. À incidence non nulle, la normale à la surface et le rayon incident définissent le plan d'incidence. Autour de l'onde incidente, on définit un repère local orthonormé $(O, \overrightarrow{u_p}, \overrightarrow{u_s}, \overrightarrow{u_z})$ tel que

- $\overrightarrow{u_z}$ est la direction de propagation ;
- $\overrightarrow{u_p}$ (p de l'allemand *parallel*, parallèle) est parallèle au plan d'incidence ;
- $\overrightarrow{u_s}$ (s de l'allemand *senkrecht*, perpendiculaire) est orthogonal au plan d'incidence.

Ce repère est tout à fait semblable au repère précédent $(O, \overrightarrow{u_x}, \overrightarrow{u_y}, \overrightarrow{u_z})$ et les coordonnées du champ électrique de l'onde incidente y sont :

$$\overrightarrow{E_i} = \begin{pmatrix} E_{pi} \\ E_{si} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{pmi} e^{i\phi_{pi}} \\ E_{smi} e^{i\phi_{si}} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \chi_i = \frac{E_{pi}}{E_{si}}$$

Autour de l'onde réfléchie dans la direction spéculaire on peut définir de la même façon un repère local dans lequel le champ électrique de l'onde réfléchie est :

$$\overrightarrow{E_r} = \begin{pmatrix} E_{pr} \\ E_{sr} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{pmr} e^{i\phi_{pr}} \\ E_{smr} e^{i\phi_{sr}} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \chi_r = \frac{E_{pr}}{E_{sr}}$$

La réflectance complexe ρ traduit le changement de la forme de l'ellipse de polarisation à la réflexion :

$$\rho = \frac{\chi_r}{\chi_i}$$

On introduit les angles ellipsométriques Ψ et Δ tels que

$$\rho = \tan \Psi \; e^{i\Delta}$$

L'angle Ψ traduit un changement du module de χ ; l'angle Δ traduit un changement de l'argument de χ. Ces deux angles sont de loin les plus largement utilisés en ellipsométrie.

Le coefficient de réflexion pour la polarisation p est $R_p = E_{pr}/E_{pi}$, celui pour la polarisation s est $R_s = E_{sr}/E_{si}$. On peut alors écrire :

$$\rho = \frac{R_p}{R_s}$$

Le vecteur de Stokes

Ni l'amplitude ni la phase d'une onde électromagnétique lumineuse ne sont directement accessibles à la mesure. Les détecteurs ne fonctionnent pas aux fréquences de l'optique et la grandeur mesurable est l'intensité. En 1852, Sir Georges Gabriel Stokes découvre que la polarisation peut être représentée par des observables. Sa description permet en outre de représenter la lumière non ou partiellement polarisée. Elle est largement utilisée depuis les années 1950. L'onde est représentée par un vecteur colonne à quatre éléments réels. Les crochets <> représentent la moyenne temporelle.

$$\overrightarrow{S} = \begin{pmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} < E_x^2 > + < E_y^2 > \\ < E_x^2 > - < E_y^2 > \\ 2 < E_x E_y \cos(\phi_y - \phi_x) > \\ 2 < E_x E_y \sin(\phi_y - \phi_x) > \end{pmatrix}$$

- S_0 représente l'intensité totale de l'onde ;
- S_1 la différence entre les intensités polarisées linéaires selon x et y ;
- S_2 la différence entre les intensités polarisées linéaires à + et - 45° de x ;
- S_3 la différence entre les intensités polarisées circulaires droite et gauche.

Ainsi, avec un photodétecteur, un polariseur linéaire, un circulaire droit et un circulaire gauche, on peut mesurer tous les éléments du vecteur de STOKES d'une onde.
Pour une lumière non polarisée d'intensité I_0,

$$\overrightarrow{S} = \begin{pmatrix} I_0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Le plus souvent l'intensité absolue de l'onde n'a pas d'importance et le vecteur de STOKES est normalisé par rapport à son premier élément. Voici quelques exemples de vecteurs de STOKES normalisés de lumières polarisées :

linéaire				circulaire	
selon x	selon y	à +45°	à -45°	droite	gauche
$\begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1 \\ -1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ -1 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ -1 \end{pmatrix}$

Pour une lumière polarisée, dans le cas général elliptique,

$$\overrightarrow{S} = \begin{pmatrix} E_{xm}^2 + E_{ym}^2 \\ E_{xm}^2 - E_{ym}^2 \\ 2E_{xm}E_{ym}\cos\phi \\ 2E_{xm}E_{ym}\sin\phi \end{pmatrix} \quad \text{donc} \quad S_0^2 = S_1^2 + S_2^2 + S_3^2$$

La définition du vecteur de STOKES impose :

$$S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 \leq S_0^2 \tag{2.2}$$

Le degré de polarisation de la lumière est défini par :

$$P = \frac{\sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2}}{S_0}, \qquad 0 \leq P \leq 1$$

Dans l'étude des structures photoniques naturelles, il n'a été jusqu'à maintenant que peu utilisé, mais il peut s'avérer judicieux ne serait-ce que pour prendre en compte le désordre. Un vecteur de STOKES quelconque peut être décomposé comme suit :

$$\overrightarrow{S} = (1-P)\begin{pmatrix} S_0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} + P\begin{pmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{pmatrix} \tag{2.3}$$

Le premier vecteur représente la lumière non polarisée, le second représente la lumière totalement polarisée.

La matrice de Mueller

Dans les années 1940, HansMUELLER introduit une matrice $\mathbf{M}$ de dimension 4×4 pour traduire l'effet d'un système optique sur la polarisation de la lumière. L'hypothèse est que chaque composante du vecteur de STOKES du faisceau émergent $\overrightarrow{S_e}$ peut être écrite comme une combinaison linéaire des composantes du vecteur de STOKES du faisceau incident $\overrightarrow{S_i}$.

$$\overrightarrow{S_e} = \mathbf{M} \cdot \overrightarrow{S_i} \tag{2.4}$$

En observant la matrice de MUELLER des transformations ellipsométriques les plus classiques (tableau 2.5), on peut comprendre la signification physique de quelques-uns de ses éléments. Par exemple, construisons la matrice de MUELLER d'un polariseur parfait à 45° de (Ox). Les colonnes de la matrice d'une application linéaire sont les vecteurs images des vecteurs de la base dans laquelle cette matrice est écrite. Si la lumière incidente est non polarisée, elle en émerge polarisée linéaire à 45° de x, donc la première colonne de la matrice est $\begin{pmatrix}1\\0\\1\\0\end{pmatrix}$. Si la lumière incidente est polarisée linéaire à 45° de x, elle en émerge inchangée, donc la troisième colonne de la matrice est identique à la première. Si la lumière incidente est polarisée linéaire selon x ou ciculaire droite, elle n'en émerge pas, donc la deuxième et la quatrième colonne de la matrice sont nulles.

$$\mathbf{M}_{\text{polariseur à } 45^\circ} = \frac{1}{2}\begin{pmatrix}1 & 0 & 1 & 0\\0 & 0 & 0 & 0\\1 & 0 & 1 & 0\\0 & 0 & 0 & 0\end{pmatrix}$$

Ainsi, pour un polariseur parfait à 45° de x, le coefficient M_{13} vaut 1.

Le plus souvent, les coefficients de la matrice de MUELLER sont tous divisés par M_{11}. Il s'agit d'une normalisation en intensité. M_{11} représente la réflectivité (ou la transmission) de l'échantillon en lumière dépolarisée.

La matrice de MUELLER peut représenter la transformation subie par l'ellipse de polarisation lors de la réflexion sur une surface ; elle donne alors accès à de l'information sur l'état de cette surface. L'identification de la transformation subie par la polarisation à la réflexion passe le plus souvent par le repérage de ses coefficients nuls et des symétries entre ses éléments non-nuls. Son intime relation avec le vecteur de STOKES fait qu'elle donne plus d'information que les traditionnels angles Δ et Ψ : elle informe en outre sur la dépolarisation subie par la lumière à la réflexion. La dépolarisation peut avoir diverses orgines ; comme la non-uniformité de l'épaisseur des couches dans le faisceau, de leur orientation ou de leur indice de réfraction. La condition de réalisabilité physique (équation 2.2) du vecteur de STOKES émergent $\overrightarrow{S_e}$ obtenu par la relation 2.4 implique une condition de réalisabilité physique de la matrice de MUELLER :

$$\sum_{(i,j)\in[1,4]^2} M_{ij}^2 \leq 4M_{11}^2 \tag{2.5}$$

grandeur modifée	effet	exemple de système
degré de polarisation	dépolarisation parfaite $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	
amplitude	dichroïsme $E_{xme} = p_x E_{xmi}$ et $E_{yme} = p_y E_{ymi}$ $\frac{1}{2}\begin{pmatrix} p_x^2 + p_y^2 & p_x^2 - p_y^2 & 0 & 0 \\ p_x^2 - p_y^2 & p_x^2 + p_y^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2p_x p_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2p_x p_y \end{pmatrix}$	densité $p_y = p_x$ $p^2\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ polariseur linéaire selon x $(p_x, p_y) = (1, 0)$ $\frac{1}{2}\begin{pmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
phase	birégringeance axe rapide x introduisant un déphasage ϕ $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \cos\phi & \sin\phi \\ 0 & 0 & -\sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix}$	lame demi-onde $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ lame quart d'onde $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$
orientation	rotation d'angle α $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos 2\alpha & \sin 2\alpha & 0 \\ 0 & -\sin 2\alpha & \cos 2\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	

TAB. 2.5 – Exemples de matrices de MUELLER

On a l'égalité pour un système non dépolarisant. Si cette condition n'était pas vérifiée, le système optique « surpolariserait » la lumière. On définit le pouvoir de dépolarisation de la matrice de Mueller par [40] :

$$P_D = 1 - \sqrt{\frac{\sum_{(i,j)\in[1,4]^2} M_{ij}^2 - M_{11}^2}{3M_{11}^2}}, \qquad 0 \leq P_D \leq 1 \tag{2.6}$$

La matrice de Mueller décrivant une réflexion dépolarisante peut alors être écrite :

$$\mathbf{M} = (1 - P_D) \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} + P_D \, \mathbf{M}_{\text{réflexion non dépolarisante}}$$

Considérons une réflexion sur une surface et la matrice qui la décrit. Quelles mesures réaliser pour déterminer par exemple l'élément M_{13} ? Vu sa position dans la matrice, il faut éclairer l'échantillon avec une lumière dont la troisième composante du vecteur de Stokes est non nulle. Prenons une lumière polarisée linéairement à +45° de l'axe x choisi pour la définition du vecteur de Stokes. Le changement de polarisation à la réflexion sur la surface s'écrit alors :

$$\begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} & M_{14} \\ M_{21} & M_{22} & M_{23} & M_{24} \\ M_{31} & M_{32} & M_{33} & M_{34} \\ M_{41} & M_{42} & M_{43} & M_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} M_{11} + M_{13} \\ M_{21} + M_{23} \\ M_{31} + M_{33} \\ M_{41} + M_{43} \end{pmatrix}$$

Une mesure de l'intensité totale de la lumière réfléchie donne $M_{11} + M_{13}$. On oriente le polariseur à -45° de l'axe x et on mesure $M_{11} - M_{13}$. La différence entre ces deux mesures donne M_{13}.

Sur le même principe, on trouvera dans l'article [41] la procédure à suivre pour mesurer chaque coefficient de la matrice de Mueller d'un échantillon. Pour chacun, il faut comme ici contrôler la polarisation incidente. On peut en outre modifer la polarisation émergente afin de faire remonter le coefficient qui nous intéresse à la première ligne du vecteur de Stokes et le rendre accessible à la mesure.

2.6.2 Polarimétrie spectrale

Le laboratoire d'optique appliquée du département de physique, chimie et biologie de l'université de Linköping en Suède possède un ellipsomètre à double compensateur tournant fabriqué par J.A. Woollam Co., Inc. représenté figure 2.36. Il s'agit d'un ellipsomètre spectroscopique à angle variable microscopique. Il permet la mesure spectrale des 16 éléments de la matrice de Mueller. La plage spectrale accessible est 245-1700 nm.

Une pompe à air maintient l'échantillon vertical, contre la platine porte-échantillon. On peut le translater dans son plan selon x et y et régler l'assiette de la platine. La lumière délivrée par la source est guidée jusqu'au bras d'illumination de l'ellipsomètre

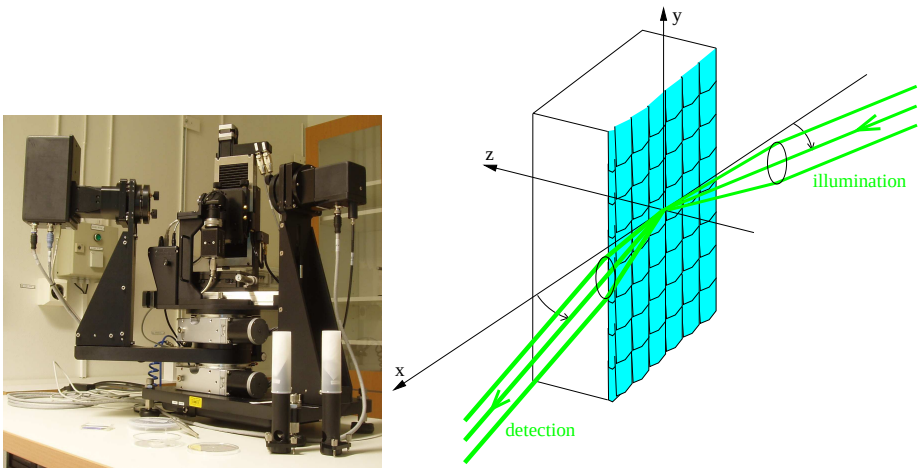


FIG. 2.36 – Ellipsomètre RC2 de J.A. Woollam Co., Inc., photographie et schéma du montage de *M. rhetenor*.

par une fibre optique. Sur celui-ci un système automatisé (polariseur linéaire et retardateur tournants) permet le contrôle de la polarisation incidente. Une lentille focalise le faisceau incident sur l'échantillon. La taille de la tache lumineuse est de l'ordre de 50 μm dans son plan focal, environ 100 μm sur l'échantillon selon l'incidence. On peut donc envisager de réaliser une mesure sur une écaille isolée de *M. rhetenor*. Deux goniomètres de précision motorisés orientent le porte-échantillon et le bras de détection ; la configuration est toujours spéculaire. Une caméra face à l'échantillon image la région éclairée avec un fort grandissement. Sur le bras de mesure, une lentille collimate la lumière et un système automatisé (polariseur linéaire et retardateur tournants) permet d'analyser la polarisation réfléchie. Un réseau décompose la lumière sur une barrette de détecteurs.

Avant chaque séance de mesures, il faut placer les bras d'illumination et de détection face à face et contrôler l'alignement des optiques. Les systèmes de polarisations réels ne sont pas parfaits et l'appareil fait une série d'acquisitions pour mesurer leurs défauts afin de s'en affranchir lors des mesures, c'est la calibration. Sur le porte-échantillon on place una galette de silicium de référence ; à incidence non-nulle l'appareil procède à une nouvelle calibration.

Répétabilité

Les mesures présentées en figure 2.37 ont été effectuées à différentes dates sur *M. rhetenor*. Pour toutes l'échantillon est un morceau d'aile fixé sur une lame de verre, l'apex est vers le sol, les stries sont orthogonales au plan d'incidence. Chaque jour l'échantillon est replacé sur la platine porte-échantillon si bien que ce ne sont pas toujours les mêmes écailles qui sont sondées. L'angle d'incidence est 75°. Pour relier la source à l'ellipsomètre, deux fibres optiques de diamètres de cœur différents sont disponibles. Quand on change de fibre, on reprend tous les alignements et calibrations. Pour ces mesures les deux fibres

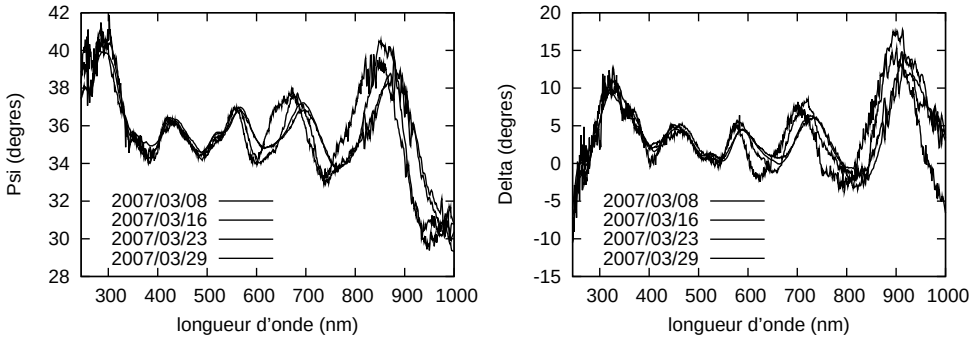


FIG. 2.37 – Mesures ellipsométriques sur *M. rhetenor* à différentes dates. L'incidence est 75°.

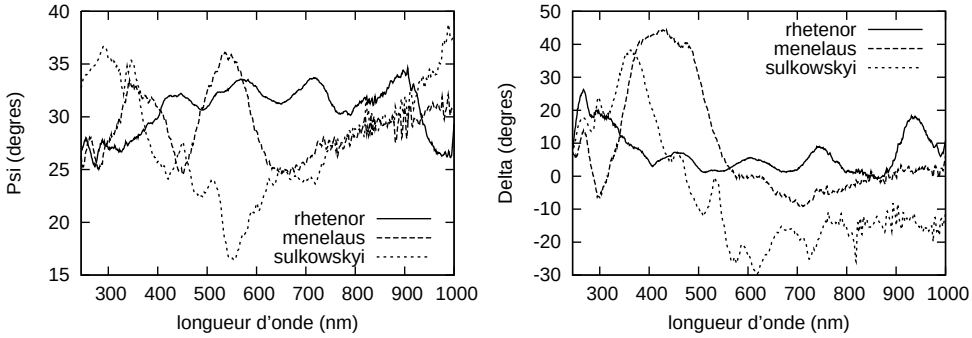


FIG. 2.38 – Mesures ellipsométriques sur *M. rhetenor*, *M. menelaus* et *M. sulkowskyi*. L'incidence est 70°.

ont été utilisées. Dans l'infrarouge, les spectres sont très bruités. Dans le visible on observe une bonne répétabilité des mesures, ce qui valide la possibilité de mesures avec cet appareil. La répétabilité a été également éprouvée sur *M. sulkowskyi*.

Un signal spécifique

Les mesures présentées en figure 2.38 ont été effectuées dans les mêmes conditions sur *M. rhetenor*, *M. menelaus* et *M. sulkowskyi*. L'architecture générale des structures photoniques de ces trois espèces est sensiblement la même ; leurs spectres de réflexion hémisphériques sont assez semblables. Pendant les mesures, l'apex est vers le sol, les stries sont orthogonales au plan d'incidence. L'angle d'incidence est 70°. On observe de nettes différences dans les spectres de polarisation des trois espèces. La polarisation pourrait donc être le vecteur d'un signal spécifique fort. L'information qui s'en dégage peut donc être considérée comme caractéristique des structures photoniques de l'espèce.

Mesure sur une seule écaille

La taille de la tache lumineuse sur l'échantillon est plus petite que la surface d'un écaille de *M. rhetenor*, il était donc tentant de réaliser une mesure sur une écaille isolée. Des tentatives ont été réalisées sur des écailles isolées sur l'aile, sur une lame de verre, sur du papier adhésif ou sur du papier carton noir, avec les stries parallèles ou perpendiculaires au plan d'incidence. L'intensité du faisceau est très faible, ce qui rend l'alignement très délicat. Si l'alignement est mal fait, c'est le support que l'on sonde et pas la structure photonique de l'écaille. La mesure serait peut-être réalisable avec un détecteur plus sensible.

La matrice de Mueller de *M. rhetenor*

Pour les mesures présentées en figure 2.39, un morceau d'aile de *M. rhetenor* est fixé sur une lame de verre, l'apex est vers le sol, les stries sont orthogonales au plan d'incidence. Pour chaque coefficient de la matrice, le spectre mesuré est tracé à la position de ce coefficient dans la matrice. Quelle que soit l'incidence, on peut relever les symétries et ordres de grandeurs suivants :

$$\begin{pmatrix} 1 & M_{12} & 0 & 0 \\ M_{12} & M_{22} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & M_{33} & M_{34} \\ 0 & 0 & -M_{34} & M_{33} \end{pmatrix}$$

Si bien que la matrice ne comporte que 4 coefficients non nuls.

Quand l'incidence est petite les variations spectrales sont bien visibles. Pour les longueurs d'onde supérieures à 600 nm, tous les coefficients sont presque nuls, donc la réflexion est essentiellement dépolarisante. On peut grossièrement approcher la matrice mesurée par

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.9 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -0.7 & -0.7 \\ 0 & 0 & 0.7 & -0.7 \end{pmatrix}$$

En consultant le tableau 2.5, cette matrice correspond à la traversée d'une lame de retard d'axe rapide x introduisant un retard de phase de $-3\pi/4$, que l'on pourrait appeler une lame « moins trois huitièmes d'onde ». Le pouvoir de dépolarisation mesuré est 13%.

Quand l'incidence est grande, on sent encore quelques variations avec la longueur d'onde, notamment pour M_{12} et M_{34}, mais dans l'ensemble les spectres sont assez plats. Quelle que soit la longueur d'onde, on peut grossièrement approcher la matrice par

$$\begin{pmatrix} 1 & -0.5 & 0 & 0 \\ -0.5 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0.85 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.85 \end{pmatrix}$$

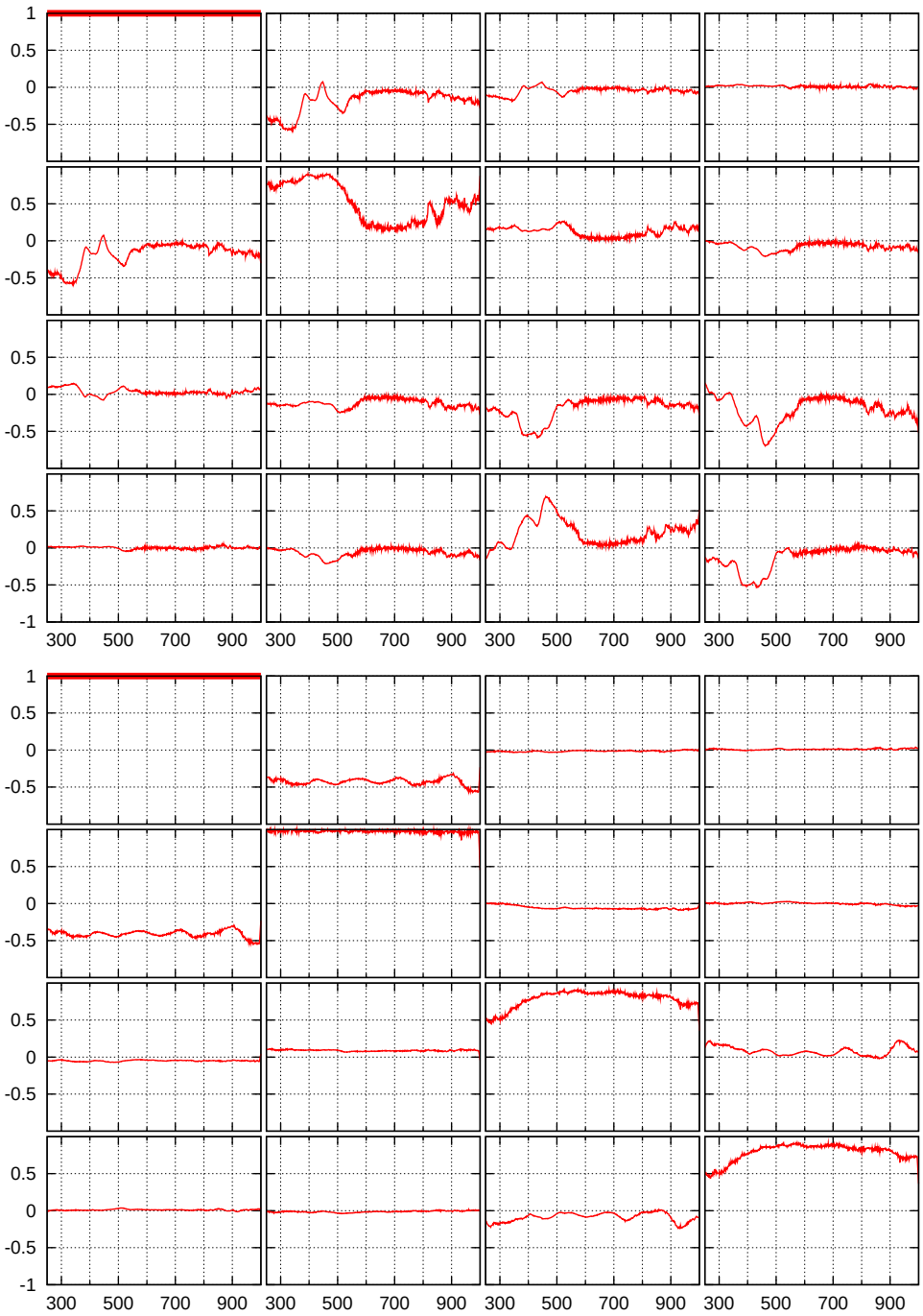


FIG. 2.39 – Matrices de MUELLER mesurées aux incidences 25° (en haut) et 70° (en bas)

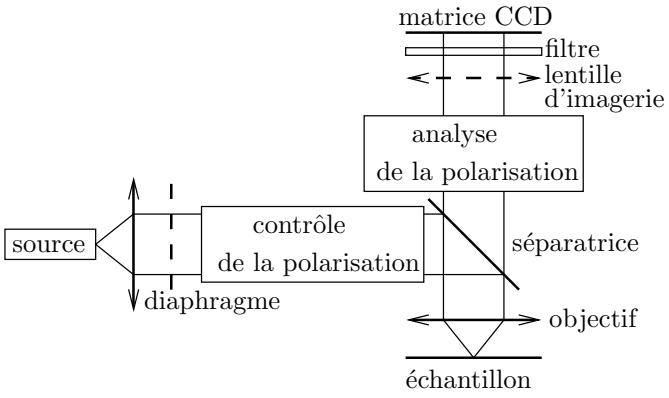


FIG. 2.40 – Schéma du montage de polarimétrie spatiale et angulaire

Il apparaît un dichroïsme, cette réflexion tend à polariser la lumière linéairement selon y. Le pouvoir de dépolarisation mesuré est 3%.

Pour les deux matrices interprétées ici, les directions x et y sont privilégiées, la surface est donc anisotrope, avec x et y comme directions privilégiées. Vu le montage de l'échantillon, les stries des écailles sont verticales, orthogonales au plan d'incidence et à l'axe x de l'appareil, parallèles à son axe y ; c'est sans doute cette anisotropie que l'on sent. Les pouvoirs de dépolarisation mesurés peuvent s'expliquer par le fait qu'ici l'aire sondée, l'incidence et l'émergence sont relativement bien définies.

2.6.3 Polarimétrie spatiale et angulaire

Au Laboratoire de Physique des Interfaces et Couches Minces (PICM) de l'École Polytechnique, l'équipe Polarimétrie et Application a développé un polarimètre de MUELLER [42], dont le principe est présenté en figure 2.40. Sur ce schéma les éléments en pointillés (diaphragme et lentille d'imagerie) sont amovibles. La source est une lampe halogène. Dans un plan conjugué du plan de FOURIER de l'objectif, un diaphragme de dimension et de position transverse réglables permet de choisir l'ouverture et la direction (angles polaire θ et azimutal ϕ) du faisceau incident. Le dispositif de contrôle de la polarisation incidente est composé d'un polariseur linéaire et de deux retardateurs à cristaux liquides. L'objectif de microscope focalise le faisceau incident sur l'échantillon et collecte la lumière réfléchie. Le dispositif d'analyse de la polarisation réfléchie est le symétrique de celui de contrôle de la polarisation incidente. En « mode angulaire », la lentille d'imagerie est sortie du trajet de la lumière et le plan de FOURIER de l'objectif est imagé sur la matrice de détecteurs, si bien que chaque point de la matrice collecte la lumière réfléchie dans une direction d'émergence (θ, ϕ) par l'échantillon. La position d'un détecteur de la matrice est repérée par ses coordonnées polaires, la coordonnée radiale est $\sin(\theta)$ et la coordonnée angulaire est ϕ. En mode « spatial », la lentille d'imagerie est insérée sur le trajet de la lumière et conjugue la matrice de détecteurs à l'échantillon. La sélection spectrale est faite par un filtre interférentiel placé juste devant la matrice. Les mesures sur *M. rhetenor* sont réalisées à incidence normale ($\theta = 0° \pm 5°$), à la lon-

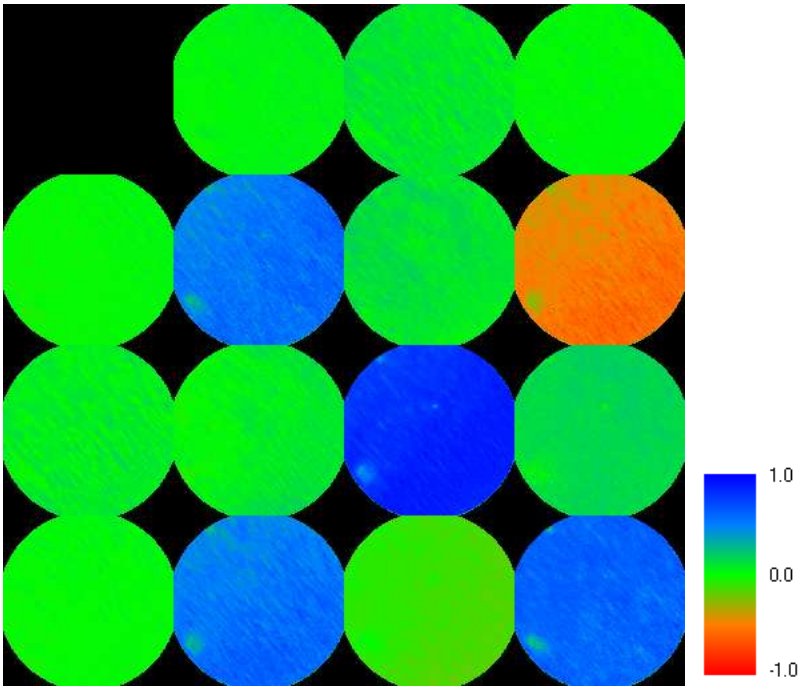


FIG. 2.41 – Matrice de MUELLER mesurée en « mode spatial »

gueur d'onde 454 nm. Le grandissement de l'objectif est 100 si bien que la surface de l'échantillon éclairée est plus petite qu'une écaille, son ouverture numérique est 0,95. Ici encore la matrice est normalisée : tous ses éléments sont divisés par M_{11}. En figures 2.41 et 2.42, les axes utilisés pour la définition des vecteurs de STOKES sont les axes horizontal et vertical.

En figure 2.41, on peut voir les stries, qui sont à 45° des axes de définition des vecteurs de STOKES. La matrice de MUELLER ne présente pas de variation spatiale notable. On peut grossièrement l'approcher par

$$\mathbf{M}_{\text{mesurée}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.6 & 0 & -0.6 \\ 0 & 0 & 0.8 & 0 \\ 0 & 0.6 & 0 & 0.6 \end{pmatrix}$$

Le pouvoir de dépolarisation de cette matrice est 17 %, il n'est probablement pas lié au désordre de la structure puisqu'on sonde une surface plus petite qu'une écaille, où les stries sont assez ordonnées ; la dépolarisation mesurée ici est sans doute plus liée à la grande ouverture du faisceau de mesure. Puisque les stries sont à 45° des axes de référence, il est tentant de considérer cette matrice comme celle d'un système optique tourné à 45° des axes de références et calculer la matrice de ce système dans ses axes propres. Il s'agit donc de « tourner la matrice mesurée de -45° » en écrivant le changement

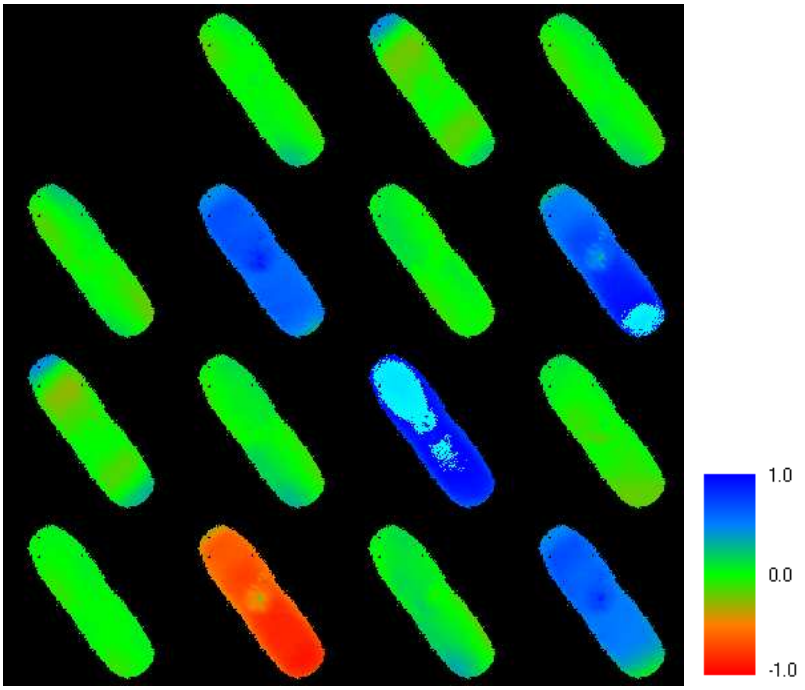


FIG. 2.42 – Matrice de MUELLER mesurée en « mode angulaire »

de base :

$$\mathbf{M}_{\text{axes propres}} = R_{+45}\mathbf{M}_{\text{mesurée}}R_{-45}$$

Du tableau 2.5 on peut aisément déduire les matrices de rotation de $\pm 45°$ et calculer :

$$\mathbf{M}_{\text{axes propres}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.8 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0.6 & 0.6 \\ 0 & 0 & -0.6 & 0.6 \end{pmatrix}$$

Vu la précision des mesures, les symétries et les valeurs de cette matrice correspondent tout à fait à la mesure en ellipsométrie spectrale prise vers 470 nm à une incidence 25°. Cette matrice correspond à la traversée d'une lame de retard d'axe rapide x introduisant un retard de phase de $\pi/4$, que l'on pourrait appeler une lame « huitième d'onde ». En ellipsométrie spectrale on a trouvé la même valeur pour la phase introduite modulo π. Ce déphasage de π est fort probablement artificiel, lié aux orientations des repères de chaque instrument et à leurs calibrations. Les deux mesures sont donc cohérentes. D'autant plus que l'angle entre les axes de références et les stries est grossièrement évalué à 45°, il n'est pas mesuré.

En figure 2.42, seuls sont représentés les points du champ en lesquels suffisamment de lumière est détectée pour pouvoir interpréter la matrice. Les points en bleu ciel sont ceux pour lesquels la valeur obtenue du coefficient de la matrice de MUELLER a sa norme supérieure à 1, soit que le détecteur a été saturé, soit que cette anomalie est apparue

après le calcul du coefficient. Les mesures en mode « spatial » et en mode « angulaire » n'ont pas été réalisées le même jour, entre les deux les stries ont été tournées de 90°. La lumière est diffractée dans le plan orthogonal aux stries (diffraction classique par un réseau). Trois ordres semblent se dégager, avec des efficacités différentes dans les ordres -1 et 1. Cette asymétrie peut s'expliquer par l'asymétrie de la structure interne de chaque strie, mais aussi par l'imprécision des alignements lors de la mesure, en particulier le plan moyen des structures photoniques n'est sans doute pas rigoureusement confondu avec le plan focal de l'objectif, donc l'incidence n'est probablement pas rigoureusement centrée autour de la normale à l'échantillon.

Au centre de l'image, où l'angle d'émergence θ est faible, on peut approcher la matrice de MUELLER par

$$\mathbf{M}_{\text{mesurée}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.7 & 0 & 0.7 \\ 0 & 0 & 0.9 & 0 \\ 0 & -0.7 & 0 & 0.7 \end{pmatrix}$$

Si encore une fois on observe cette matrice dans des axes que l'on suppose être ses axes propres, à 45° des axes de référence :

$$\mathbf{M}_{\text{axes propres}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.9 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0.7 & -0.7 \\ 0 & 0 & 0.7 & 0.7 \end{pmatrix}$$

On reconnaît la matrice d'un retardateur d'axe rapide x introduisant un retard de phase de $-\pi/4$. Il n'est pas rare qu'après différentes calibrations on mesure des déphasages opposés, si bien que ce résultat est cohérent avec celui mesuré en mode spatial. Le pouvoir de dépolarisation de cette matrice est 4 %. Ici les directions d'incidence et d'émergence sont bien définies. Les contributions des différents points du champ sont mêlées, mais ce champ est bien plus petit qu'une écaille si bien que l'on n'y trouve que peu de désordre.

Un effet plus surprenant est le suivant. Toujours dans le plan orthogonal aux stries, $M_{13\text{mesuré}}$ et $M_{31\text{mesuré}}$ ne sont pas tout à fait nuls. Ils sont représentés en figure 2.43 avec une échelle adaptée. Quand l'angle d'émergence θ varie, ils varient rapidement ; ils changent de signe en $\theta \simeq 45°$. Les réseaux artificiels à profil en créneau ne présentent pas cette caractéristique. En partie 2.6.1 nous avons vu que ces coefficients sont non nuls pour un polariseur linéaire orienté à 45° des axes de références. Nous avons vu que la mesure de M_{13} passe par la mesure de l'intensité totale réfléchie quand la lumière incidente est polarisée linéairement à + et $-45°$ des axes de référence. Vu le montage utilisé ici, il s'agit donc de mesures des intensités réfléchies quand le champ électrique incident est polarisé linéairement parallèlement et orthogonalement aux stries. En effectuant une nouvelle fois le changement de base, on trouve d'ailleurs $M_{13\text{mesuré}} = M_{12\text{axes propres}}$. Il s'agit donc bien de polariser la lumière linéairement selon x. Nous verrons que la variation de ce coefficient est mesurable sur *M. rhetenor* dans un autre montage et qu'il faut introduire dans les simulations la structure fine des stries pour la comprendre.

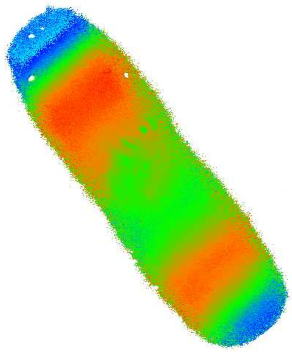


FIG. 2.43 – Élément $M_{13\text{mesuré}}$ sur une échelle -0.3 .. 0.3

2.6.4 Mesure au goniospectrophotomètre

Les mesures polarimétriques angulaires ont montré une variation inattendue des coefficients M_{12} et M_{21} de la matrice de MUELLER angulaire de la diffraction sur *M. rhetenor* 2.6.3, exprimée dans ses axes propres. La mesure de ces coefficients ne demande qu'un polariseur et est tout à fait envisageable avec le goniospectrophotomètre de l'INSP.

L'utilisation d'un polariseur sur le bras d'illumination implique de ne pas perdre de signal par ailleurs ; on utilise donc la lampe halogène de la puissante source Micropack et un diaphragme de diamètre 3 mm en illumination. La détection, comme d'habitude, n'est ni diaphragmée ni polarisée. L'échantillon est un morceau d'aile de *M. rhetenor*. Il est monté sur un morceau de carton noir, de façon à être le plus plat possible. D'abord on place un miroir (galette de silicium) sur le porte-échantillon, on observe le signal détecté dans la direction spéculaire et on règle l'assiette pour maximiser ce signal. Ainsi le porte-échantillon est horizontal. En spéculaire à 76°, on oriente le polariseur pour maximiser le signal, il est ainsi en position p. On place alors l'échantillon, en montage « classique » : les stries sont parallèles à l'axe (Oy) de l'appareil, orthogonales à ce que serait le plan d'incidence si l'incidence n'était pas nulle. Pour cela, l'apex pointe vers l'utilisateur et on tourne l'échantillon autour de la verticale de façon à maximiser le signal mesuré en spéculaire. Ainsi quand le polariseur est en position P, le champ électrique est orthogonal aux stries. On mesure le flux pour $\phi = 0$, $\lambda \in \{435, 450, 500\}$ nm et θ varie de 30° à 90° par pas de 1°. θ ne peut pas valoir moins de 30° à cause du risque de collision avec le bras d'illumination. Ensuite on replace le miroir de silicium pour orienter le polariseur en position s et on recommence la mesure.

Le flux incident est mesuré en plaçant les fibres face à face avec une densité entre elles et la loi de normalisation est :

$$R = \frac{S_{\text{échantillon}}}{S_{\text{incident}}} = \frac{S_{\text{échantillon}} T_{\text{densité}}}{S_{\text{face à face}}} \quad \text{puis} \quad M_{12} = \frac{R_s - R_p}{2}$$

Sur la figure 2.44, à 450 nm M_{12} change de signe à 45°. Pour toutes les longueurs d'onde de mesure l'allure du profil est le même, mais c'est à 450 nm que l'amplitude

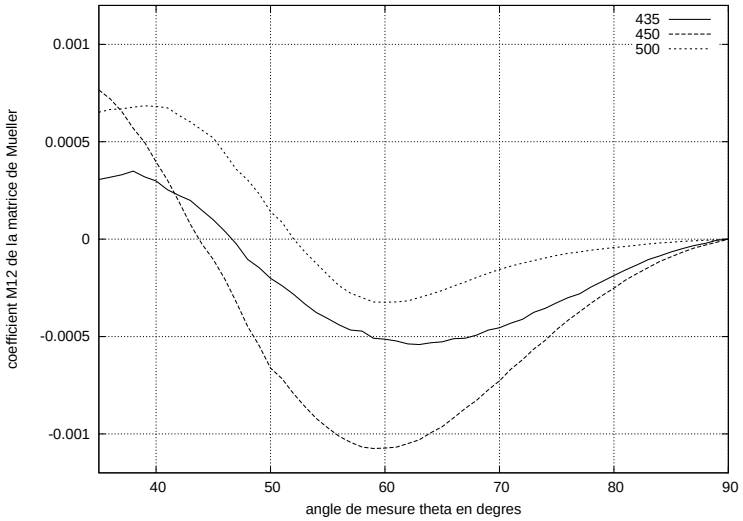


FIG. 2.44 – Mesure au goniospectrophotomètre de la variation de M_{12} avec l'angle d'émergence θ

est la plus grande. Par contre M_{12} ne varie pas de -0.3 à 0.3. Cette mesure confirme les résultats obtenus en polarimétrie angulaire qualitativement et spatialement mais pas en amplitude.

Conclusion

Via l'utilisation d'instruments variés, nous avons exploré les propriétés optiques de la structure photonique de *M. rhetenor*. Les spectres de réflexion hémisphériques et spéculaires peuvent être considérés comme ceux d'un multicouche où la lumière interfère dans les lamelles des stries. La répartition spatiale de la lumière réfléchie correspond à celle d'un réseau de diffraction optique. Les mesures de polarimétrie confirment l'anisotropie du matériau et révèlent des propriétés inattendues comme le changement de la polarisation avec l'angle d'émergence. Dans toutes les mesures, le désordre structurel est sensible ; les simulations montreront comment il contribue à la construction de ces effets optiques.

Deuxième partie

Modélisation

De nombreux modèles ont été proposés pour simuler l'interaction de la lumière et de la structure photonique de *M. rhetenor*. En 2001, Gralak [43] utilise une méthode modale, pensée pour simuler les réseaux, pour retrouver les résultats des mesures de Vukusic [33]. C'est une telle méthode que nous avons principalement utilisée. Plus récemment, Banerjee [22] utilise la méthode des différences finies dans le domaine temporel (*Finite-DifferenceTime-Domain, FDTD*) pour retrouver les résultats des mesures de Kinoshita sur *M. sulkowskyi* [44]. Ici, nous utilisons les éléments finis pour simuler le comportement d'une structure aussi proche que possible de la structure réelle. Les méthodes FDTD et éléments finis présentent en effet l'avantage de permettre de décrire précisément la géométrie à simuler. Elles sont donc particulièrement attrayantes pour les structures photoniques naturelles. Nous présentons aussi le calcul de la diffraction par la structure photonique de *M. rhetenor* dans le cadre de l'approximation de Born. Celle-ci facilite l'introduction de désordre.

Chapitre 3

Étude multi-échelle par la méthode RCWA

En première approximation, on peut considérer l'aile d'un *M. rhetenor* comme un ensemble de réseaux plus ou moins réguliers.

3.1 Principe de la méthode RCWA

Diverses méthodes de résolution ont été proposées pour le problème de la diffraction de la lumière par un réseau [38]. En 1995 Moharam et al. formulent, pour les réseaux diélectriques, la méthode *Rigorous Coupled-Wave Analysis* (RCWA) [45], comme suit.

En dehors du réseau, le champ électrique est la superposition des ondes planes incidente et diffractées ; le champ magnétique en est déduit via l'équation de Maxwell-Faraday. Dans la région du réseau, la permittivité relative et les champs tangentiels sont décomposés en séries de Fourier, en prenant en compte n harmoniques. Ainsi, la résolution des équations de Maxwell-Ampère et de Maxwell-Faraday se ramène à un problème d'algèbre linéaire, la recherche des valeurs propres d'une matrice dans un espace de dimension n. Puis la continuité des champs tangentiels en $z = 0$ et $z = d$ permet de déterminer les amplitudes des champs réfléchis et transmis dans chaque ordre.

Cette méthode est compatible avec le formalisme des matrices de transmittance et on peut traduire la continuité des champs tangentiels aux interfaces dans un empilement de couches-réseaux [46]. L'amélioration de la stabilité numérique des implémentations de la RCWA requiert la modification de quelques étapes du calcul. C'est surtout le cas quand l'onde incidente est polarisée transverse magnétique ou quand le plan d'incidence n'est pas orthogonal aux stries (montage « conique ») [47].

Nous utilisons le programme *Reticolo software for grating analysis* (2005), que nous ont aimablement fourni J.P. Hugonin et P. Lalanne de l'Institut d'Optique, alors à Orsay.

Le principe de la méthode RCWA est détaillé ici pour le montage « classique » de la figure 3.1. Le plan d'incidence est orthogonal aux stries et la polarisation est transverse

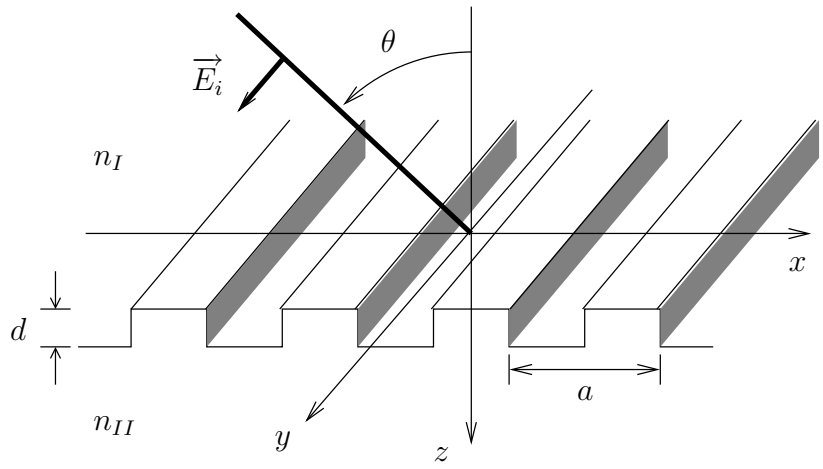


FIG. 3.1 – Schéma du montage pour lequel le principe de la méthode RCWA est présenté

électrique (TE), *i.e.* le champ électrique est orthogonal au plan d'incidence. Cette partie est largement inspirée de l'article [45].

Soit un réseau de période a selon x, infini et uniforme selon y et de profondeur d selon z. Dans le réseau, la permittivité relative périodique est décomposée en série de FOURIER :

$$\forall (x,y,z) \in \mathbb{R}\times\mathbb{R}\times]0,d[,\ \epsilon(x,y,z) = \sum_{h\in\mathbb{Z}} \epsilon_h e^{j\frac{2\pi h}{a}x}$$

L'indice de réfraction de la région au dessus du réseau est n_I. L'indice de réfraction de la région en dessous du réseau est n_{II}. Le vecteur d'onde du champ incident est noté $\overrightarrow{k}_i$.

$$\overrightarrow{k_i} = k_0 n_I \begin{pmatrix} \sin\theta \\ 0 \\ \cos\theta \end{pmatrix} \text{ avec } k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$$

λ est la longueur d'onde de l'onde incidente dans le vide. Le champ incident $\overrightarrow{E_i}$ est polarisé linéairement selon y, il est normalisé.

$$\overrightarrow{E_i}(\overrightarrow{r}) = e^{-j\overrightarrow{k_i}.\overrightarrow{r}}\overrightarrow{u_y}$$

Le vecteur d'onde de l'onde diffractée d'ordre p est noté $\overrightarrow{k_{\ell,p}}$, avec $\ell = I$ si l'onde est réfléchie, $\ell = II$ si elle est transmise. Les vecteurs d'ondes incident et diffractés sont liés par :

$$\begin{cases} \text{périodicité de l'objet selon } x : & k_{\ell,px} = k_{ix} + p\frac{2\pi}{a} \\ \text{symétrie de translation de l'objet selon } y : & k_{\ell,py} = k_{iy} \\ \text{si} \sqrt{k_{px}^2 + k_{py}^2} < k_0 n_\ell, \text{ alors :} & k_{\ell,pz} = \sqrt{(k_0 n_\ell)^2 - k_{px}^2 - k_{py}^2} \\ \text{si} \sqrt{k_{px}^2 + k_{py}^2} > k_0 n_\ell, \text{ alors :} & k_{\ell,pz} = -j\sqrt{k_{px}^2 + k_{py}^2 - (k_0 n_\ell)^2} \end{cases} \quad (3.1)$$

En dehors du réseau, le champ électrique est la superposition des ondes planes incidente et diffractées.

$$\begin{aligned}\overrightarrow{E_I}(x,y,z) &= \overrightarrow{E_i}(x,y,z) + \sum_p \overrightarrow{R_p} e^{-j(k_{px}x - k_{I,pz}z)} \\ \overrightarrow{E_{II}}(x,y,z) &= \sum_p \overrightarrow{T_p} e^{-j(k_{px}x + k_{II,pz}(z-d))}\end{aligned}$$

$\overrightarrow{R_p}$ est le vecteur de l'amplitude du champ électrique de l'onde diffractée réfléchie d'ordre p ; $\overrightarrow{T_p}$ est le vecteur de l'amplitude du champ électrique de l'onde diffractée transmise d'ordre p.
Dans le réseau, les champs tangentiels sont décomposés en séries de Fourier :

$$\begin{aligned}\forall (x,y,z) \in \mathbb{R}\times\mathbb{R}\times]0,d[,\ E_y(x,y,z) &= \sum_p S_{yp}(z) e^{-jk_{px}x} \\ \forall (x,y,z) \in \mathbb{R}\times\mathbb{R}\times]0,d[,\ H_x(x,y,z) &= -j\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \sum_p U_{xp}(z) e^{-jk_{px}x}\end{aligned}$$

ϵ_0 est la permittivité du vide, μ_0 est la perméabilité du vide.
Dans le réseau, on projette l'équation de Maxwell-Faraday selon x :

$$\overrightarrow{\mathrm{rot}}\,\overrightarrow{E} = -\frac{\partial \overrightarrow{B}}{\partial t} \text{ donc } \frac{\partial E_y}{\partial z} = j\omega\mu_0 H_x$$

On y substitue aux champs leurs décompositions en séries de Fourier :

$$\forall p \in \mathbb{Z},\ \frac{\partial S_{yp}}{\partial z} = k_0 U_{xp} \tag{MF.x}$$

Dans le réseau, on projette l'équation de Maxwell-Ampère selon y :

$$\overrightarrow{\mathrm{rot}}\,\overrightarrow{H} = \frac{\partial \overrightarrow{D}}{\partial t} \text{ donc } \frac{\partial H_x}{\partial z} - \frac{\partial H_z}{\partial x} = j\omega\epsilon_0\epsilon E_y$$

L'équation de Maxwell-Faraday projetée selon z donne :

$$\frac{\partial H_z}{\partial x} = -\frac{1}{j\omega\mu_0}\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2}$$

Si bien que :

$$\frac{\partial H_x}{\partial z} = j\omega\epsilon_0\epsilon E_y - \frac{1}{j\omega\mu_0}\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2}$$

On substitue aux champs et à la permittivité leurs décompositions en séries de Fourier :

$$\begin{aligned}\forall (x,y,z) \in \mathbb{R}\times\mathbb{R}\times]0,d[,\\ -j\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} \sum_p \frac{\partial U_{xp}}{\partial z}(z) e^{-jk_{px}x} = j\omega\epsilon_0 \left(\sum_h \epsilon_h e^{j\frac{2\pi h}{a}x}\right)\left(\sum_q S_{yq}(z) e^{-jk_{qx}x}\right) \\ - \frac{1}{j\omega\mu_0}\sum_p S_{yp}(z)(-k_{px}^2) e^{-jk_{px}x}\end{aligned} \tag{3.2}$$

$$\left(\sum_h \epsilon_h e^{j\frac{2\pi h}{a}x}\right)\left(\sum_q S_{yq}(z)e^{-jk_{qx}x}\right) = \sum_h \sum_q \epsilon_h S_{yq}(z)e^{j(k_{qx}-\frac{2\pi h}{a})x}$$

En supposant l'équation 3.1 vraie dans le réseau,

$$\forall (q,h) \in \mathbb{Z}^2,\ k_{qx} - \frac{2\pi h}{a} = k_{ix} + (q-h)\frac{2\pi}{a} = k_{(q-h)x}$$

On pose $p = q - h$

$$\left(\sum_h \epsilon_h e^{j\frac{2\pi h}{a}x}\right)\left(\sum_q S_{yq}(z)e^{-jk_{qx}x}\right) = \sum_p \sum_q \epsilon_{q-p} S_{yq}(z)e^{-jk_{px}x}$$

On déduit alors de l'équation 3.2 :

$$\forall p \in \mathbb{Z},\ \frac{\partial U_{xp}}{\partial z} = -k_0 \sum_q \epsilon_{q-p} S_{yq} + \left(\frac{k_{xp}^2}{k_0}\right) S_{yp} \qquad \text{(MA.y)}$$

Dans les équations MF.x et MA.y, on procède au changement de variable $z' = k_0 z$.

$$\begin{aligned} \forall p \in \mathbb{Z},\ \frac{\partial S_{yp}}{\partial z'} &= U_{xp} \\ \text{et } \frac{\partial U_{xp}}{\partial z'} &= \left(\frac{k_{xp}}{k_0}\right)^2 S_{yp} - \sum_q \epsilon_{q-p} S_{yq} \end{aligned} \qquad (3.3)$$

Soit n le nombre d'harmoniques prises en compte dans les décompositions en séries de Fourier. On pose :

$$\mathbf{S_y} = \begin{pmatrix} S_{y1} \\ \vdots \\ S_{yn} \end{pmatrix} \qquad \mathbf{U_x} = \begin{pmatrix} U_{x1} \\ \vdots \\ U_{xn} \end{pmatrix}$$

$$\mathbf{K_x} = \begin{pmatrix} \frac{k_{1x}}{k_0} & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \frac{k_{2x}}{k_0} & \ddots & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & 0 & \frac{k_{nx}}{k_0} \end{pmatrix} \qquad \mathbf{E} = \begin{pmatrix} \epsilon_0 & \cdots & \epsilon_{q-1} & \cdots & \epsilon_{n-1} \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \epsilon_{1-p} & \cdots & \epsilon_{q-p} & \cdots & \epsilon_{n-p} \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \epsilon_{1-n} & \cdots & \epsilon_{q-n} & \cdots & \epsilon_0 \end{pmatrix}$$

Le système d'équations 3.3 s'écrit alors :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial \mathbf{S_y}}{\partial z'} = \mathbf{U_x} \\ \dfrac{\partial \mathbf{U_x}}{\partial z'} = \left(\mathbf{K_x}^2 - \mathbf{E}\right)\mathbf{S_y} \end{cases}$$

On pose $\mathbf{A} = \mathbf{K_x}^2 - \mathbf{E}$ et on réduit à :

$$\frac{\partial^2 \mathbf{S_y}}{\partial z'^2} = \mathbf{A}\,\mathbf{S_y}$$

Ainsi, les équations de Maxwell-Ampère et de Maxwell-Faraday s'écrivent comme un système de n équations différentielles linéaires d'ordre 2 à coefficients constants.

$$\begin{aligned}
&\text{On introduit les vecteurs propres de } \mathbf{A} : && \forall p \in [1,n], \mathbf{W_p} = \begin{pmatrix} w_{1p} \\ \vdots \\ w_{np} \end{pmatrix} \\
&\text{et les valeurs propres associées :} && \forall p \in [1,n],\ \mathbf{A}\mathbf{W_p} = \nu_p^2 \mathbf{W_p}
\end{aligned}$$

Dans la base des vecteurs propres de $\mathbf{A}$:

$$\frac{\partial^2 \mathbf{S_y}}{\partial z'^2} = \begin{pmatrix} \nu_1^2 & & 0 \\ & \ddots & \\ 0 & & \nu_n^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_{y1} \\ \vdots \\ S_{yn} \end{pmatrix}$$

$$\forall m \in [1;n],\ \frac{\partial^2 S_{ym}}{\partial z'^2} = \nu_m^2\, S_{ym}$$

donc

$$\begin{aligned}
\forall m \in [1;n],\ \exists (c_m^+, c_m^-) \in \mathbb{R}^2 \,/\, \forall z' \in]0, k_0 d[,\ S_{ym}(z') &= c_m^+ e^{-\nu_m z'} + c_m^- e^{\nu_m (z' - k_0 d)} \\
U_{xm}(z') &= \nu_m(-c_m^+ e^{-\nu_m z'} + c_m^- e^{\nu_m (z' - k_0 d)})
\end{aligned}$$

On revient dans la base d'origine et à la variable z :

$$\begin{aligned}
\forall p \in [1,n],\ \forall z \in]0,d[,\ S_{yp}(z) &= \sum_{m=1}^{n} w_{pm}(c_m^+ e^{-\nu_m k_0 z} + c_m^- e^{\nu_m k_0 (z-d)}) \\
U_{xp}(z) &= \sum_{m=1}^{n} w_{pm}\nu_m(-c_m^+ e^{-\nu_m k_0 z} + c_m^- e^{\nu_m k_0 (z-d)})
\end{aligned}$$

Restent à déterminer les R_p, T_p, c_m^+ et c_m^-, soient $4n$ inconnues. La continuité des champs tangentiels aux interfaces du réseau fournit les équations nécessaires à leur détermination :

$$\begin{aligned}
&E_y \text{ est continu en } z = 0 : && \forall p \in \mathbb{Z},\ S_{yp}(0) = \delta_{0p} + R_p \\
&H_x \text{ est continu en } z = 0 : && \forall p \in \mathbb{Z},\ U_{xp}(0) = j\left(\frac{k_{II,pz}}{k_0} R_p - \delta_{p0}\, n_I \cos\theta\right) \\
&E_y \text{ est continu en } z = d : && \forall p \in \mathbb{Z},\ S_{yp}(d) = T_p \\
&H_x \text{ est continu en } z = d : && \forall p \in \mathbb{Z},\ U_{xp}(d) = -j\frac{k_{II,pz}}{k_0} T_p
\end{aligned}$$

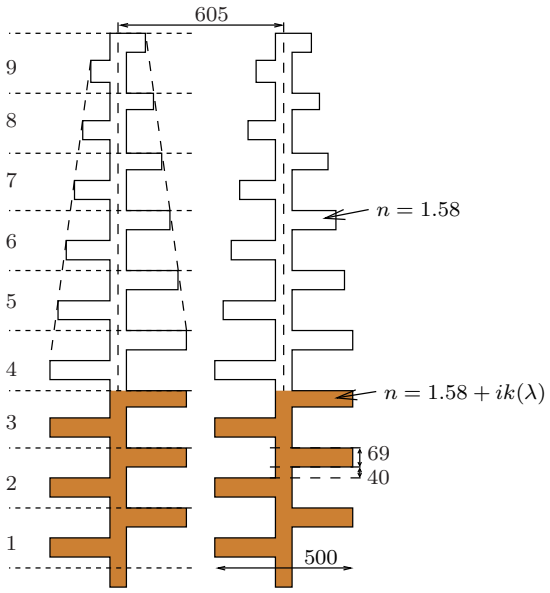


FIG. 3.2 – Modèle pour la structure photonique de *M. rhetenor* ; les longueurs sont en nanomètres.

où δ désigne le symbole de KRONECKER :

$$\delta_{0p} = \begin{cases} 1 & \text{si } \ p = 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}$$

On peut utiliser la même démarche quand le plan d'incidence n'est pas orthogonal aux stries ou quand le champ électrique n'est pas orthogonal au plan d'incidence. Il est possible d'introduire une périodicité selon y pour traiter le cas d'un réseau à deux dimensions.

Des simulations ont été réalisées sur un modèle représentant la structure photonique de *M. rhetenor* pour reproduire les résultats de mesures. Ensuite ces simulations ont été reprises en introduisant le désordre dans chaque écaille et le désordre entre écailles.

3.2 Modèles

Le modèle pour représenter la structure est construit d'après les observations de la morphologie de la structure réelle. Afin d'utiliser la méthode RCWA, ce modèle est un empilement de réseaux. Il est représenté en figure 3.2. Les couches superficielles sont constituées de chitine pure. Actuellement la communauté scientifique ne ressent pas le besoin de prendre en compte sa dispersion. L'absorption est localisée dans les couches les plus profondes et son spectre est celui de la phéomélanine incluse dans la chitine, comme sur la figure 1.21. Tant que l'on n'introduit pas le désordre, pour chaque mesure effectuée

sur un morceau d'aile, on imagine que la même mesure, dans les mêmes conditions, est réalisée sur la structure photonique parfaite.

Une écaille et la structure photonique qu'elle porte peuvent être considérées comme plates. Dans l'écaille, nous ne considérons donc que le désordre dans la structure photonique. Le parallélisme entre stries est bon ; le défaut de parallélisme entre écailles, plus important, se traduit par le même changement de coordonnées dans les simulations. Les écarts relatifs les plus importants sont observés pour l'épaisseur d'une lamelle et la distance entre stries.

grandeur mesurée	valeur moyenne	écart-type	unité
distance entre les stries	605	111	nm
épaisseur d'une lamelle	69	17	nm

Il ne faut pas oublier que ces écart-types peuvent être surestimés à cause des angles d'observation au microscope électronique à balayage.

D'après la mesure de spectres en réflexion au microspectrophotomètre, le désordre entre écailles ne modifie pas l'impression colorée. D'après la caractérisation morphologique du papillon, il s'agit essentiellement d'un désordre d'orientation. Les écailles sont encore considérées comme plates.

angle (en degrés)	axe de rotation	valeur moyenne	écart type
entre les axes base-apex des écailles	normale à l'écaille	0	6
entre le plan de l'écaille et le plan moyen de l'aile	axe base-apex de l'écaille	6	inconnu

L'angle entre le plan moyen de l'écaille et le plan moyen de l'aile est lié au chevauchement d'une écaille par sa voisine.

3.3 Résultats

3.3.1 Spectres de réflexion hémisphérique

Les spectres de réflexion hémisphérique ont été mesurés dans le spectrophotomètre à sphère intégrante sous différentes incidences et polarisations (figure 2.1, page 41).
Quand on simule cette mesure sur la structure parfaite (figure 3.3), on obtient bien un pic d'amplitude de l'ordre de 80 %. À incidence nulle, il est à la longueur d'onde 480 nm. Quand l'incidence augmente il se déplace vers les courtes longueurs d'onde comme le pic mesuré. Quand le champ électrique est parallèle aux stries, le pic semble présenter deux maxima, comme dans la mesure ; il est accompagné de pics parasites. Historiquement le traitement de cette polarisation a demandé un effort particulier aux développeurs de la méthode RCWA. Peut-être y-a-t-il encore une faiblesse de la méthode pour cette polarisation. Quelle que soit la polarisation, à grande incidence on observe des oscillations probablement liées aux interférences dans le multicouche formé par les « branches du sapin » ; les interfaces entre les couches sont rigoureusement planes. Dans

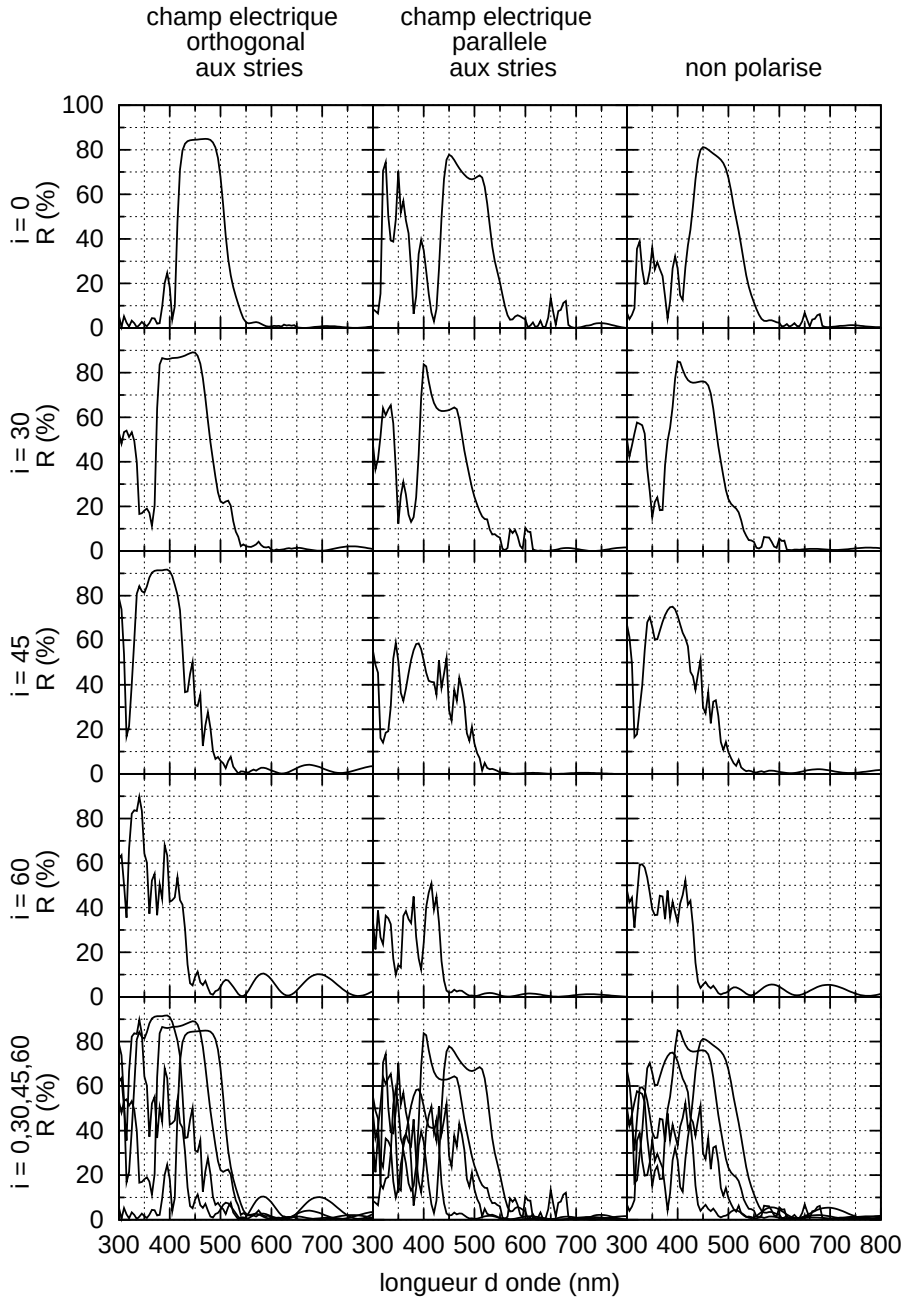


FIG. 3.3 – Spectres de réflexion hémisphérique sous différentes incidences, simulation sans désordre.

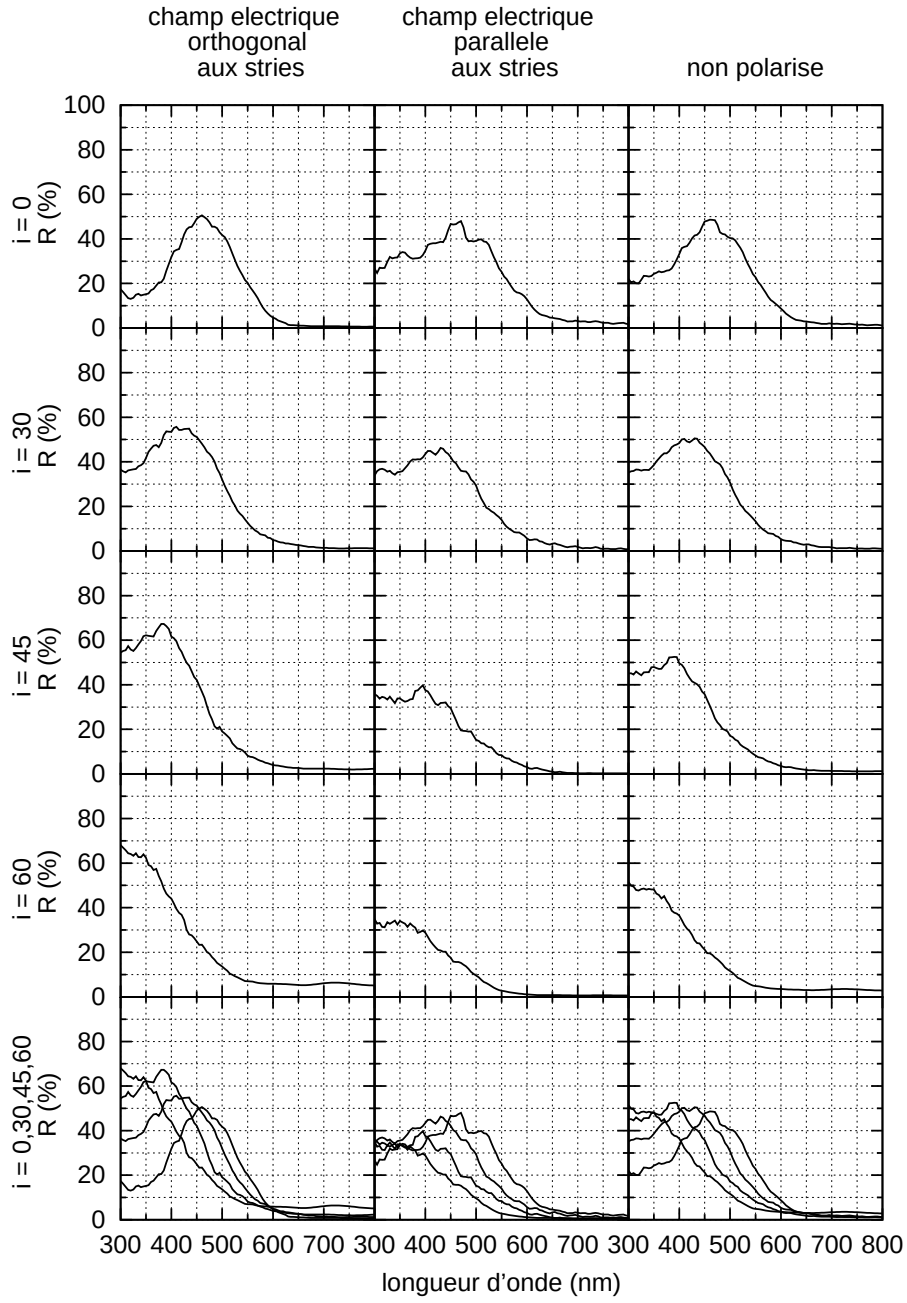


FIG. 3.4 – Spectres de réflexion hémisphérique sous différentes incidences, simulation avec désordre dans l'écaille.

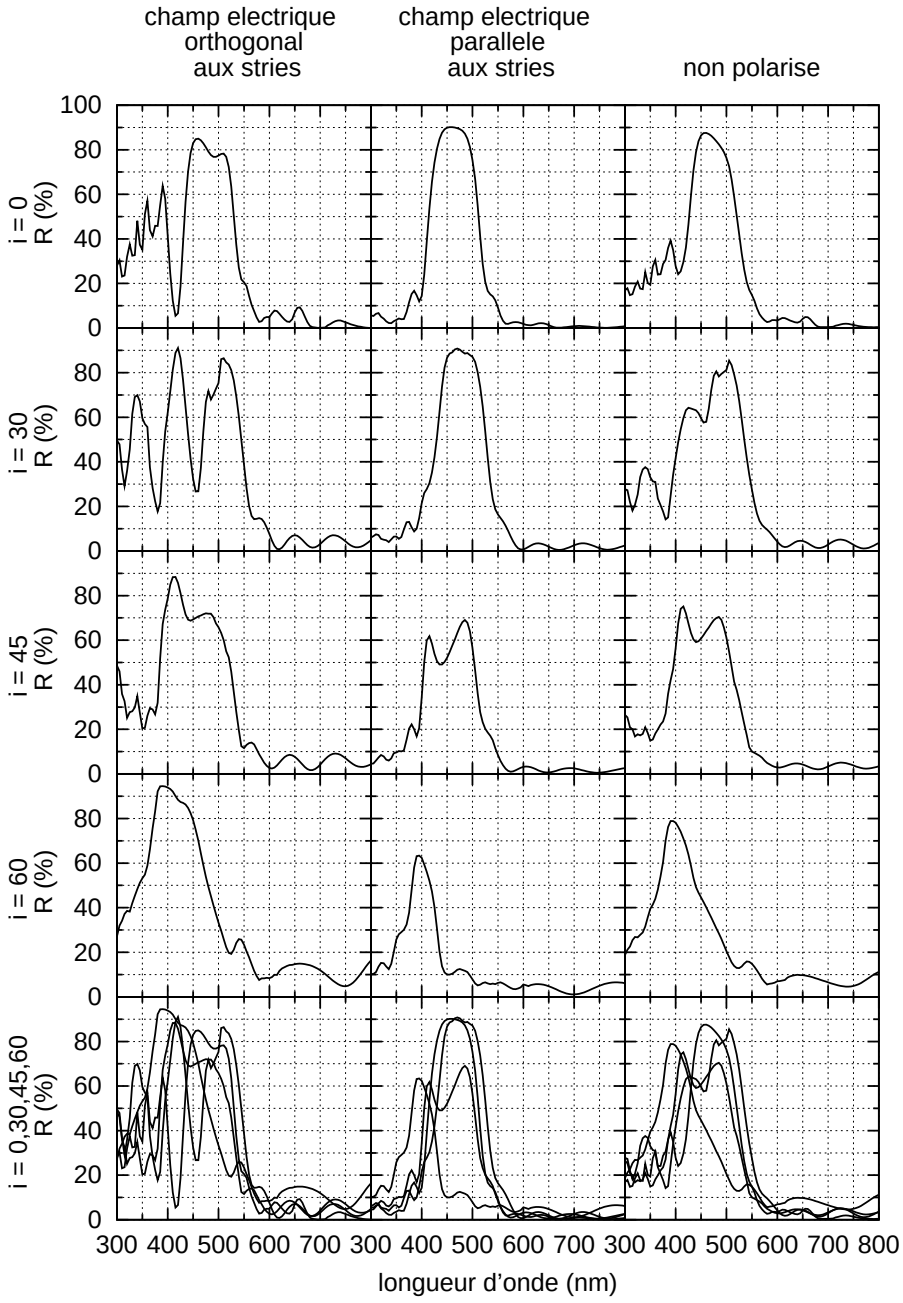


FIG. 3.5 – Spectres de réflexion hémisphérique sous différentes incidences, simulation avec désordre entre écailles.

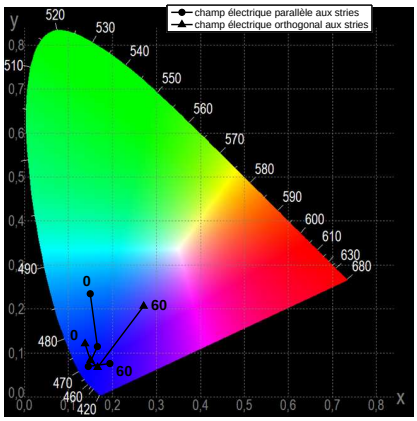


FIG. 3.6 – Positions des spectres de réflexion hémisphérique sur le diagramme de chromaticité CIE 1931, pour différentes incidences, simulation sans désordre.

les mesures la réflexion augmente légèrement quand la longueur d'onde augmente vers l'infrarouge. On ne retrouve pas ceci dans les simulations.
L'introduction du désordre dans l'écaille (figure 3.4) réduit l'amplitude du pic principal de près de moitié. Le pic est plus large, sa forme plus pointue et ses flancs en pente plus douce. On peut y voir une surestimation des écart-types des différentes longueurs. La différence entre les formes des pics sous des polarisations orthogonales s'amoindrit et s'éloigne de celle mesurée. Les oscillations à grande longueur d'onde sont annihilées ; probablement du fait de la variation de l'épaisseur des lamelles. Vu la section du faisceau d'illumination du spectrophotomètre à sphère intégrante, on peut estimer à plus de 4500 le nombre d'écailles illuminées. Il serait donc surprenant que le désordre au sein d'une écaille suffise à comprendre la forme des spectres.
Le désordre entre écailles (figure 3.5) permet de s'approcher du résultat de la mesure. Il fait disparaître une grande part des pics parasites, sans diminuer l'amplitude du pic principal. Quand l'incidence vaut 45°, quelle que soit la polarisation, la simulation fait apparaître un dédoublement du sommet du pic que l'on devine sur les spectres mesurés. À 60°, elle explique le pic mesuré à 400 nm. Au regard de la connaissance actuelle des populations d'angles des écailles, on peut estimer cette cohérence entre simulation et mesure tout-à-fait satisfaisante.

Pour obtenir une idée de l'effet coloré perceptible par un humain, les points correspondant aux spectres simulés sur la structure parfaite sont placés sur le diagrammme de chromaticité CIE 1931. Quand le champ électrique est orthogonal aux stries, on retrouve bien la forme du « chemin d'iridescence » observé lors de la mesure (figure 2.3, page 43). Par contre quand le champ électrique est parallèle aux stries, la forme du parcours est différente. Les pics parasites en sont sans doute responsables.

Les spectres de réflexion et transmission hémisphériques mesurés sur une large plage

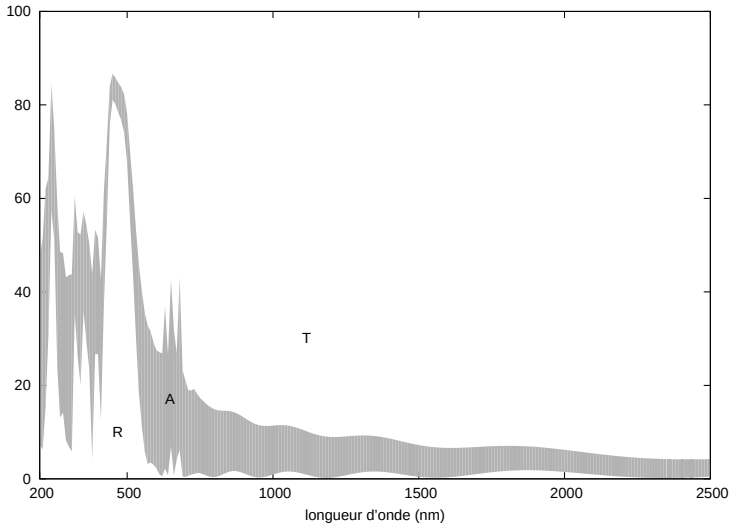


FIG. 3.7 – Spectres de réflexion R et transmission T hémisphériques, en %, de l'ultraviolet au proche infrarouge sous incidence nulle, simulation sans désordre. C'est 1-T qui est représenté si bien que l'écart entre les deux courbes, en gris, représente l'absorption A.

spectrale sont tracés en figure 2.4, page 44. Leur simulation sans désordre est tracée en figure 3.7. Lors de la mesure c'est la transmission de l'aile entière qui est mesurée, à savoir écailles structurales, membrane alaire et écailles de la face ventrale. Il est donc normal que la transmission soit plus petite dans la mesure que dans la simulation. Pour les courtes longueurs d'onde, de 200 à 500 nm, on a une bonne adéquation entre pics mesurés et simulés. Pour les grandes longueurs d'onde, de 600 à 2500 nm, la réflexion mesurée est de l'ordre de 30 % alors que sa simulation prend des valeurs très faibles, avec quelques rebonds qui semblent typiques des interférences.

La simulation sans désordre de la réflexion dans l'infrarouge entre 2,5 et 25 μm (figure 3.8) prend des valeurs plus faibles que celles mesurées (figure 2.6, page 45). Elle présente un pic vers 3 μm et un autre très large entre 5 et 25 μm ; ses variations sont donc cohérentes avec la mesure.

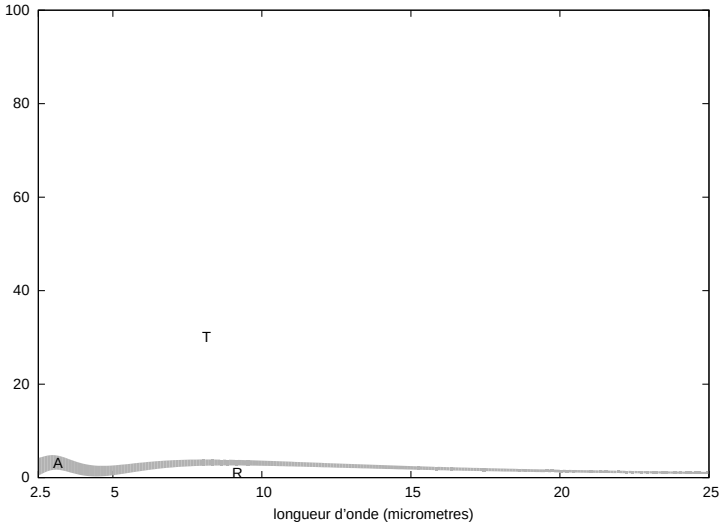


FIG. 3.8 – Spectres de réflexion R et transmission T en % dans l'infrarouge sous incidence nulle, simulation sans désordre. C'est 1-T qui est représenté si bien que l'écart entre les deux courbes, en gris, représente l'absorption A.

3.3.2 Spectres de réflexion spéculaire

Les spectres de réflexion spéculaire ont été mesurés au goniospectrophotomètre, avec un diaphragme de diamètre 0,6 mm sur le faisceau incident (figure 2.12, page 54). Pour une incidence de 30°, la tache lumineuse couvre une quinzaine d'écailles. Leur simulation sur la structure photonique ordonnée est tracée figure 3.9. Les amplitudes simulées varient de 10 à 60 %, elles sont nettement plus grandes que les amplitudes mesurées. Quand l'incidence augmente, les pics de réflexion se déplacent vers les petites longueurs d'onde comme dans la mesure, par contre leur amplitude augmente. Les spectres simulés présentent de nombreux pics fins : l'amplitude diffractée dans l'ordre 0 varie très vite avec la longueur d'onde.

Le désordre dans l'écaille fait disparaître de la simulation les nombreux pics parasites fins. Dans la simulation sans désordre, l'amplitude du pic principal variait de 10 à 60 % ; elle varie maintenant de 10 à 40 %. Le pic de réflexion observé lors de la mesure commence à se dégager. Quand l'incidence augmente ce pic se déplace vers les courtes longueurs d'onde et son amplitude croît. Pour les incidences de 28 à 48° son sommet est dédoublé et il présente un épaulement vers les courtes longueurs d'onde. Sa forme s'approche donc de celle du pic mesuré, même si ses flancs sont moins raides que ceux mesurés.

Au goniospectrophotomètre, l'alignement rend le plan moyen des structures photoniques horizontal. On peut donc négliger l'angle entre le plan moyen de l'écaille et le plan moyen de l'aile. On n'introduit que le défaut de parallélisme entre les axes base-apex des différentes écailles. L'amplitude des pics de réflexion est alors de 10 à 20 %. Quand l'incidence augmente les pics se déplacent vers les courtes longueurs d'onde et leurs amplitudes ne changent que très peu. Le désordre entre écailles semble faire baisser l'amplitude de la réflexion spéculaire et annihiler l'effet de l'incidence sur elle.

Sur le diagramme de chromaticité, le chemin simulé sur la structure parfaite (figure 3.12) est beaucoup plus large que le chemin mesuré (figure 2.13, page 55), mais sa forme est la même.

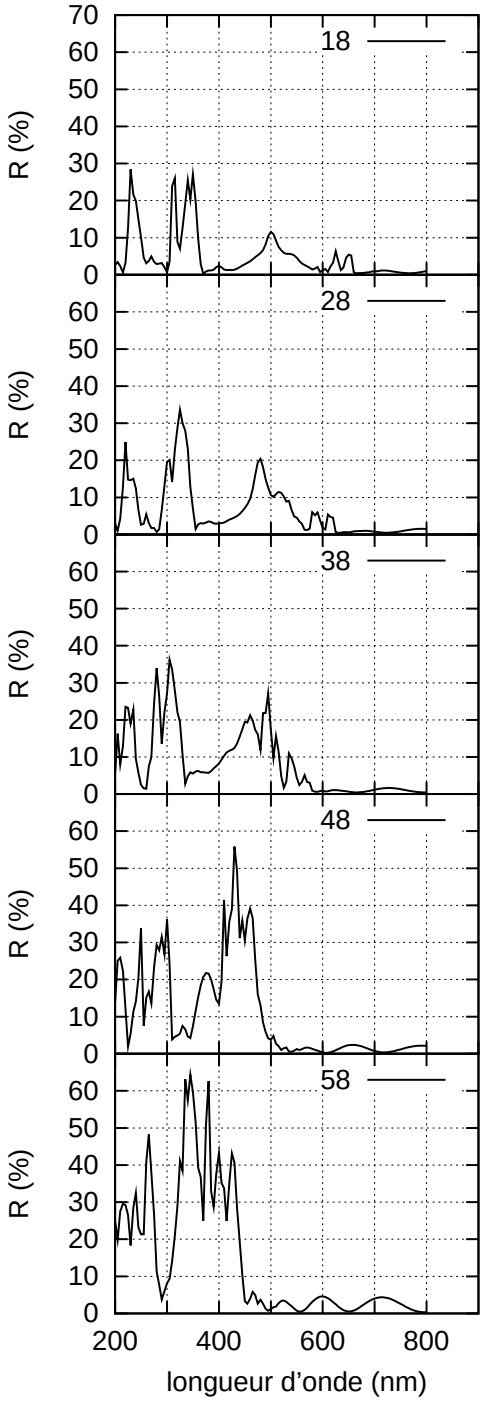


FIG. 3.9 – Spectres de réflexion spéculaire pour différentes incidences, simulation sans désordre

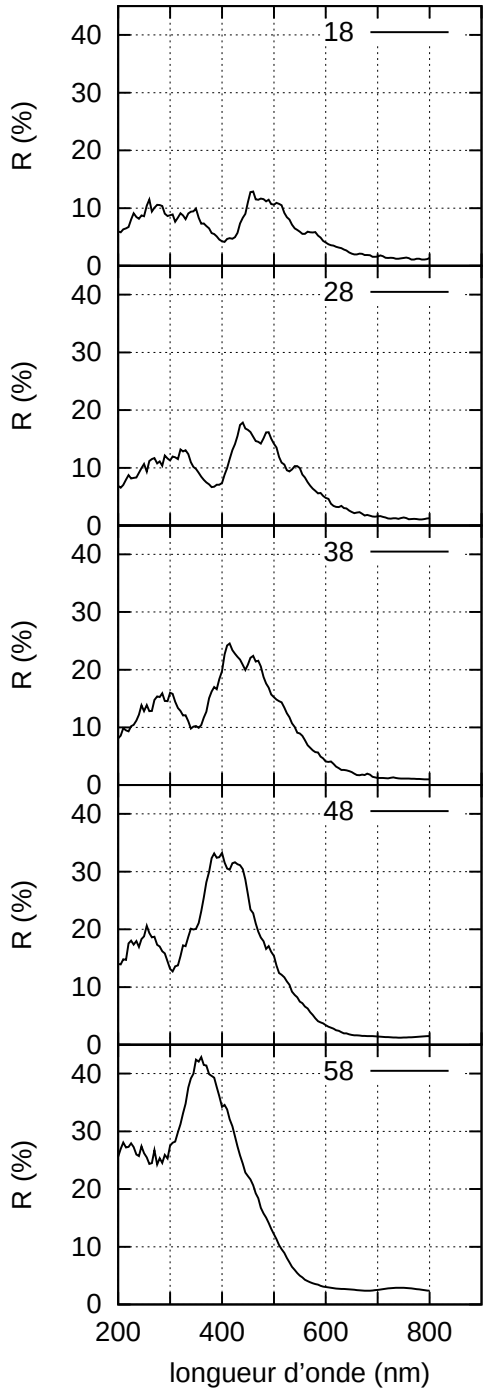


FIG. 3.10 – Spectres de réflexion spéculaire pour différentes incidences, simulation avec désordre dans l'écaille.

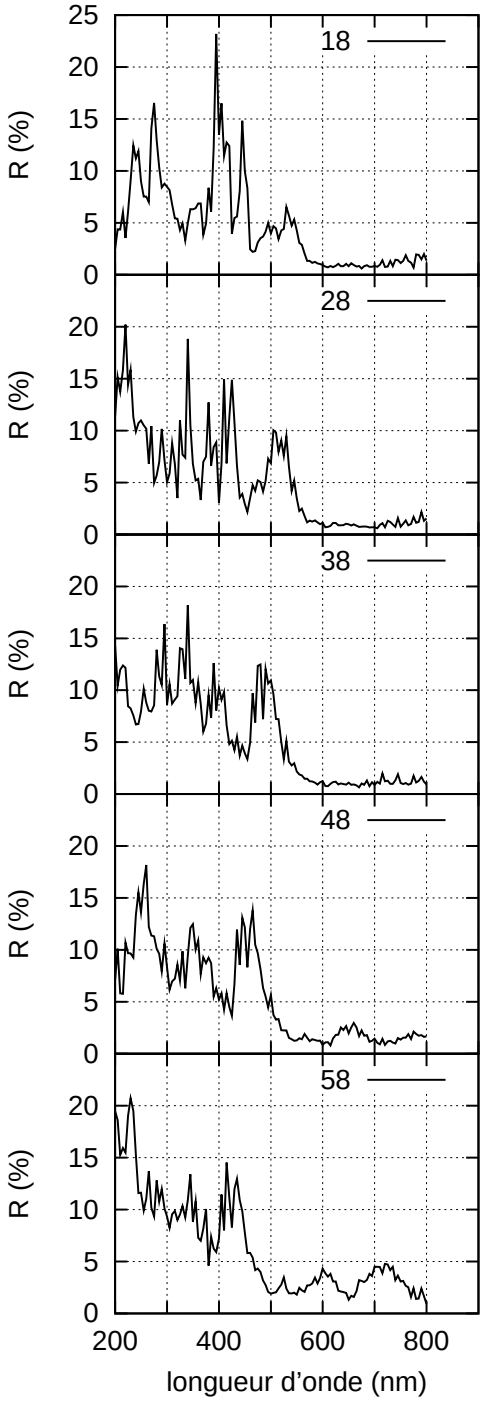


FIG. 3.11 – Spectres de réflexion spéculaire pour différentes incidences, simulation avec désordre entre écailles.

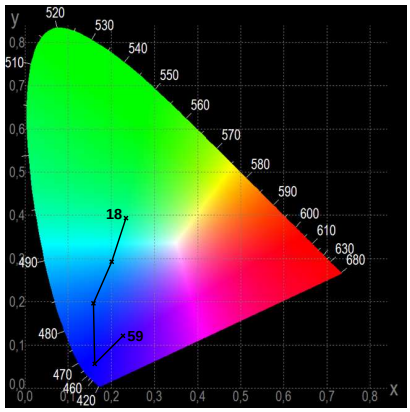


FIG. 3.12 – Situation sur le diagramme CIE 1931 des spectres de réflexion spéculaire pour différentes incidences, simulation sans désordre

3.3.3 Cartes de diffraction

Dans l'espace habituel, les cartes de diffraction de la figure 2.15, page 58, ont été mesurées au goniospectrophotomètre, avec un diaphragme de diamètre 0,6 mm sur le faisceau incident. L'incidence est 30°. Les simulations de ces cartes sont présentées en figure 3.13. Lorsque le réseau simulé est parfait, une carte de diffraction consiste en un ensemble de trois à cinq directions discrètes. À 250, 300 et 350 nm, la répartition d'énergie sur le cône de diffraction est relativement homogène. À 400 et 450 nm, il y a plus de lumière dans les ordres 1 et -1 que dans l'ordre 0. À 500 nm la majorité de la lumière réfléchie est dans l'ordre 0. Ces répartitions sont tout à fait compatibles avec celles mesurées. À 450 nm les positions des ordres -1 et 1 mesurées et simulées ne coïncident pas : les ordres simulés sont plus déviés que les ordres mesurés. La distance entre stries (605 nm) pourrait être sous-estimée. Dans l'écaille, le désordre sur l'épaisseur des lamelles influence les efficacités des différents ordres. Le désordre sur la distance entre stries, *i.e.* la période du réseau, étale les ordres sur le cône de diffraction et change leurs efficacités. L'ensemble privilégie l'ordre 0. Sur les cartes mesurées, on observe plus l'étalement des ordres que le renforcement de l'ordre 0. On peut donc penser que la variation de la distance entre stries est plus importante que la variation de l'épaisseur des lamelles. Le défaut de parallélisme entre écailles implique un « épaississement » du cône de diffraction, sans altérer beaucoup la répartition de l'énergie entre les différents ordres.

Dans l'espace réciproque, nous avons également mesuré une carte de diffraction (figure 2.21, page 65). La simulation de cette carte sur la structure parfaite est représentée en haut de la figure 3.14. Les trois lignes correspondent aux trois ordres. Elles s'élargiront avec l'introduction du désordre. Sur la carte mesurée on ne résoud pas ces lignes : elles sont plus proches et plus larges que dans la simulation. Si on imagine une inversion des ordres -1 et 1 entre la mesure et la simulation, on peut rapprocher les maxima d'intensité en $(q_y; q_z) = (-0,1; 1,05)$ sur la carte mesurée et en $(q_y; q_z) = (0,4; 0,9)$ sur la carte simulée. Le désordre dans l'écaille modifie cette carte de la même façon qu'il modifie les cartes de diffraction dans l'espace xyz. Le désordre sur l'épaisseur des lamelles influence les efficacité des différents ordres. Le désordre sur la distance entre stries, *i.e.* la période du réseau, étale les ordres sur le cône de diffraction et change leurs efficacités. L'ensemble privilégie l'ordre 0. Quand on introduit le désordre entre écailles, on a toujours une ligne verticale par ordre. Cette ligne est légèrement épaissie. C'est surtout la répartition de lumière le long de cette ligne qui est altérée : on y sent comme un brouillage. L'intensité attendue en chaque point de la carte est nettement altérée par ce désordre. Les ordres -1 et +1 sont très atténués et c'est peut-être une des raisons pour lesquelles ils n'apparaissent pas dans la mesure.

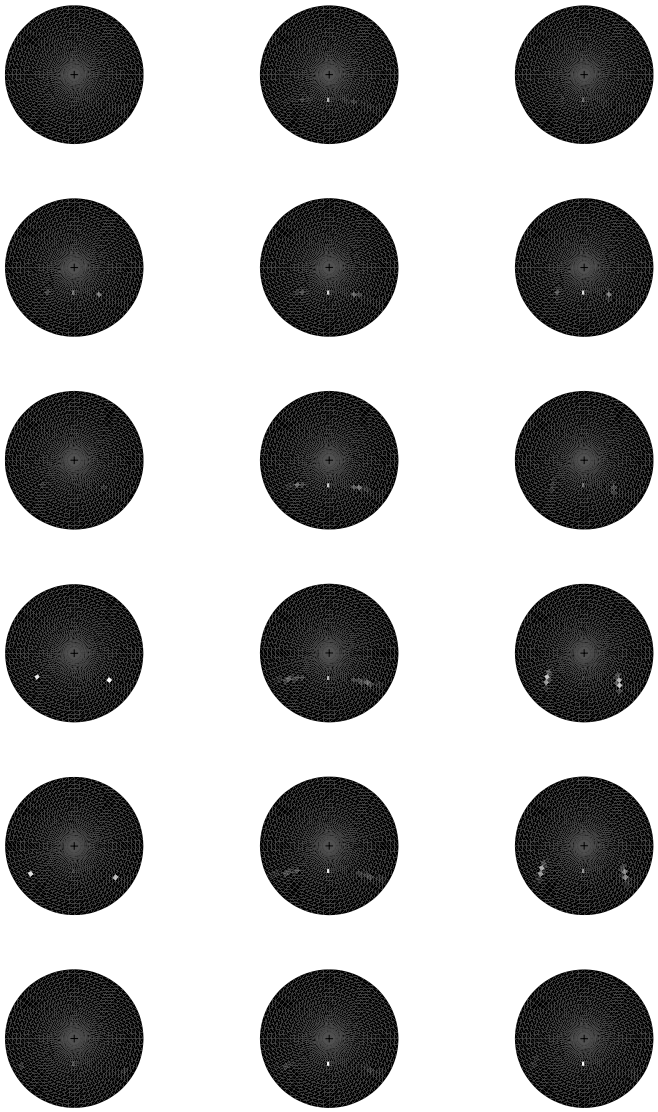


FIG. 3.13 – Cartes de diffraction conique.
De haut en bas la longueur d'onde vaut 250, 300, 350, 400, 450 et 500 nm. Simulations sans désordre à gauche, avec désordre dans l'écaille au milieu et désordre entre écailles à droite. Les valeurs maximales sont respectivement 43, 13 et 17 %. Dans chaque cas, l'échelle de gris est la même pour les six cartes.

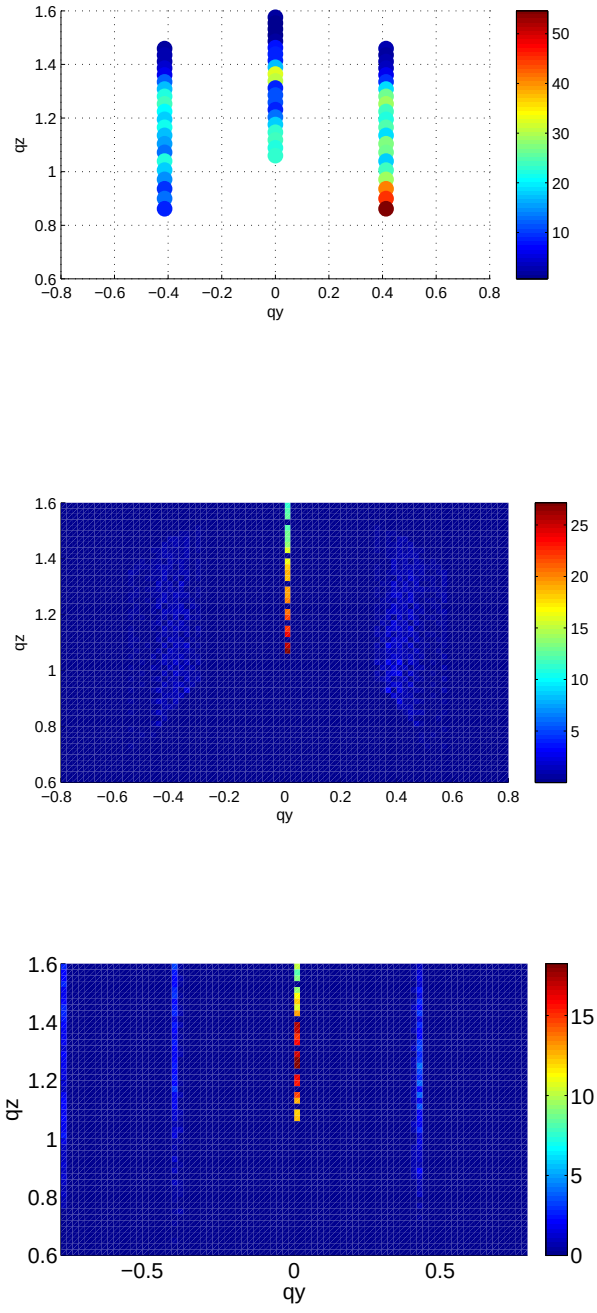


FIG. 3.14 – Cartes de l'intensité dans le plan $q_x = 0$ de l'espace réciproque. L'échelle de couleurs représente le coefficient de réflexion en %, simulations sans désordre (haut), avec désordre dans l'écaille (centre) et avec désordre entre écailles(bas).

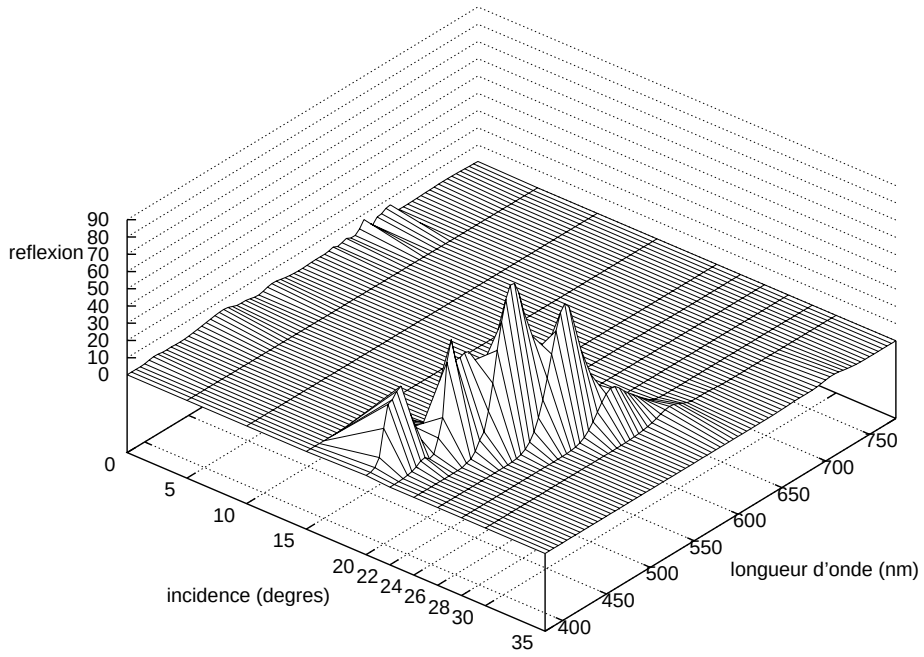


FIG. 3.15 – Spectres de réflexion (en %) en rétrodiffusion pour différentes incidences, simulation sans désordre.

3.3.4 Spectres en rétrodiffusion

Les spectres de rétrodiffusion sont simulés sur la structure photonique ordonnée (figures 3.15 et 3.16). La rétrodiffusion est un phénomène localisé. Elle n'apparaît que pour une incidence entre 20 et 30° et une longueur d'onde entre 400 et 500 nm. Dans cette région, la longueur d'onde du pic de réflexion dépend sensiblement de l'incidence. Sur la mesure (figures 2.23 et 2.24, page 68), on a bien un maximum dans cette région. Quelle que soit l'incidence, il est à la même longueur d'onde. Son amplitude est maximale pour une incidence de 25°, ce que l'on retrouve dans la simulation. Lors de la mesure, les alignements étaient très grossiers. On ne peut donc pas attendre une grande concordance entre les résultats de la mesure et de la simulation.

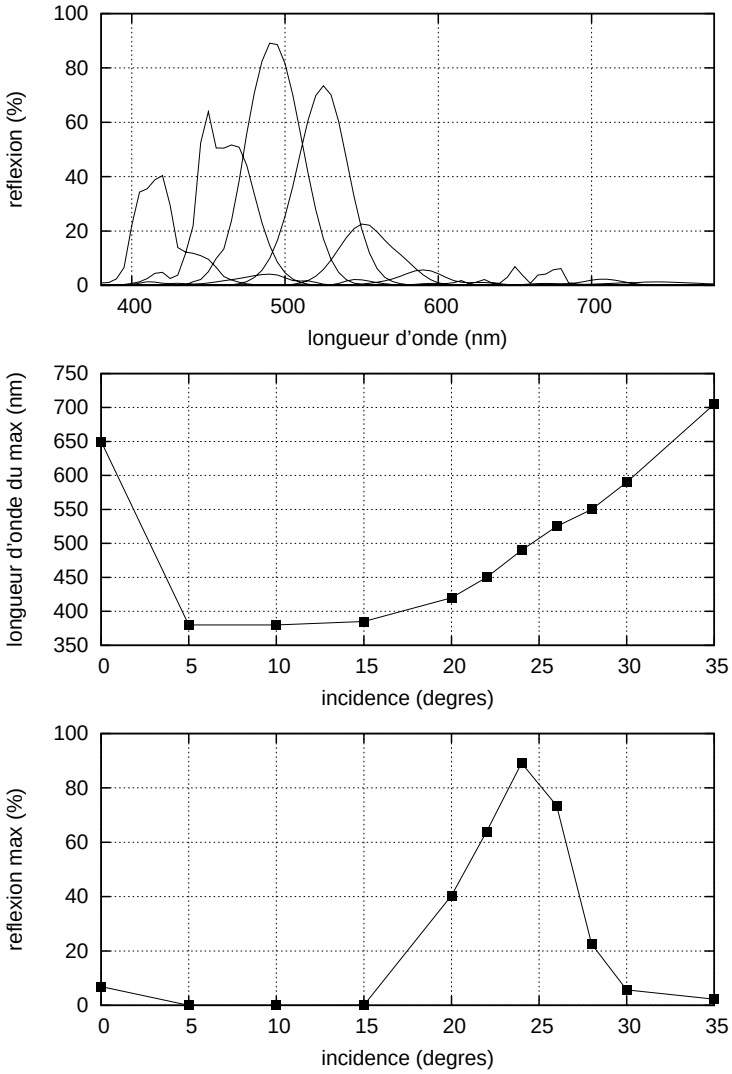


FIG. 3.16 – Spectres en rétrodiffusion pour différentes incidences, positions des maxima, simulation sans désordre.

3.3.5 Microspectrophotométrie

En transmission, nous avons mesuré le spectre d'une écaille de *M. rhetenor* isolée, avec différents objectifs (figure 2.30, page 77). Les simulations de ces mesures sont présentées en figure 3.17. Pour les longueurs d'onde entre 380 et 450 nm, l'ordre de grandeur de la transmission est tout à fait cohérent avec la mesure. Pour les longueurs d'onde entre 450 et 720 nm, la transmission simulée est nettement plus importante que celle mesurée. Dans cette plage, sur les mesures, la réflexion remonte lentement, pas sur les simulations. Donc sans changer l'absorption, la correction de la simulation de la réflexion irait de pair avec la baisse de la transmission simulée. L'absorption de la mélanine est peut-être sous-estimée. Un telle mesure offre une possibilité de sonder le désordre au sein de l'écaille. L'introduction de ce désordre dans la simulation ne change pas l'allure générale des spectres. Elle atténue le creux à 450 nm. Elle ne corrige pas la transmission trop grande aux grandes longueurs d'onde.

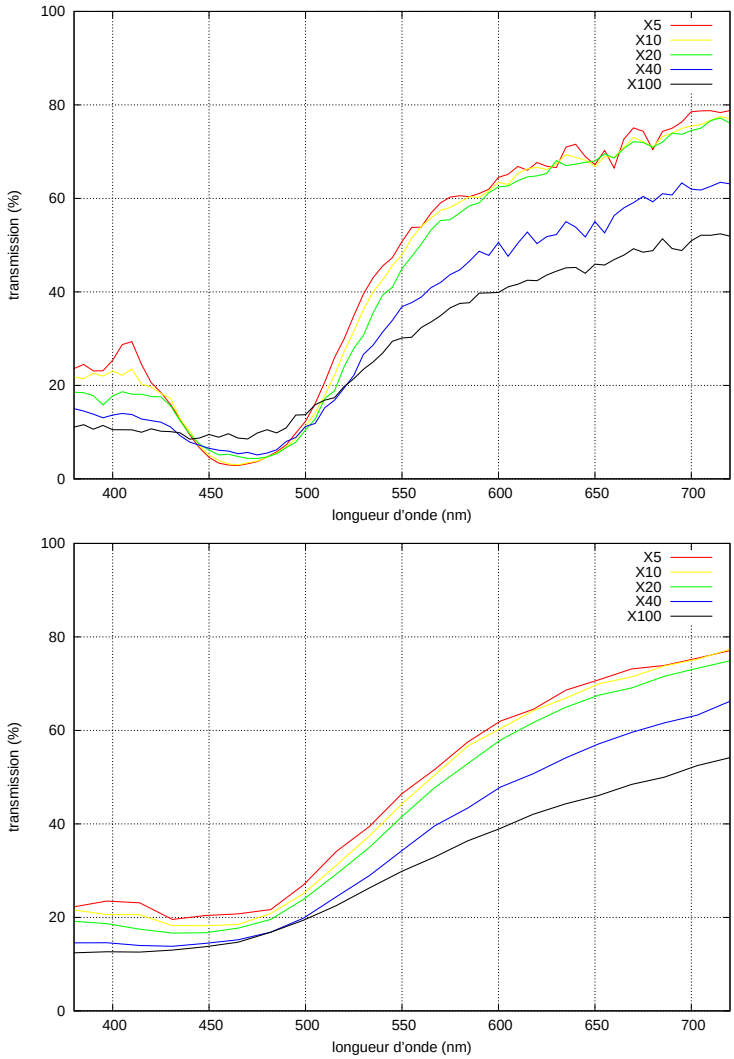


FIG. 3.17 – Spectres de transmission au microspectrophotomètre, simulation sans désordre (haut) et avec désordre dans l'écaille (bas)

En réflexion. Notre structure modèle étant rigoureusement plate sur une surface infinie, elle ne permet pas de simuler la mesure multi-surface en réflexion au microspectrophotomètre de la figure 2.32 page 78. On peut comparer le résultat d'une simulation sur la structure sans désordre (figure 3.18) avec les mesures sur moins d'une écaille. Les pics à 450 et 500 nm sont bien présents. La simulation révèle en outre des pics à 400 et 550 nm. Sur les spectres mesurés on observe des épaulements à ces longueurs d'onde. Ces pics sont probablement absorbés par les autres à cause du désordre. Sur la simulation les faibles valeurs de la réflexion rappellent que peu d'énergie est diffractée dans l'ordre 0. Quand on introduit le désordre au sein de l'écaille, le modèle est encore une surface infinie. Les spectres simulés ne peuvent être associés qu'aux spectres mesurés sur moins d'une écaille. Ici l'introduction du désordre a considérablement changé l'allure du spectre. Une surestimation de la largeur de la distribution d'épaisseurs de lamelles pourrait expliquer un tel effacement des pics dans le spectre. D'autre part dans la simulation la structure est rigoureusement plane, dans le plan de travail de l'objectif. Lors de la mesure l'écaille n'est probablement pas aussi bien orientée, même si elle est « au point ». Pendant la mesure, l'échantillon est éclairé via l'objectif. Dans l'ouverture de celui-ci, les rayons incidents prennent toutes les valeurs de latitude et d'azimuth possibles. Cette mesure n'est donc que peu sensible à un défaut d'orientation de l'échantillon. C'est pourquoi l'introduction dans cette simulation du désordre entre écailles n'a pas de conséquence.

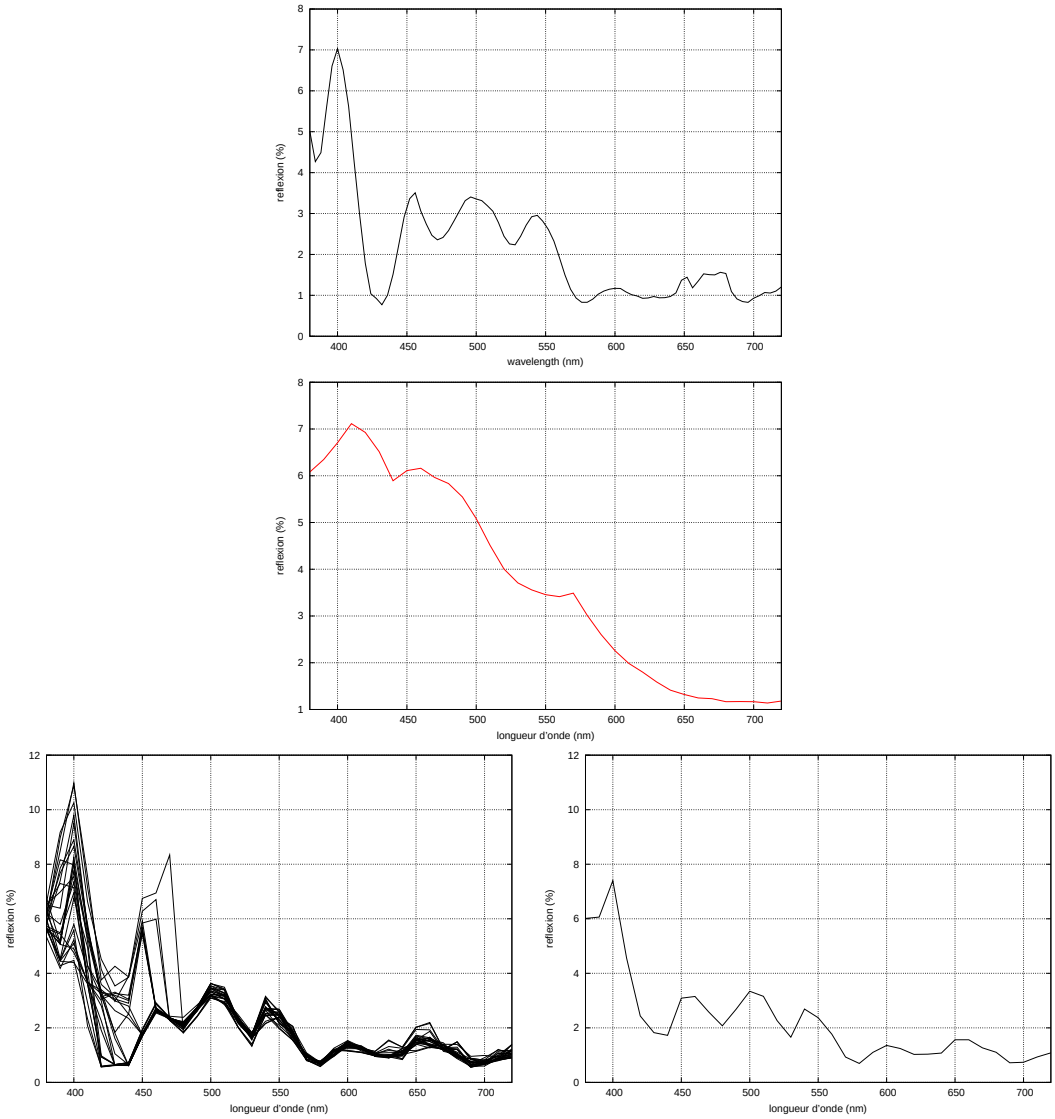


FIG. 3.18 – Spectre de réflexion au microspectrophotomètre en X10, simulation sans désordre (haut) avec désordre dans l'écaille (centre) et avec désordre entre écailles (bas). En bas à gauche, un spectre par écaille, à droite spectre moyen.

3.3.6 Cartes de champ

La méthode RCWA donne une expression du champ électromagnétique dans et hors du réseau. Ainsi en tout point de l'espace on est en mesure de calculer les composantes du champ. Il est donc possible d'établir une carte de la répartition de l'énergie dans la structure. Dans le domaine des cristaux photoniques artificiels, ce genre de carte est couramment utilisé. Cet outil peut donc s'avérer important lors de la banalisation de la réalisation de structures bio-inspirées. Sur les cartes de la figure 3.19, lorsque la réflexion spéculaire est maximale l'intensité du champ dans les couches les plus profondes de la structure est nulle. Le champ « ne pénètre pas » non plus dans la profondeur de la structure quand la rétrodiffusion domine (figure 3.20). Par contre, quand la réflexion est faible, l'intensité est non nulle au cœur de la structure (figure 3.21).

Conclusion

Le modèle en pile de réseaux suffit à comprendre les mesures optiques dans leurs grandes lignes. On peut situer les positions spectrales et spatiales des extrema. Le désordre dans la structure photonique diminue les amplitudes réfléchies. Spatialement, il étale les ordres diffractés. Spectralement il agglomère les pics. Le désordre entre écailles fauche les pics parasites fins de la simulation. En réflexion hémisphérique, il permet de retrouver la forme des pics mesurés. C'est ce désordre qui amoindrit l'influence de l'incidence sur l'amplitude réfléchie. Il faut toujours garder en tête le nombre d'écailles impliquées dans la mesure à laquelle on compare une simulation. Quand le faisceau incident et le champ d'observation couvrent un très grand nombre d'écailles, la distribution d'orientation des écailles est bien définie. C'est l'équivalent d'un grand nombre de tirages. Une simulation sur la structure moyenne, sans désordre ou avec désordre entre écailles, devrait alors être cohérente avec la mesure. Pour sonder et comprendre le désordre au sein de l'écaille, il faut des mesures sur des écailles isolées. C'est en ce sens que la microspectrophotométrie est prometteuse. La méthode RCWA est bien adaptée à l'étude de ce type de structure photonique naturelle, combinant réseau de diffraction et multicouche. Pour une structure photonique de géométrie plus complexe, d'autres méthodes doivent être envisagées, comme par exemple les éléments finis ou la FDTD. La durée de la simulation avec la méthode RCWA dépend beaucoup de la mesure simulée. Pour un montage donné, structure, incidence et longueur d'onde fixées, la durée de la simulation est de l'ordre de deux secondes. Ainsi le calcul d'un spectre prend plusieurs minutes sans désordre, plusieurs heures avec désordre. Par contre cette méthode permet de tracer une carte de champ instantanément là où la méthode des éléments finis demande plusieurs heures. Elle simule le résultat de mesures ellipsométriques. Donc elle reste adaptée aux mesures à venir prochainement.

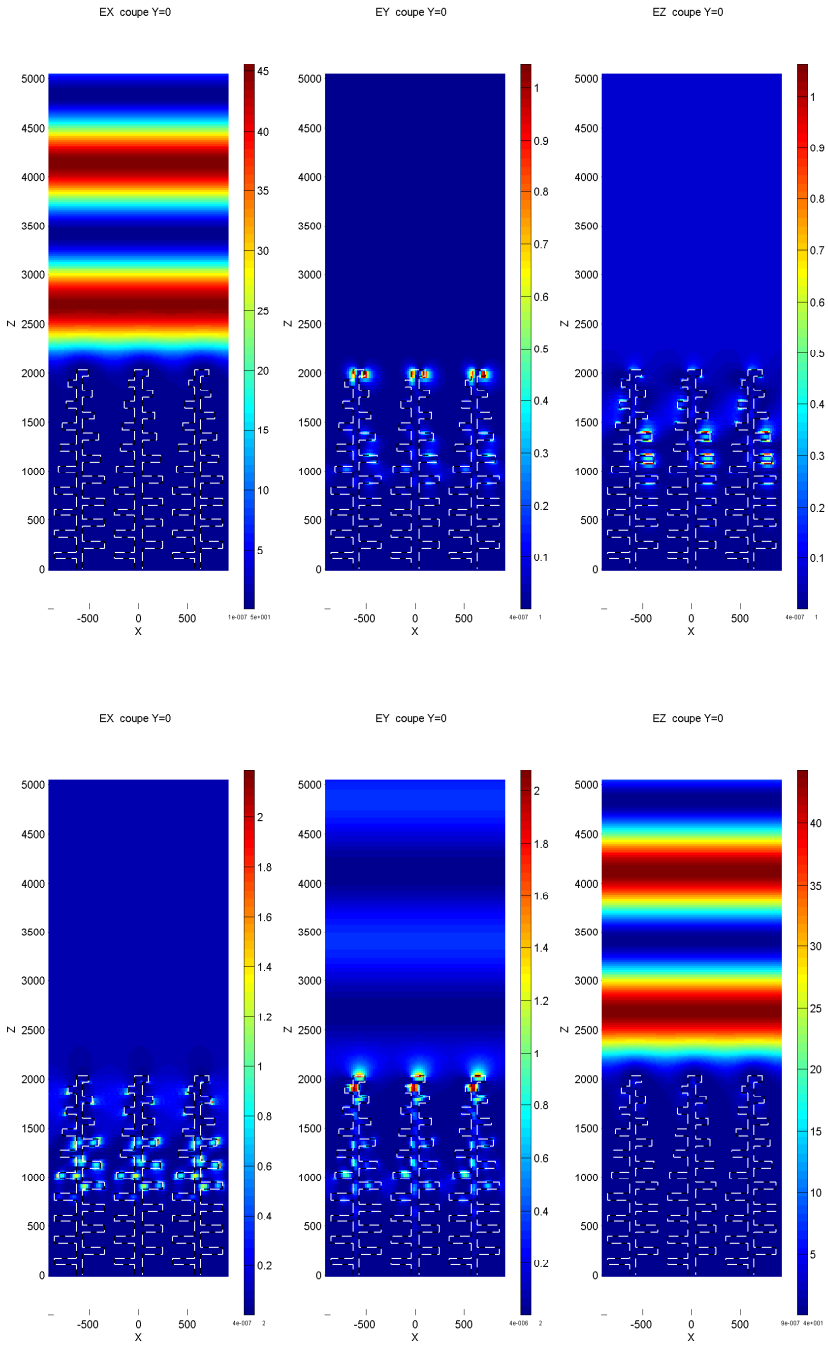


FIG. 3.19 – Cartes de l'intensité du champ électrique aux alentours de la structure dans une configuration maximisant l'efficacité dans l'ordre 0, simulation RCWA. Le plan d'incidence est parallèle aux stries, l'incidence est rasante (85°), la longueur d'onde est 250 nm, le champ électrique incident est orthogonal aux stries en haut, parallèle aux stries en bas.

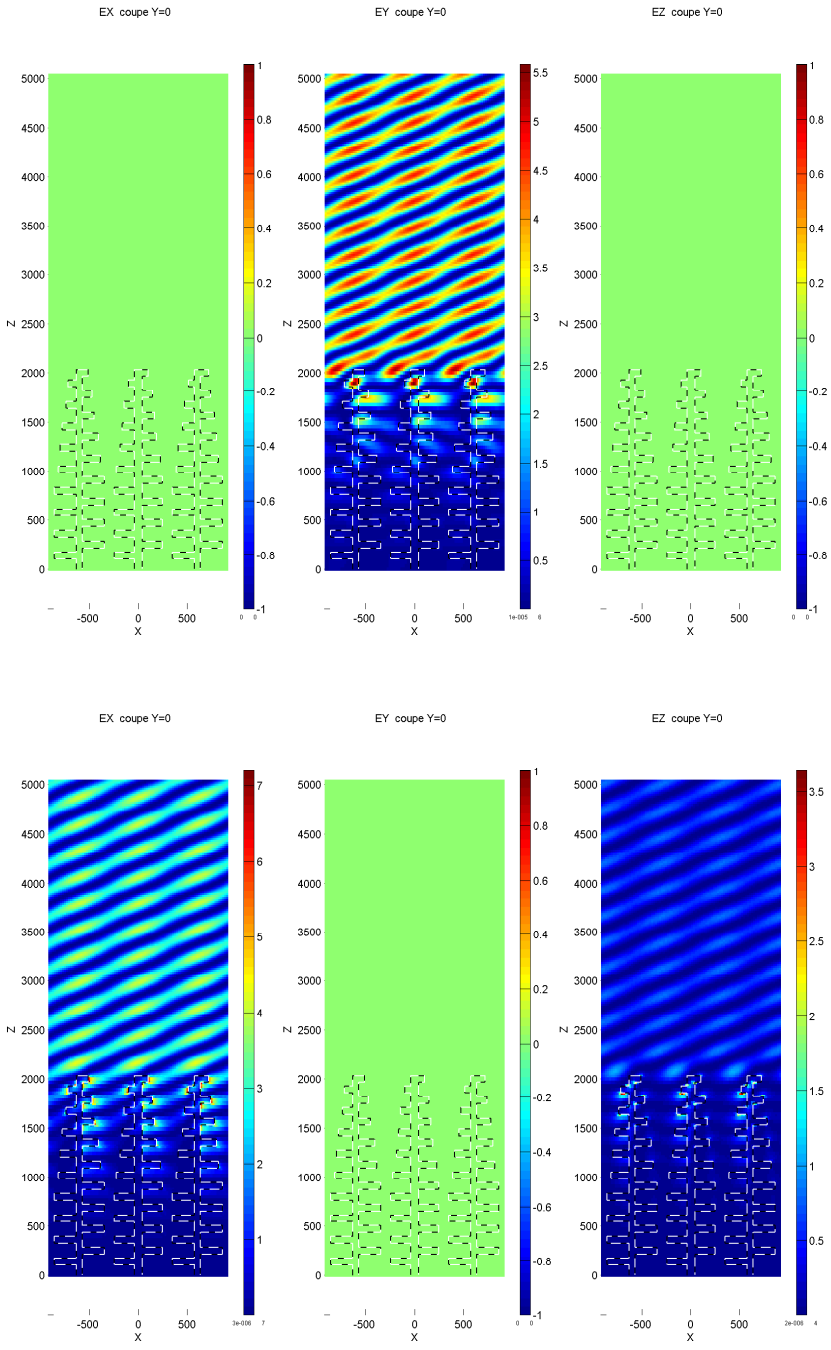


FIG. 3.20 – Cartes de l'intensité du champ électrique aux alentours de la structure dans une configuration maximisant la rétrodiffusion, simulation RCWA. Le plan d'incidence est orthogonal aux stries, l'incidence est 24°, la longueur d'onde est 492 nm, le champ électrique incident est parallèle aux stries en haut, orthogonal aux stries en bas.

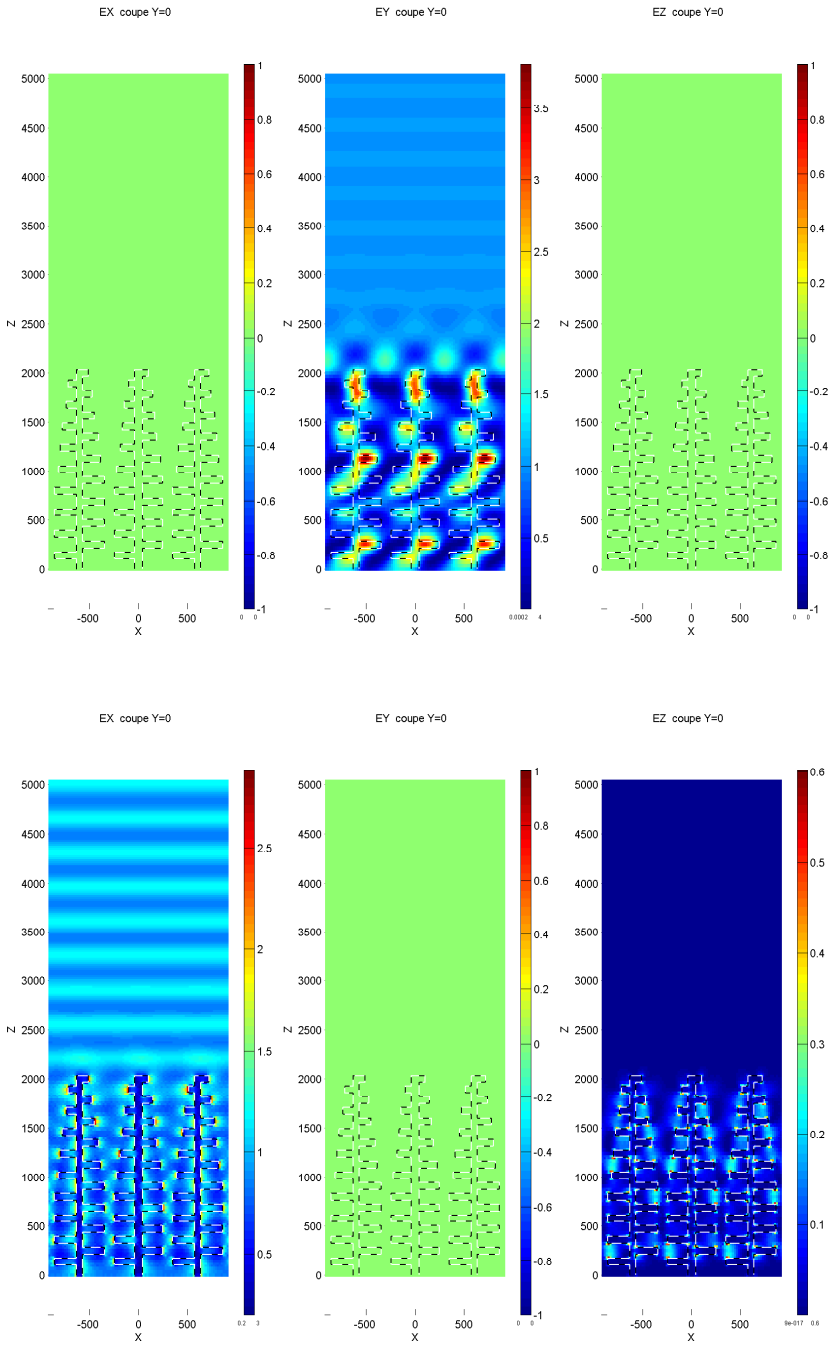


FIG. 3.21 – Cartes de l'intensité du champ électrique aux alentours de la structure dans une configuration minimisant la réflexion, simulation RCWA. L'incidence est nulle, la longueur d'onde est 700 nm, le champ électrique incident est parallèle aux stries en haut, orthogonal aux stries en bas.

Chapitre 4

La méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis permet de résoudre numériquement une équation aux dérivées partielles linéaire. Elle est très employée, notamment en électromagnétisme et en mécanique des structures. C'est un algorithme pour chercher une solution approchée d'une équation aux dérivées partielles sur un domaine. Les conditions aux limites assurent l'unicité et l'existence d'une solution.

On dessine un maillage sur le domaine d'étude. En deux dimensions, les mailles sont le plus souvent des carrés ou des triangles ; elles doivent être peu distordues, proches d'un polygone régulier. Le maillage est serré là où on pense que la solution varie beaucoup. On peut ainsi modéliser une géométrie complexe. Les pavés de ce pavage sont les éléments finis.

Sur chaque élément on réalise une interpolation pour approcher la fonction solution. On utilise donc une approximation par parties de la fonction inconnue. L'avantage de la méthode est que les fonctions d'interpolation locales sont plus simples que ne le serait une fonction solution sur tout le domaine d'étude. Le caractère répétitif de la méthode, consistant à appliquer le même opérateur à chaque élément, contribue à son efficacité. À chaque élément on associe des noeuds d'interpolation, où l'inconnue sera calculée, et autant de fonctions interpolantes. Celles-ci sont le plus souvent polynômiales. Les valeurs aux noeuds d'interpolation sont les coordonnées de la fonction locale dans la base des fonctions interpolantes. On cherche celles qui permettent de vérifier l'équation aux dérivées partielles et les conditions aux limites. Pour cela, l'équation aux dérivées partielles a été au préalable transformée : on a établi sa formulation intégrale et on l'a discrétisée. Le problème consiste alors à résoudre un système d'équations algébriques.

De nombreux logiciels commercialisés permettent la modélisation de structures complexes en trois dimensions ; nous avons utilisé *HFSS* et *Comsol multiphysics*.

Sur une image de microscopie électronique en transmission (figure 3b de l'article [33]), on peut relever les coordonnées de points et accéder avec précision à la géométrie de la structure photonique. Nous avons ainsi pu construire un modèle plus réaliste que celui utilisé pour la méthode RCWA (figure 4.1). La méthode des éléments finis est par nature adaptée à des modèles en trois dimensions. Pour l'instant nous n'introduisons aucun motif dans la direction parallèle aux stries. En dessous et au-dessus de la structure, les

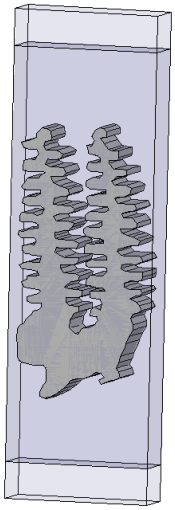


FIG. 4.1 – Modèle représentant la structure photonique pour les simulation avec la méthode des éléments finis.

conditions aux limites sont de type ABC *perfectly matched layer* (*PML*) : on ajoute des couches (en clair sur la figure 4.1) qui n'ont pas de sens physique mais dont l'impédance est adaptée à celle de l'espace libre. Elles ne provoquent aucune réflexion et absorbent tout champ s'y propageant. Dans le plan de la structure photonique, les conditions aux limites sont périodiques.

Les spectres de réflexion hémisphériques calculés avec la méthode des éléments finis sont tracés en figure 4.2. En dehors du pic de réflexion, ces spectres s'approchent plus des spectres mesurés que les spectres calculés avec la méthode RCWA. Notamment pour les longueurs d'onde inférieures à 400 nm, les réflexions simulées et mesurées prennent les mêmes valeurs. Quand le champ électrique est parallèle aux stries, la mesure révèle que le pic principal est double en son sommet. Avec la méthode RCWA, on en obtenait une ébauche (figure 3.3). Avec la méthode des éléments finis, ce double pic est net.

La méthode des éléments finis permet naturellement de tracer des cartes de champ (figure 4.3). Quand l'absorption est maximale (à 590 nm), le champ « pénètre plus profondément » dans la structure que quand la réflexion est maximale (à 475 nm). Ceci est à mettre en rapport avec la localisation de la mélanine dans les couches les plus profondes de la structure.

La prise en compte de la géométrie précise de la structure photonique permet de comprendre des caractéristiques fines de son comportement optique. D'autre part, si la géométrie de la structure photonique de *M. rhetenor* permet les simulations avec la méthode RCWA, d'autres structures photoniques naturelles ont une architecture plus complexe. Pour celles-ci, les méthodes de calcul numérique comme les éléments finis s'imposent.

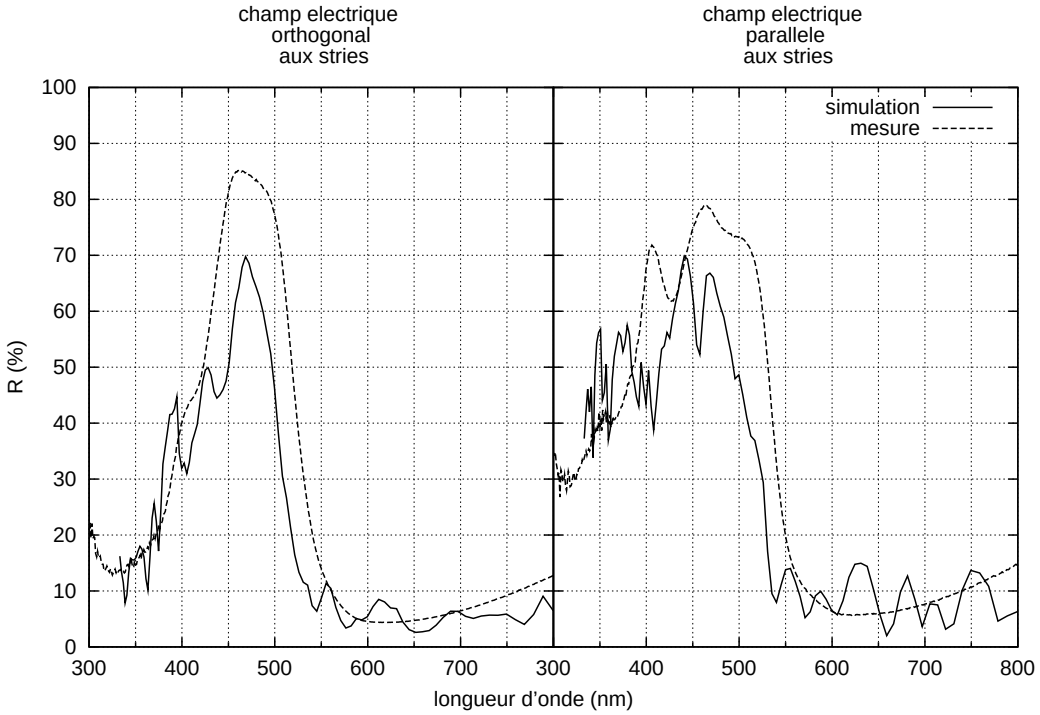


FIG. 4.2 – Spectres de réflexion hémisphérique sous incidence nulle.

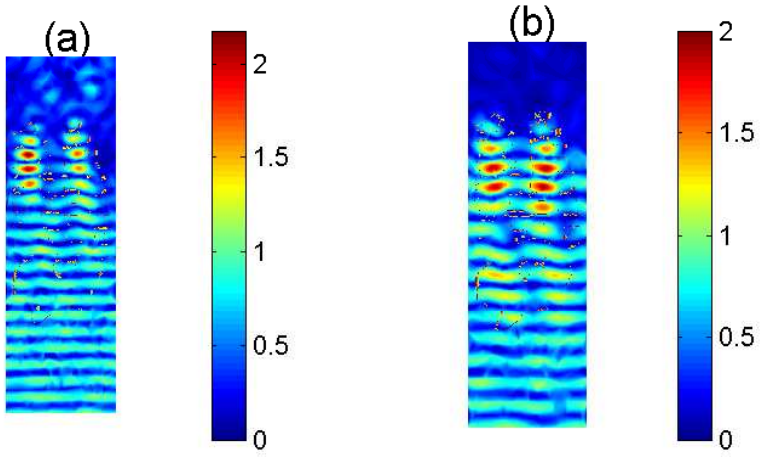


FIG. 4.3 – Cartes de l'intensité du champ électrique dans la structure sous incidence nulle et longueur d'onde 475 nm (a) et 590 nm (b). Les polarisations orthogonales sont moyennées pour reproduire la lumière naturelle non polarisée.

Chapitre 5

L'approximation de Born

5.1 Principe

Si on connaît la géométrie de la structure photonique, ce qui est notre cas, on peut, avec les principes de Huygens-Fresnel et l'approximation de Fraunhofer présentés en partie 2.2.5, simuler sa carte de diffraction. On fait l'hypothèse que l'interaction entre la lumière incidente et le milieu diffusant est très faible. Dans les structures photoniques naturelles cette hypothèse semble valide car le contraste d'indice est faible [48]. On ne considère donc que la diffusion simple, c'est-à-dire qu'un rayon lumineux est diffusé au plus une seule fois ; c'est l'approximation de Born, ou « approximation cinématique ». Elle est d'autant plus valable que l'intensité diffractée est faible par rapport à l'intensité incidente. Dans ce cadre, l'énergie dans la direction spéculaire est mal évaluée, on la trouve égale à l'énergie incidente, comme s'il n'y avait pas de perte par diffraction. Une meilleure modélisation de la réflexion spéculaire impliquerait de prendre en compte la diffusion multiple. Ici la réflexion n'est pas traitée à partir de coefficients de Fresnel aux interfaces ; le contraste d'indice entre les milieux apparaît comme un facteur multiplicatif de l'amplitude diffractée. Cette approximation est adaptée pour comprendre la répartition spatiale de la lumière diffractée hors spéculaire. Sur le plan calculatoire elle est simple à mettre en œuvre, ce qui permet de considérer le calcul de l'intensité diffractée par des structures non idéales, par exemple contenant du désordre de position ou de morphologie. L'approximation de Born est l'outil de base des calculs de diffraction des rayons X et depuis longtemps les cristallographes ont développé des outils pour rendre compte du désordre dans les cristaux [49]. Par exemple le modèle du paracristal développé par Hosemann permet d'introduire un désordre cumulatif dans la périodicité d'une structure, comme celle qui existe entre les stries des écailles de papillon. Le modèle du paracristal permet de décrire la distance entre stries plus proches voisines par une approche probabiliste. La distance entre deux stries voisines est donnée par une loi de distribution (*e.g.* gaussienne, lorentzienne) décrite par deux paramètres : la distance moyenne et la largeur de la distribution (l'écart-type). Connaissant cette loi, l'agencement spatial entre toutes les stries est décrit de proche en proche par un tirage au hasard de la distance entre premier voisin. Ainsi si on considère une strie « origine », la distance

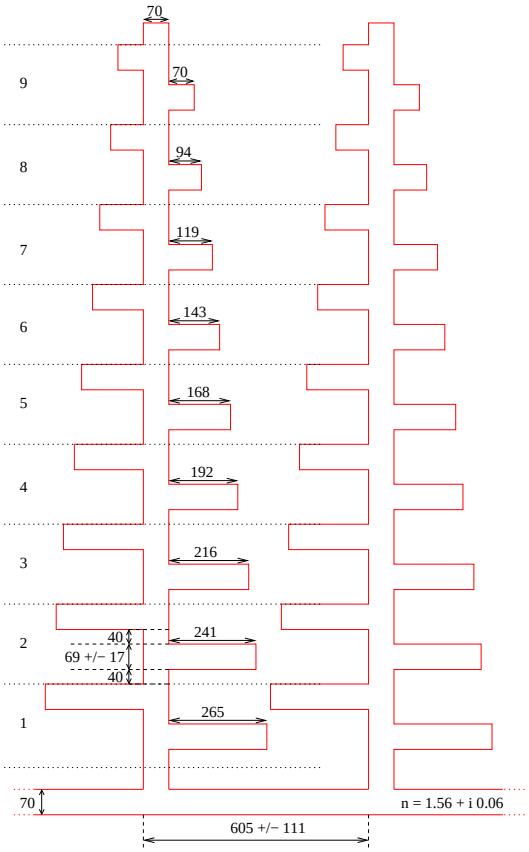


FIG. 5.1 – Modèle pour la structure photonique de *M. rhetenor* utilisé dans les simulations dans le cadre de l'approximation de BORN.

à laquelle se trouve sa plus proche voisine est tirée au hasard dans la loi de distribution. Celle à laquelle se trouve sa seconde voisine provient de deux tirages successifs, ce qui introduit un doublement de la distance moyenne comme cela est attendu mais aussi un élargissement de la distribution (d'où le terme désordre cumulatif). On répète la même opération pour les stries suivantes et ainsi de suite. Cette façon de modéliser le désordre est classique pour représenter des croissances d'objets nanométriques organisée et semble adéquate quand on imagine le processus de formation des stries dans la chrysalide.

5.2 Résultats

Pour ces simulations nous avons représenté la structure photonique par le modèle tracé en figure 5.1.

En figure 5.2, en bas la carte de diffraction mesurée au goniospectrophotomètre à 450 nm sous une incidence de 30° avec le plan d'incidence parallèle aux stries, présentée en figure 2.15. Ici l'axe des abscisses représente l'angle de mesure ϕ, variant de -70° à 70°

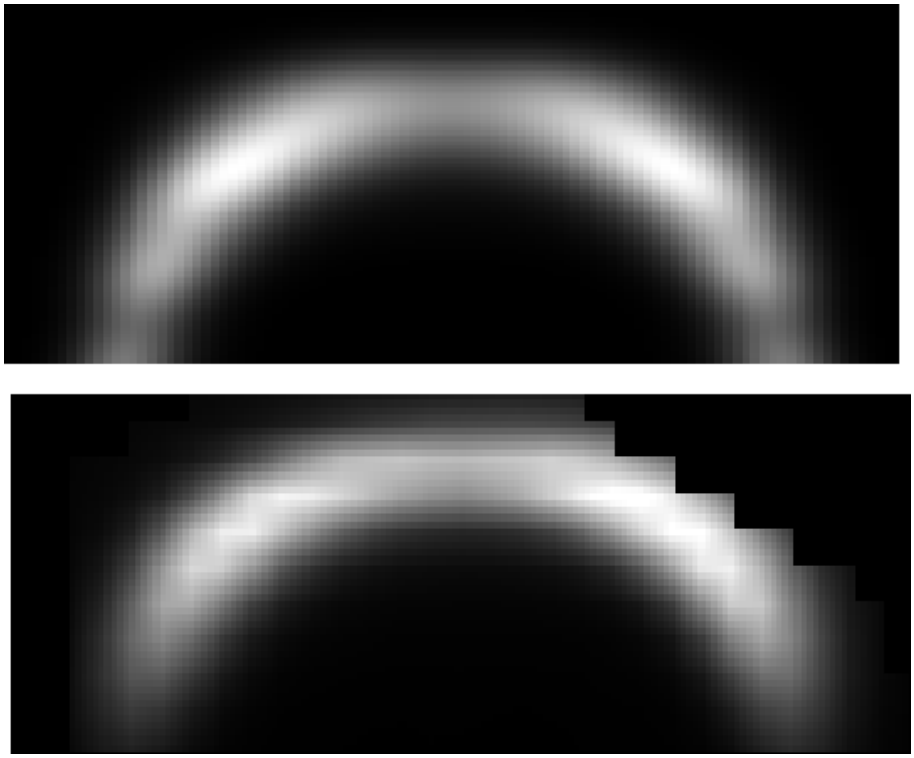


FIG. 5.2 – Cartes de diffraction simulée (en haut) et mesurée (en bas).

de gauche à droite, l'axe des ordonnées représente l'angle de mesure θ, variant de 20 à 70° de haut en bas, l'échelle de gris représente l'intensité diffractée.

En haut de la figure 5.2, la carte de diffraction simulée. On part de la structure parfaitement ordonnée de la figure 5.1 avec la largeur de la distribution de distance entre stries de 110 nm. Pour obtenir l'accord entre simulation et mesure, il faut introduire les trois effets suivants.

- De façon équiprobable le sapin est soit celui de la figure 5.1, son son symétrique par rapport à un plan miroir parallèle au plan dincidence. Ce point est nécessaire pour rendre compte de la symétrie de la mesure de l'intensité diffusée par rapport au plan ϕ=0°.
- On ajoute une largeur de distribution sur les dimensions des sapins, dilatation globale de ± 10 % sur les sapins autour de la valeur moyenne. Sinon, il apparaît des variations d'intensité non mesurées.
- On introduit du désordre dans la position verticale relative des stries, sous la forme d'une distribution de hauteur entre sapins premiers voisins de ± 100 nm. On observe alors l'étalement des ordres sur le cône de diffraction. On comprend bien que si deux stries voisines ne sont pas tout à fait à la même hauteur, les rayons réfléchis par elles ne sont pas en phase, donc les interférences qui d'habitude expliquent les ordres de diffraction sont « moins constructives ».

Cette méthode de simulation présente plusieurs avantages : elle n'exige que peu de puissance de calcul ; elle se prête bien à la prise en compte du désordre ; elle est naturellement adaptée à la simulation de la carte de diffraction dans l'espace réciproque. Ainsi elle pourrait servir à l'exploration des structures photoniques naturelles, complexes et désordonnées.

Chapitre 6

Le lancer de rayons arrière de *Virtuelium*

Au laboratoire de Mathématiques Appliquées aux Sciences (MAS) de l'École Centrale de Paris, Patrick Callet et ses collaborateurs développent *Virtuelium*. C'est un logiciel libre de calcul d'image de synthèse 3D multi-spectral, disponible sur le site internet :
`http ://sourceforge.net/projects/virtuelium`
Les objectifs : reproduire l'apparence visuelle des matériaux et faire des simulations multi-échelles des interactions lumière-matière.

L'observation de moiré sur *M. rhetenor* permet d'établir la topographie du relief de ses ailes (1.2). Leur surface peut alors être approchée par une surface polygonale (en l'occurence triangulaire) par parties. Les polygones sont projetés indépendamment sur une carte. Le *M. rhetenor* est un objet assez plat donc cette projection est proche d'une projection linéaire sur une carte plane. Sur cette carte, on délimite des régions, correspondant aux BRDF à utiliser. La réflexion d'un morceau d'aile de *M. rhetenor* est caractérisée par un tableau contenant :

- la longueur d'onde ;
- la polarisation du rayon incident (pour l'instant seulement s ou p) ;
- l'angle θ_i entre la normale à la surface et le rayon incident ;
- l'angle ϕ_i entre le plan d'incidence et les stries ;
- l'angle θ_r entre la normale à la surface et le rayon émergent ;
- l'angle ϕ_r entre le plan d'émergence et les stries ;
- le pourcentage de l'énergie incidente diffractée dans cette direction.

Ici, ces informations sont le résultat de simulations avec la méthode RCWA sur la structure parfaitement ordonnée. La surface géométrisée représentant le papillon est placée dans un scène sous un éclairage normalisé. Le logiciel effectue un lancer de rayons « arrière » : on fait partir des rayons de la caméra virtuelle. On sélectionne les rayons interceptés par l'objet. Du point de l'objet touché par un rayon, on renvoie des rayons dans les directions où la surface doit être éclairée pour qu'un ordre émerge vers la caméra. On peut ainsi construire des images virtuelles de *M. rhetenor* comme celles de la figure 6.1. L'éclairage est un dôme réfléchissant une source ponctuelle, illuminant D65.

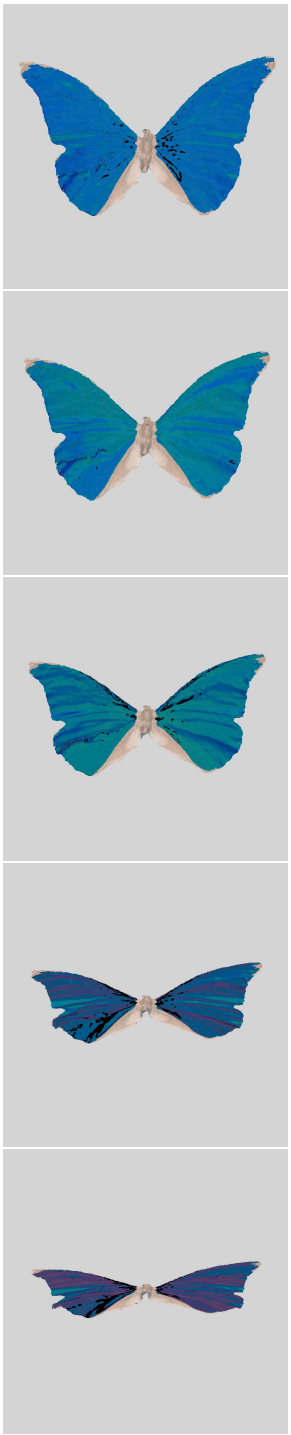


FIG. 6.1 – Images virtuelles de *M. rhetenor*
simulées avec la méthode RCWA et le logiciel virtuelium. L'angle entre la normale au papillon et la caméra prend les valeurs 0, 20, 40, 60 et 70°.

Conclusion

L'iridescence suscite depuis bien longtemps l'intérêt des physiciens. Elle met en jeu de nombreux paramètres : structure optique, longueur d'onde et angle d'incidence, angle d'observation... Nous nous sommes focalisés sur une espèce, *M. rhetenor*. Nous avons multiplié les techniques de caractérisation, tant morphologique qu'optique, afin d'explorer le lien entre l'architecture et le comportement optique. Nous avons porté une attention particulière à l'influence des différentes échelles morphologiques sur l'effet optique.

Si les techniques de caractérisation morphologique utilisées ici sont relativement courantes, leur usage sur les structures photoniques naturelles demande du soin. En particulier, en microscopie électronique, il faut prêter attention aux déformations de l'échantillon induites par la préparation et l'observation. Par ailleurs, la localisation de la mélanine et son absorption doivent être précisées.

Les mesures de la répartition spectrale et spatiale de la lumière réfléchie montrent qu'interférences et diffraction coexistent, avec le désordre. Dans ces mesures, le désordre dans l'architecture de la structure photonique dilate les maxima. Le désordre d'orientation des écailles amoindrit l'effet de l'incidence sur l'amplitude réfléchie. Les mesures optiques sur des écailles isolées devraient permettre de s'affranchir de l'effet du voisinage des autres écailles sur l'aile. On peut ainsi mieux sonder le comportement optique de la structure photonique. Moyennant quelques adaptations, le diffusomètre dont nous disposons à l'INSP devrait permettre d'établir instantanément une carte de diffraction sur une écaille. Les mesures en polarimétrie sur différents *Morphos* se sont révélées possibles, répétables et caractéristiques de l'espèce. Le développement de telles mesures, en particulier sur des écailles isolées, peut s'avérer judicieux. Elles augmentent la quantité d'information optique sur le système étudié. L'usage de la matrice de Mueller et du degré de polarisation peut permettre de quantifier le désordre. Par ailleurs, de nombreux animaux sont sensibles à la polarisation de la lumière.

Pour simuler les mesures optiques, nous avons principalement utilisé la technique RCWA. La structure photonique est modélisée comme un empilement de réseaux de même période. Ceci a permis de retrouver la plupart des résultats de mesures optiques et de comprendre la différence entre désordre dans l'écaille et désordre entre écailles. La rugosité de surface et la diffusion de volume provoquent probablement des interférences autour de chaque ordre de diffraction. On ne connaît rien des éventuels effets de bord d'écaille. La prise en compte de ces phénomènes dans les simulations présente donc un intérêt. Elle pourra être accompagnée de mesures dédiées.

Actuellement de nombreux travaux sont consacrés à la reproduction de structures photoniques naturelles comme celle de *M. rhetenor*. Un enjeu est de contrôler les couleurs et effets visuels des matériaux artificiels. Enfin, dans sa recherche de nouveaux systèmes optiques, l'humain explore surtout le règne animal. Les végétaux présentent aussi des effets colorés, souvent plus discrets, mais tout aussi « merveilleux ».

Bibliographie

[1] A. A. Michelson. On metallic colouring in birds and insects. *Phil. Mag.*, 21 :554–567, 1911.

[2] Lord Rayleigh. On the optical character of some brilliant animal colours. *Phil. Mag.*, 37 :98–111, 1919.

[3] C. W. Mason. Structural colors in feathers. II. *J. Phys. Chem.*, 27 :401–447, 1923.

[4] C. W. Mason. Structural colors in insects. I. *J. Phys. Chem.*, 30 :383–395, 1926.

[5] C. W. Mason. Structural colors in insects. II. *J. Phys. Chem.*, 31 :321–354, 1927.

[6] C. W. Mason. Structural colors in insects. III. *J. Phys. Chem.*, 31 :1856–1872, 1927.

[7] T. F. Anderson and A. G. Richards, Jr. An electron microscope study of some structural colors of insects. *J. Appl. Phys.*, 13 :748–758, 1942.

[8] E. Merritt. A spectrophotometric study of certain cases of structural color. *JOSA RSI*, 11(2) :93–98, 1925.

[9] S. Berthier, E. Charron, and A. Da Silva. Determination of the cuticle index of the scales of the iridescent butterfly *Morpho menelaus*. *Optics communications*, 228 :349–356, 2003.

[10] S. Berthier, J. Boulenguez, and Zs. Bálint. Multiscaled polarization effects in *Suneve coronata* (Lepidoptera) and other insects : application to anti-counterfeiting of banknotes. *Appl. Phys. A*, 86 :123–130, 2007.

[11] E. Yablonovitch. Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics. *Phys. Rev. Lett.*, 58(20) :2059–2062, 1987.

[12] V. Lousse. *Étude théorique des phénomènes de bistabilité dans les structures optiques non linéaires intégrant des crisctaux photoniques*. PhD thesis, Facultés universitaires Notre-Dame de la Paix - Namur, 2003.

[13] D. Cassagne. Matériaux à bandes interdites photoniques. *Ann. Phys. Fr.*, 23(4), 1998.

[14] Z. Montiel-González, G. Luna-Bárcenas, and A. Mendoza-Galván. Thermal behaviour of chitosan and chitin thin films studied by spectroscopic ellipsometry. *phys. stat. sol. (c)*, 5(5) :1434–1437, 2008.

[15] J. F.V. Vincent and U. G.K. Wegst. Design and mechanical properties if insect cuticle. *Arthropod Structure & Development*, 33 :187–199, 2004.

[16] R. Potyrailo, H. Ghiradella, A. Vertiatchikh, K. Dovidenko, J.R. Cournoyer, and E. Olson. *Morpho* butterfy wing scales demonstrate highly selective vapour response. *Nature Photonics*, 1 :123–128, february 2007.

[17] M. Large, S. Wickham, J. Hayes, and L. Poladian. Insight from nature : optical biomimetics. *Physica B*, 394(2) :229–232, 2007.

[18] T. Lenau and M. Barfoed. Colours and metallic sheen in beetle shells - a biomimetic search for material structuring principles causing light interference. *Advanced Engineering Materials*, 10(4) :299–314, 2008.

[19] J. R. Soc. Interface, editor. *Iridescence : more than meets the eye*, volume 6, 2009.

[20] H. Wiklund, H. Arwin, and K. Järrendahl. A fem-based application for numerical calculations of ellipsometric data. *phys. stat. sol. (a)*, 205(4) :945–948, 2008.

[21] L. Plattner. Optical properties of the scales of *Morpho rhetenor* butterflies : theoretical and experimental investigation of the back-scattering of light in the visible spectrum. *J. R. Soc. Interface*, 1 :49–59, 2004.

[22] S. Banerjee, J.B. Cole, and T. Yatagai. Colour characterization of a *Morpho* butterfly wing-scale using a high accuracy nonstandard finite-difference time-domain method. *Micron*, 38 :97–103, 2007.

[23] K. Watanabee, T. Hoshino, K. Kanda, Y. Haruyama, T. Kaito, and S. Matsui. Optical measurement and fabrication from a *Morpho*-butterfly-scale quasistructure by focused ion beam chemical vapor deposition. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 23(2) :570–574, Mar/Apr 2005.

[24] J. Huang, X. Wang, and Z.L. Wang. Controlled replication of butterfly wings for achieving tunable photonic properties. *Nano Lett.*, 6(10), 2006.

[25] M.R. Weatherspoon, Y. Cai, M. Crne, M. Srinivasarao, and K.H. Sandhage. 3d rutile titania-based structures with *Morpho* butterfly wing scale morphologies. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 47, 2008.

[26] T. Saison, C. Peroz, V. Chauveau, S. Berthier, E. Sondergard, and H. Arribart. Replication of butterfly wing and natural lotus leaf structures by nanoprinting on silica sol-gel films. *Bioinsp. Biomim.*, 3, 2008.

[27] L. Kassarov. Is aposematism a valid concept in predator-prey relationships between birds and butterflies ? a different point of view. *Tropical lepidoptera*, 12(1-2) :1–15, May November 2001.

[28] K. Vulinec. Iridescent dung beetles : a different angle. *Florida entomologist*, 80(2) :132–141, 1997.

[29] A. Parker. 515 million years of structural colour. *J. Opt. A : Pure Appl. Opt.*, 2 :R15–R28, 2000.

[30] Jean-Louis Meyzonette and Thierry Lépine. *Bases de radiométrie optique.* Cépaduès-éditions, 2003.

[31] S. Berthier. Thermoregulation and spectral selectivity of the tropical butterfly *Prepona meander* : a remarkable example of temperature auto-regulation. *Appl.Phys. A*, 80 :1397–1400, 2005.

[32] J. Caron. *Diffusion de la lumière dans les milieux stratifiés : prise en compte des interfaces rugueuses et des effets de polarisation.* PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), 2003.

[33] P. Vukusic. Quantified interference and diffraction in single morpho butterfly scales. *Proceedings : Biological Sciences, The Royal Society of London*, 266 :1403–1411, 1999.

[34] S. Berthier, E. Charron, and J. Boulenguez. Morphological structure and optical properties of the wings of morphidae. *Insect Science*, 13 :73–90, 2006.

[35] L. Simonot and G. Obein. Geometrical considerations in analysing isotropic or anisotropic surface reflections. *Appl. opt.*, 46(14) :2615–2623, 2007.

[36] H. Dammann. Color separation gratings. *Appl. opt.*, 17(15) :2273–2279, 1978.

[37] J. J. Cowan. Aztec surface-relief volume diffractive structure. *J. Opt. Soc. Am. A*, 7(8) :1529–1544, August 1990.

[38] R. Petit. *Electromagnetic theory of gratings.* Springer-Verlag, 1980.

[39] H. Arwin. Applied optics and material optics, 2007. Laboratory of Applied Optics, IFM, LiU, polycopié de cours.

[40] M. Anastadiadou. *Imagerie polarimétrique : développements instrumentaux et applications biomédicales.* PhD thesis, École Polytechnique, décembre 2007.

[41] W.S. Bickel and W.M. Bailey. Stokes vectors, mueller matrices, and polarized scattered light. *Am. J. Phys.*, 53(5) :468–478, 1985.

[42] S. Ben Hatit, M. Foldyna, A. De Martino, and B. Drévillon. Angle-resolved Mueller polarimeter using a microscope objective. *phys. stat. sol. (a)*, 205(4) :743–747, 2008.

[43] B. Gralak, G. Tayeb, and S. Enoch. Morpho butterflies wings color modeled with lamellar grating theory. *Opt. Express*, 9(11) :567–578, 2001.

[44] S. Kinoshita, S. Yoshioka, and K. Kawagoe. Mechanisms of structural colour in the *Morpho* butterfly : cooperation of regularity and irregularity in an iridescent scale. *Proc. R. Soc. Lond. B*, 269 :1417–1421, 2002.

[45] M. G. Moharam, E. B. Grann, D. A. Pommet, and T. K. Gaylord. Formulation for stable and efficient implementation of the rigorous coupled-wave analysis of binary gratings. *J. Opt. Soc. Am. A*, 12(5) :1068–1076, May 1995.

[46] M. G. Moharam, D. A. Pommet, E. B. Grann, and T. K. Gaylord. Stable implementation of the rigorous coupled-wave analysis for surface-relief gratings : enhanced transmittance matrix approach. *J. Opt. Soc. Am. A*, 12(5) :1077–1086, May 1995.

[47] P. Lalanne and G. M. Morris. Highly improved convergence of the coupled-wave method for tm polarization. *J. Opt. Soc. Am. A*, 13(4) :779–784, April 1996.

[48] J. P. Vigneron, V. Lousse, L. P. Biró, Z. Vértesy, and Zs. Bálint. Reflectance of topologically disordered photonic crystal films. *Proc. of SPIE*, 5733 :308–315, 2005.

[49] F. Leroy, R. Lazzari, and G. Renaud. Effects of near-neighbor correlations on the diffuse scatering from a one-dimensional paracrystal. *Acta Cryst.*, A60 :565–581, 2004.

[50] S. Berthier. *Iridescences, les couleurs physiques des insectes.* Springer-France, Paris, 2003.

Caractérisation et modélisation de structures photoniques multi-échelles dans les bio-organismes, une espèce caractéristique des Morphidés : *Morpho rhetenor*

Résumé

Les ailes iridescentes du papillon Morpho rhetenor sont couvertes d'écailles profondément striées comme des réseaux de diffraction. Chaque strie est un empilement de couches minces d'air et de chitine. La recherche d'inspiration pour de nouveaux composants motive l'étude des propriétés optiques de cette structure photonique. Sa géométrie est caractérisée à différentes échelles. Les spectres de réflexion confirment les interférences. La diffraction par les stries explique la répartition spatiale de l'intensité réfléchie. Nous avons exploré les propriétés optiques des écailles en microspectrophotométrie et en micropolarimétrie. Nous simulons le champ électromagnétique dans la structure avec la méthode Rigorous Coupled-Wave Analysis. L'introduction de désordre dans la structure photonique et entre écailles permet de mieux comprendre les résultats des mesures. Des simulations avec la méthode des éléments finis et la première approximation de Born montrent l'intérêt de ces outils.

Mots clef

structures photoniques naturelles, couleurs structurales, iridescence, bio-inspiration, modélisation multi-échelle

---

Characterization and modeling of multi-scaled photonic structures in bioorganisms, a species typical of Morphidae : Morpho rhetenor

Abstract

Iridescent wings of Morpho rhetenor butterfly are covered with scales. These are deeply striated, like diffraction gratings. Every ridge is a stack of thin films of air and chitin. Bio-inspiration for new components motivates the study of the optical properties of this photonic structure. Its morpholohy was characterized at several size scales. The reflexion spectra confirm interference. The diffraction by the ridges explains the spatial repartition of the reflected light. The optical properties of the scales were explored using microspectrophotometry and micropolarimetry. We simulated the electro-magnetic field in the photonic structure with a "Rigorous Coupled-Wave Analysis" method. The introduction of disorder within the photonic structure and between the scales gives us a better understanding of measurement results. Simulations with the finite elements method and the first Born approximation show us how useful these tools can be.

Keywords

natural photonic structures, structural colours, iridescence, bio-inspiration, multiscaled modeling