RÉFLECTOMÈTRE DESTINÉ A DES MESURES EN LUMIÈRE POLARISÉE DANS L'ULTRAVIOLET A VIDE

Par EDMOND UZAN, JEAN MARTIN et HENRI DAMANY,

Laboratoire des Hautes Pressions, C.N.R.S., 92-Bellevue.

(Reçu le 6 août 1969.)

Résumé. — Les auteurs décrivent un réflectomètre destiné à des mesures en lumière polarisée dans l'ultraviolet à vide, sur des matériaux massifs ou évaporés. Cet appareil offre la possibilité de faire varier de façon continue l'angle d'incidence de 4° à 86° et de changer l'orientation du plan d'incidence. Il est associé à un miroir torique qui joue un rôle de polariseur et d'élément de focalisation et l'on montre comment on peut déterminer le degré de polarisation de la lumière incidente sur l'échantillon.

Abstract. — A vacuum ultraviolet reflectometer for bulk or evaporated materials is described and it is associated with a toroidal mirror which acts simultaneously as a polarizer and a focusing device. The angle of incidence can be varied continuously from 4° to 86° and the plane of incidence rotated. The degree of polarization of the incident beam on the sample has been determined.

I. Introduction. — Dans certaines régions spectrales comme l'ultraviolet à vide, il est nécessaire, en raison de la forte absorption des matériaux, de faire appel, pour en étudier les propriétés optiques, à des mesures de pouvoir réflecteur. L'intérêt grandissant porté à ce type de mesures s'est manifesté récemment par la description, dans la littérature, d'un certain nombre de réflectomètres [1-6]. Lorsqu'il s'agit d'étudier des matériaux isotropes, on peut opérer, avec ces réflectomètres, soit en lumière polarisée, soit en lumière non polarisée [7-14]. Par contre, pour étudier un cristal anisotrope, il est avantageux de disposer d'une lumière polarisée. C'est ainsi que dans le cas de cristaux uniaxes, on pourra faire appel à des mesures de pouvoir réflecteur en lumière polarisée à plusieurs angles d'incidence. Nous avons envisagé par ailleurs [15] différentes méthodes possibles de détermination des constantes optiques à partir de ces mesures et montré, en particulier, qu'il est souhaitable que le degré de polarisation soit suffisamment élevé et déterminé avec une bonne précision. Notons qu'il peut exister des différences dans la façon d'exploiter les résultats des mesures de pouvoir réflecteur [16-17]. Pour être complet, rappelons que l'on peut également [18] déduire les constantes optiques d'un matériau uniaxe de mesures de pouvoir réflecteur sous incidence normale et en lumière non polarisée, avec deux lames taillées suivant deux orientations différentes et en utilisant ensuite les relations de Kramers-Krönig. L'inconvénient de cette dernière méthode est la nécessité de connaître le spectre de réflexion

dans un domaine spectral aussi étendu que possible; par contre, elle permet de mesurer rapidement le taux d'anisotropie d'un cristal. Le réflectomètre, que nous allons décrire et dont le principe mécanique est particulièrement simple, n'exclut pas la possibilité de mesures sous une incidence aussi voisine que possible de l'incidence normale tout en permettant une variation continue de l'angle d'incidence jusqu'à l'incidence presque rasante. Nous avons prévu également, pour les mesures en lumière polarisée, une rotation de l'ensemble du réflectomètre autour du rayon incident.

Le faisceau de sortie d'un monochromateur en incidence normale n'est, en général, que très peu polarisé [19] : les mesures polarimétriques s'accommodant mal d'un degré de polarisation trop faible [15], on doit introduire avant le réflectomètre un polariseur. On peut faire appel à des polariseurs par transmission, par exemple une pile de glaces [20-21], ou un prisme polariseur [22-23], mais on se heurte à la limitation spectrale imposée par l'absorption du matériau. Au contraire, l'utilisation d'un polariseur par réflexion sous l'incidence brewstérienne ou pseudo-brewstérienne permet d'obtenir un degré de polarisation élevé dans un large domaine spectral; c'est cette solution que nous avons choisie : après avoir donné les caractéristiques du montage adopté et montré quels en sont les avantages, nous décrirons le réflectomètre proprement dit et nous présenterons enfin quelques résultats préliminaires obtenus avec ce dispositif.

II. Réalisation pratique. — Sur la figure 1 sont schématisés les principaux éléments de l'appareillage; ces éléments sont associés à un monochromateur à réseau sous incidence normale couvrant la région 500-3 000 Å.

FIG. 1. — Schéma général de l'appareillage monté à la sortie du monochromateur : R_1 et R_2 , roulements à billes; récepteur, ensemble d'une couche de salicylate qui transmet une lumière de fluorescence, elle-même renvoyée vers la photocathode par un miroir en Al.

A. MIROIR TORIQUE. — On peut polariser le faisceau issu du monochromateur tout en corrigeant sa divergence ($2^\circ 52'$ horizontalement et $1^\circ 43'$ verticalement), en utilisant un miroir torique. Compte tenu du matériau utilisé pour ce dernier (glace blanche), un angle d'incidence de 60° est favorable à une polarisation élevée [24]; la distance entre le centre du miroir torique et le récepteur étant de 300 mm environ, les rayons de courbure permettant de satisfaire les conditions de stigmatisme [25], lorsque l'on a choisi comme angle d'incidence 60° , sont $r_H = 600$ mm et $r_V = 150$ mm. Il en résulte une bonne concentration lumineuse sur le récepteur et une réduction

FIG. 2. — Pouvoirs réflecteurs R_s et R_p en fonction de l'angle d'incidence φ , de la glace blanche à 1 700 Å.

importante de la surface utile du matériau (fig. 1), ce qui permet, pour un échantillon donné, de travailler jusqu'à des incidences plus élevées. Dans la région de Schumann, l'angle de 60° correspond dans un domaine spectral assez étendu à l'incidence pseudobrewstérienne et à un pouvoir réflecteur de la composante favorisée qui reste relativement élevé (fig. 2), on réalise donc un compromis acceptable entre les conditions de luminosité et de polarisation.

Le cas échéant, en particulier dans l'ultraviolet extrême où il faut réduire le nombre des réflexions et où les monochromateurs, utilisant souvent les réseaux sous une incidence relativement élevée (montage Seya-Namioka ou montage en incidence rasante), fournissent à la sortie un faisceau déjà polarisé [26-28], il convient d'envoyer celui-ci directement sur le matériau, ce que l'on peut faire en utilisant l'entrée 2 du réflectomètre. La distance : fente-surface de l'échantillon se réduit alors à 13 cm environ.

B. RÉFLECTOMÈTRE. — La figure 3 illustre schématiquement le principe mécanique utilisé pour le « doubleur d'angle » du réflectomètre.

FIG. 3. — Schéma de principe du réflectomètre : zz' , axe de rotation commun au récepteur et à l'échantillon; r , ressort; R , disque commandé de l'extérieur; P , galet; B , socle fixe.

Plus précisément, il s'agit d'un « diviseur d'angle », car c'est la rotation du récepteur qui provoque une rotation d'angle moitié du porte-échantillon autour d'un axe de rotation zz' contenu dans le plan de l'échantillon. L'essentiel de la mécanique de liaison du mouvement du porte-échantillon à celui du récepteur est constitué par l'ensemble B, P, R ; B est un

socle fixe sur lequel le galet P roule sans glisser; P est lui-même entraîné sans glissement par le disque R dont la rotation est commandée de l'extérieur de l'enceinte à vide. Le récepteur est solidaire de R, alors que le porte-échantillon est solidaire de P; la poussée du ressort r assure une pression suffisante entre P et R d'une part, P et B d'autre part, pour que les mouvements relatifs aient lieu sans glissement. Un tel dispositif assure l'obtention d'un angle moitié quels que soient les rayons du chemin de roulement et du galet et se distingue des autres procédés [1-6, 29] par la simplicité de son principe et de sa réalisation. Il fallait pourtant s'assurer que la condition essentielle d'absence de glissement était rigoureusement satisfaite : la faible inertie des pièces en mouvement et la lenteur de celui-ci, joints à la possibilité de doser la pression sur le galet, constituaient des facteurs favorables, mais c'est un contrôle optique qui nous a permis de conclure au bon fonctionnement. En effet, dans un premier stade, le réflectomètre a été réglé sur table au moyen d'un faisceau laser et on a observé l'image obtenue au niveau du récepteur. Nous avons pu constater qu'elle restait rigoureusement fixe (déplacement $< 0,1$ mm) pour la position directe et pour la position réfléchie quel que soit l'angle d'incidence choisi, et qu'en outre ce réglage se conservait après des manœuvres répétées (variation de l'angle d'incidence, basculement du miroir) dans les mêmes conditions qu'en utilisation sous vide. Dans un second stade, nous avons monté le réflectomètre dans son enceinte et procédé, dans le but d'écarter toutes les causes d'erreurs systématiques [30], à un réglage d'alignement : Source-Monochromateur-Miroir torique-Réflectomètre; celui-ci a d'abord été réalisé à l'aide d'un faisceau laser puis dans les conditions normales d'utilisation (lumière UV fournie par la source) et, chaque fois, contrôlé photographiquement. On a pu vérifier ainsi que l'image au niveau du récepteur restait fixe (à noter que le mouvement mécanique du monochromateur n'entraîne qu'un déplacement angulaire négligeable du faisceau de sortie, dans la région de Schumann). Expérimentalement, enfin, la reproductibilité des mesures confirme le fonctionnement sûr de ce mode de liaison, le signal du photomultiplicateur étant très sensible à la position de la tache lumineuse sur la couche de salicylate.

Réception. — Le récepteur est un photomultiplicateur (P.M.) commercial R 106 Hamamatsu. Un petit miroir en aluminium renvoie sur la photocathode du P.M. la lumière de fluorescence émise par une couche de salicylate. Cette disposition permet de réduire l'angle d'incidence minimal à 4° environ [2]. Étant donné la concentration du faisceau sur le récepteur, la dimension du support de la couche de salicylate dans la direction orthogonale à zz' peut être limitée à 1 cm. Le diviseur de tension du P.M. est fixé directement aux broches et la liaison électrique aux passages de courant est assurée par des conducteurs en forme de ressorts souples.

Notons enfin qu'une commande extérieure peut faire basculer le porte-échantillon afin que l'on puisse mesurer l'intensité incidente et, éventuellement, effectuer une évaporation *in situ* à partir d'un évaporateur fixé au plateau inférieur de l'enceinte du réflectomètre.

L'ensemble du réflectomètre est solidaire d'une enceinte à vide en acier inoxydable qui peut tourner autour de l'axe commun des roulements à billes R_1 et R_2 . Un réglage important consiste à confondre cet axe avec le rayon moyen du faisceau incident sur l'échantillon (fig. 1).

III. Détermination du degré de polarisation du faisceau réfléchi par le miroir torique. — L'utilisation que nous envisageons du réflectomètre nécessite la connaissance préalable du degré de polarisation V du faisceau incident sur l'échantillon (V , quotient de sa composante totalement polarisée par l'intensité totale). V peut se calculer [15, 31-33] à partir de mesures de pouvoirs réflecteurs d'un miroir sous une incidence de 45° pour laquelle [34] nous avons la relation $R_p = R_s^2$.

Lorsque cette polarisation est obtenue par le miroir torique, et que l'on peut négliger la polarisation V_0 introduite par le réseau utilisé en incidence normale (celle-ci a été évaluée et ne dépasse pas 5 %), le faisceau réfléchi par le miroir torique a un degré de polarisation égal au pouvoir polariseur $P = \frac{R_s - R_p}{R_s + R_p}$ de ce miroir. P peut être calculé à partir de mesures de pouvoir réflecteur d'un miroir plan constitué par le même matériau que le miroir torique et attaqué sous le même angle d'incidence [33].

La relation $\frac{I_H - I_V}{I_H + I_V} = P \cdot V$ devient alors :

$$\frac{I_H - I_V}{I_H + I_V} = P^2 = V^2$$

où I_H et I_V désignent les intensités réfléchies par le miroir plan pour les positions horizontale et verticale du plan d'incidence.

La détermination de V (fig. 4) est plus précise par cette méthode que par la précédente, en particulier

FIG. 4. — Variation du degré de polarisation, obtenu par réflexion sur le miroir torique, dans la région de Schumann.

parce que la différence $R_H - R_V$ qu'elle fait intervenir est plus grande à 60° qu'à 45° (fig. 2).

L'interposition du miroir torique entre la fente de sortie du monochromateur et la surface plane de l'échantillon transforme le faisceau divergent issu du monochromateur en un faisceau convergent de même ouverture. Sur le miroir torique, utilisé dans des conditions de stigmatisme, l'angle d'incidence est stationnaire ($-2'$ d'écart pour les rayons extrêmes), mais sur la surface plane de l'échantillon nous avons la même dispersion angulaire que s'il n'y avait pas de miroir torique (dispersion du faisceau sortant du monochromateur). Ayant par ailleurs déterminé (§ IV)

nution de la valeur de V par rapport à celle qu'il aurait si l'incidence était exactement φ_b .

— DE LA PRÉCISION MÊME DES MESURES. — La répercussion des influences antagonistes de l'existence de V_0 et de celle de la variation de l'angle d'incidence ajoutée à celles des erreurs de nos mesures dues à des causes classiques (bruit du récepteur, lumière diffusée...) se traduit par les résultats rassemblés dans le tableau I.

TABLEAU I

λ (Å)	$V_{\text{mesuré}}$	$V_{\text{calculé}} (*)$
1 266	0,910	0,922
1 318	0,932	0,963
1 355	0,945	0,976
1 411	0,960	0,976
1 467	0,975	0,995
1 536	0,985	0,996
1 608	0,991	0,988
1 691	0,993	0,996
1 891	0,990	0,995
2 206	0,974	0,985
2 607	0,980	0,984

(*) A partir des constantes optiques n et k de la glace blanche, en supposant $V_0 = 0$ et $\varphi \equiv 60^\circ$.

les constantes optiques de la glace blanche, nous avons pu recalculer V , mais sans tenir compte de la dispersion angulaire et de V_0 . On constate alors une certaine différence entre ces valeurs et celles de V mesuré (tableau I). Cette différence résulte :

— DE L'EXISTENCE DU DEGRÉ DE POLARISATION V_0 , FAIBLE MAIS NON NUL. — Le calcul montre que, dans l'hypothèse d'un V_0 égal à 5 % favorisant la composante verticale [19], une polarisation voisine de 98 % après réflexion sur le miroir ne serait entachée que d'une erreur de + 0,002.

Notons que les orientations principales du réseau et du miroir torique étant les mêmes, il ne s'introduit pas d'ellipticité.

— DE LA DISPERSION ANGULAIRE DES RAYONS PAR RAPPORT AU RAYON MOYEN POUR LEQUEL SEUL L'ANGLE D'INCIDENCE EST 60° . — Le pouvoir polariseur

$P = \frac{R_s - R_p}{R_s + R_p}$ est maximal à l'incidence pseudo-brewstérienne ; pour cette incidence φ_b , ou une incidence voisine, la valeur moyenne (qui correspond au cas réel) sur un intervalle ($\pm \Delta\varphi$) est inférieure à $P(\varphi_b)$: l'existence d'une variation angulaire autour de l'incidence du rayon moyen se traduit donc par une dimi-

IV. Détermination des constantes optiques de la glace blanche. — Une même coulée a fourni la glace blanche constituant le miroir torique et un miroir plan. Notamment pour contrôler le bon fonctionnement de notre appareil, nous avons déterminé les valeurs des constantes optiques de la glace blanche, en traçant les isorélectrices R_s et R_p pour diverses valeurs de l'angle d'incidence. Signalons que l'on peut déduire une information qualitative sur le sens de

FIG. 5. — Constantes optiques (n , indice de réfraction ; k , indice d'extinction) de la glace blanche et du quartz fondu.

TABLEAU II

φ	mesurés		calculés (*)	
	R_s	R_p	R_s	R_p
70°	0,3744	0,0270	0,3791	0,0347
60°	0,2461	0,0006	0,2456	0,0015
55°	0,2018	0,0042	0,2015	0,0040
45°	0,1433	0,0206	0,1421	0,0202
35°	0,1078	0,0385	0,1070	0,0386
25°	0,0865	0,0528	0,0864	0,0535
15°	0,0751	0,0625	0,0749	0,0635
7,5°	0,0706	0,0667	0,0705	0,0677

(*) A partir des constantes optiques $n = 1,68$ et $k = 0,19$.

l'erreur commise sur R_s et R_p due à la variation de l'angle d'incidence sur le miroir autour de la valeur φ_i correspondant au rayon moyen, en tenant compte de l'allure des courbes des pouvoirs réflecteurs. Comme V est voisin de 1, R_H et R_V se comportent respectivement comme R_s et R_p . On montre aisément que, selon qu'au point d'abscisse φ_i la concavité est dirigée vers le haut ou vers le bas, la valeur moyenne mesurée pour le pouvoir réflecteur correspondant est supérieure ou inférieure à celle relative à φ_i . Nous devons tenir compte de ces considérations lors du tracé des isorélectrices servant à la détermination des constantes optiques.

Nous avons représenté sur la figure 5 les résultats déduits de nos mesures sur la glace blanche. Nous avons également indiqué sur cette figure l'allure des courbes relatives au quartz fondu. L'étude plus complète de ce matériau sera reprise ultérieurement.

Nous avons rassemblé dans le tableau II les valeurs des pouvoirs réflecteurs R_s et R_p à 1 608 Å pour la glace blanche données par nos mesures directes et celles correspondant au couple (n, k) choisi à partir du tracé des isorélectrices. Sauf pour les pouvoirs réflecteurs très faibles et les incidences élevées, l'accord entre les valeurs mesurées et calculées pour ces constantes optiques est satisfaisant.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] SMITH (A.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1960, **50**, 863.
- [2] MADDEN (R. P.) et CANFIELD (L. R.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1961, **51**, 838.
- [3] SASAKI (T.) et ISHIGURO (K.), *Jap. J. Appl. Phys.*, 1963, **2**, 289.
- [4] CHUBB (C.) et HENSLEY (E.), *Rev. Sci. Inst.*, 1965, **36**, 547.
- [5] PRIOL (M.), DAUDE (A.) et Mme ROBIN (S.), *Le vide*, 1966, **123**, 244.
- [6] FEUERBACHER (B.), GODWIN (R. P.) et SKIBOWSKI (M.), *Rev. Sci. Inst.*, 1969, **40**, 305.
- [7] TOUSEY (R.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1939, **29**, 235.
- [8] SIMON (I.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1951, **41**, 336.
- [9] AVERY (D. G.), *Proc. Phys. Soc.*, 1952, B **65**, 425.
- [10] ROBINSON (T. S.), *Proc. Phys. Soc.*, 1952, B **65**, 910.
- ROBINSON (T. S.) et PRICE (W. C.), *Proc. Phys. Soc.*, 1953, B **65**, 963.
- [11] DITCHBURN (R. W.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1955, **45**, 743.
- [12] HUMPHREYS-OWEN (S. P. F.), *Proc. Phys. Soc.*, 1961, **77**, 949.
- [13] FAHRENFORT (J.), *Spectrochim. Acta*, 1961, **17**, 698.
- FAHRENFORT (J.) et VISSER (W. M.), *Spectrochim. Acta*, 1962, **18**, 1103.
- [14] POTTER (R. F.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1964, **54**, 904.
- [15] UZAN (E.), *Optica Acta*, 1968, **15**, 237.
- [16] GRAVES (R. H. W.) et LENHMAN (A. P.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1968, **58**, 884.
- [17] LE CALVEZ (Y.), STEPHAN (G.) et Mme ROBIN (S.), *Optica Acta*, 1968, **15**, 583.
- [18] LEIGA (A. G.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1968, **58**, 880.
- [19] HINSON (D. C.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1966, **56**, 408.
- [20] SCHELLMAN (J.), CHANDRASEKHARAN (V.) et DAMANY (H.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1964, **259**, 4590.
- [21] WALKER (W. C.), *Appl. Opt.*, 1964, **3**, 1457.
- [22] JOHNSON Jr (W. C.), *Rev. Sci. Inst.*, 1964, **35**, 1375.
- [23] STEINMETZ (D. L.), PHILLIPS (W. G.), WIRICK (W.) et FORBES (F. F.), *Appl. Opt.*, 1964, **6**, 1001.
- [24] CHANDRASEKHARAN (V.) et DAMANY (H.), *Appl. Opt.*, 1968, **7**, 687.
- [25] TERRIEN (J.), *Rev. d'Opt.*, 1937, **16**, 343.
- [26] ROHBAUGH (J. H.), PINE (C.), ZOELLNER (W. G.), HATCHER (R. D.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1958, **48**, 710.
- [27] STROKE (G. W.), *Rev. Opt. Théor. Instrum.*, 1960, **39**, 291.
- [28] YAKOVLEV (E. A.) et GERASIMOV (E. M.), *Optics Spectrosc.*, N.Y., 1961, **10**, 50.
- [29] VEHSE (R. C.), SUTHERLAND (J. C.) et ARAKAWA (E. T.), *Rev. Sci. Inst.*, 1968, **39**, 268.
- [30] BENNETT (H. E.) et KOEHLER (W. F.), *J. Opt. Soc. Am.*, 1960, **50**, 1.
- [31] UZAN (E.), Diplôme d'Études Supérieures, Fac. des Sc., Paris, 1965.
- [32] RABINOVITCH (K.), CANFIELD (L. R.) et MADDEN (R. P.), *Appl. Opt.*, 1965, **4**, 1005.
- [33] DAMANY (H.), *Rev. d'Opt.*, 1965, **1**, 1.
- [34] ABELES (F.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1950, **230**, 1942.