

THESE

Présentée pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE LOUIS PASTEUR – STRASBOURG I
MENTION : PHYSIQUE SPECIALITE : OPTIQUE PHYSIQUE - PHOTONIQUE

Par

Lhassan ELOUAD

**Contribution à la caractérisation de composants
diffractifs réalisés sur des matériaux
de type polypeptide**

Application aux mémoires diffractives

Soutenue Publiquement le Jeudi 22 avril 2004 devant la commission d'examen :

Directeur de thèse :	M. Patrick MEYRUEIS	Professeur ULP, Strasbourg
Rapporteur interne :	Mme. Catherine PICART	Maître de conférences ULP
Rapporteurs externes :	M. Jean-Jacques CLAIR M. Julien GRESSER	Professeur UTBM, Belfort Professeur UHA, Mulhouse
Examineur :	M. Paul SMIGIELSKI	Professeur ULP, Strasbourg
Membre invité :	M. Idriss EL HAFIDI	Chercheur ULP, Strasbourg

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire des Systèmes Photoniques de l'Ecole Nationale de Physique Supérieure de Strasbourg.

Je tiens tout d'abord à exprimer mes remerciements les plus sincères à M.P.Meyrueis pour m'avoir accueilli dans son laboratoire de recherche et pour m'avoir constamment encouragé et conseillé durant mon travail.

Mes remerciements vont aussi à M.I. El-Hafidi, Mme.R. Gryzmala pour leurs explications et leur disponibilité tout au long de cette thèse.

Je remercie vivement Mme.C. Picart et MM J.J. Clair et J. Gresser pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce mémoire.

Tout au long de mon travail, j'ai bénéficié de l'aide technique et de la compétence de plusieurs personnes, ainsi que de l'ambiance amicale régnant au laboratoire. Qu'elles trouvent ici toute ma reconnaissance pour leur précieux soutien.

Je ne saurais exprimer toute ma gratitude envers la patience de ma famille, et leurs encouragements tout au long de ce travail.

Mes remerciements vont également à la famille Schneider.

Je dédie enfin cette thèse à mes parents et mon oncle M.Rachdi qui m'ont donnés le courage de persévérer et de surmonter les moments les plus difficiles.

A Fatiha
Anass-Bilal

Résumé

La caractérisation des couches minces transparentes et des composants diffractifs de phase a une grande importance scientifique et technologique. Au cours de ce travail, et à partir des contraintes posées, nous avons proposé une méthode non destructive et non complexe qui peut être utilisée à la fois pour la caractérisation des couches vierges ou des structures diffractives sur les photopolypeptides. Cette méthode de résonance des couches minces permet la mesure des paramètres optiques à partir des variations de la réflectivité en fonction de l'angle d'incidence. En améliorant son principe, en réduisant ses erreurs, et en développant les programmes d'auto-étalonnage et de mesures sous LABVIEW. Les résultats obtenus sur des étalons par cette méthode sont tous à fait en accord avec ceux qui nous ont été fournis par leurs constructeurs. Cette méthode a été utilisée également pour la caractérisation des structures diffractives de polypeptide, l'accord des résultats obtenus avec des mesures de leur efficacité de diffraction ont confirmé son utilisation.

Parmi les avantages de la méthode proposée, outre sa facilité de mise en œuvre, son étendue de mesure, elle permet aussi la caractérisation des couches ayant un indice de réfraction proche de celui du substrat « comme le cas des couches de photopolypeptide après développement », ceci aurait été très difficile par les méthodes connues : interférentielles, spectroscopiques, ou ellipsométriques.

Mots-clés

couches minces, méthodes optiques, résonance des couches minces, composants diffractifs, mémoires diffractives, photopolypeptides.

Abstract

The optical characterization of transparent thin layers and diffractive phase components has a great scientific and technological importance. Starting from constraints, we propose a nondestructive and simple method which can be used for the characterization of the plain layers and for the same with diffractive structure of photopolypeptides. This method is named resonance of thin layers allows to the measurement of the optical parameters resulting from the local variations of the reflectivity according to the angle of incidence. By improving basic principle, by reducing errors, and by developing calibration programs of and measurement process under LABVIEW. The results obtained on standards by this method are in agreement with those which were provided by their manufacturers. The method is then used for the characterization of the diffractive polypeptide layers. The agreement of the results obtained with measurements of diffraction efficiency confirms its power.

The proposed method allows the characterization of the layers having an index of refraction close to that of the substrate " like the case of the layers of photopolypeptide after development ", this would have been very difficult by the known methods: interferential, spectroscopic, ellipsometric.

Key words

Thin layers, optical methods, resonance of thin layers, diffractives components, diffractives memories, photopolypeptide

Table des matières

Introduction

générale..... 5

Chapitre 1: Rappels concernant quelques matériaux pour l'holographie et les mémoires

diffractives..... 15

1 Introduction.....	16
2 Les halogénures d'argent	17
2.1 Mécanisme d'enregistrement.....	17
2.2 La sensibilité.....	18
2.3 Le développement.....	18
2.4 Le blanchiment.....	19
3 Les photopolymères	19
4 Les matériaux Photoresists.....	20
5 Les matériaux thermoplastiques.....	21
6 Les matériaux Photoréfractifs	22
6.1 Caractéristiques des matériaux photoréfractifs pour l'holographie.....	24
6.2 Le mécanisme de l'enregistrement.....	24
6.3 La fixation et l'effacement.....	25
7 Les matériaux photochromes	25
8 Les photopolypeptides : la gélatine bichromatée.....	26
8.1 Formation de l'hologramme sur la DCG.....	28
8.2 Préparations des couches de DCG.....	29
8.2.1 Préparation des films de gélatine	29
8.2.2 La sensibilisation.....	30
8.2.3 Le développement.....	30
8.3 Les mécanismes d'enregistrement.....	30
9 Conclusion	32
Références.....	33

Chapitre 2: Rappels concernant quelques technologies holographiques particulièrement pour le stockage diffractif de données 36

PARTIE A : METHODES HOLOGRAPHIQUES.....	37
1 Introduction.....	37
2 Principe de base de l'holographie.....	37
2.1 Principe	37

2.2 Classification des hologrammes enregistrés sur des couches photosensibles.....	38
2.2.1 Classification selon l'épaisseur du matériau photosensible	39
2.2.2 Classification selon la configuration de l'enregistrement	40
2.2.3 Les hologrammes de phase et les hologrammes d'amplitude	40
3 Analyse fonctionnelle des hologrammes de volume de phase.....	41
3.1 Théorie des ondes couplées.....	41
3.1.1 Cas des hologrammes épais de phase de transmission	44
3.1.2 Cas des hologrammes épais de phase de réflexion.....	45
3.2 Théorie alternative pour l'analyse de la diffraction dans les milieux modulés.....	46
PARTIE B : MEMOIRES DIFFRACTIVES	48
1 Introduction.....	48
2 Principe d'une mémoire diffractive.....	49
2.1 Technologie de base des mémoires diffractives.....	49
2.2 Les différents types de multiplexage possible.....	50
2.2.1 Multiplexage angulaire.....	51
2.2.2 Multiplexage spatial	52
2.2.3 Multiplexage spectral	54
2.2.4 Multiplexage par codage de phase déterministe.....	54
3 Etude de certains paramètres d'une mémoire diffractive	55
3.1 Efficacité de diffraction des hologrammes multiplexés.....	55
3.2 Sélectivité angulaire et spectrale.....	56
3.2.1 Sélectivité angulaire	56
3.2.2 Sélectivité spectrale.....	57
3.3 Densité de stockage	57
3.3.1 Avec une configuration d'enregistrement utilisant le multiplexage angulaire	57
3.3.2 Avec une configuration d'enregistrement utilisant le multiplexage spectral	58
3.4 Rapport signal/bruit.....	58
4 Etude expérimentale d'un dispositif d'enregistrement d'une mémoire diffractive	60
4.1 Montage expérimental.....	60
4.2 Fidélité de restitution des données.....	61
4.2.1 Effet de l'énergie d'enregistrement.....	61
4.2.2 Effet du rapport énergétique ρ	62
4.3 Ajustement des angles de multiplexage.....	63
4.4 Ajustement des énergies de chaque page de donnée sur matériau photopolypeptide.....	64
5 Conclusion	67
Références.....	68

Chapitre 3: Méthode proposée pour l'analyse des couches minces de polypeptides.....71

1 Introduction.....	72
2 Rappel concernant les différentes méthodes existantes pour mesurer l'indice et l'épaisseur d'une couche mince	73
2.1 Introduction.....	73
2.2 Méthodes interférométriques.....	73
2.3 Méthodes Ellipsométriques.....	75
2.4 Méthodes utilisant les propriétés de guide d'onde d'une couche mince.....	78
2.5 Autres méthodes utilisant la lumière polarisée autre que l'elliposométrie.....	81
2.5.1 Mesure de l'angle de réflexion total.....	81
2.5.2 Mesure de l'angle de Brewster.....	81
2.5.3 Méthodes spectroscopiques.....	82
3 Description de la méthode proposée.....	83
3.1 Introduction.....	83
3.2 Mesure des paramètres d'une couche photosensible de photopolypeptide transparente.....	84
3.2.1 Intensité réfléchie par une couche transparente.....	84
3.3 Principe de mesure des paramètres optiques d'une couche.....	91
3.3.1 Mesure de l'indice de réfraction à l'interface.....	91
3.3.2 Evaluation de l'homogénéité d'une couche de photopolypeptide.....	92
3.3.3 Cas des couches de photopolypeptide homogènes.....	93
3.3.4 Cas des couches non-homogènes.....	95
3.4 Validation expérimentale de la méthode et du dispositif.....	96
3.4.1 Montage expérimental.....	96
3.4.2 Programme de contrôle de positionnement.....	98
3.4.3 Programmes d'interpolations.....	99
3.4.4 Mesures expérimentales.....	101
4 Conclusion	104
Références.....	106

Chapitre 4: Etude de certains paramètres modifiant le rendement de diffraction dans des couches de photopolypeptides, application à l'optimisation de mémoires diffractives 107

1 Introduction.....	109
2 Caractérisation des couches de photopolypeptide non exposées.....	110
2.1 Matériau : du polypeptide au photopolypeptide.....	110
2.1.1 La sensibilisation.....	112
2.1.2 Optimisation de la concentration du photosensibilisateur.....	114
2.1.3 Optimisation des conditions de température et d'humidité.....	115
2.2 Homogénéité d'une couche de photopolypeptide.....	116
2.2.1 Cas de la sensibilisation après le couchage.....	116
2.2.2 Cas de la sensibilisation en volume.....	117

2.3 Contrôle de l'épaisseur de la couche de polypeptide.....	119
3 Caractérisation des couches de photopolypeptides exposées.....	122
3.1 Exposition à un seul faisceau.....	122
3.2 Caractérisation des composants diffractifs de transmission.....	124
3.2.1 Etude numérique du profil de modulation de l'indice de réfraction dans les composants diffractifs..	124
3.2.2 Principe de la caractérisation.....	127
3.2.3 Caractérisation des couches diffractives pour différentes expositions	130
4 Optimisation d'une mémoire diffractive multiplexée	136
4.1 Système d'enregistrement.....	136
4.2 Utilisation de la méthode proposée pour déterminer les conditions d'enregistrement.....	137
4.2.1 Sélectivité angulaire du matériau photosensible	137
4.2.2 Notion sur la saturation de la mémoire	139
5 Conclusion	141
Références.....	142

Conclusion

générale.....143

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Contexte

L'holographie est employée depuis les années 70 dans divers domaines tel que le contrôle non destructif, l'imagerie médicale, les affichages 3D... Depuis quelques années, l'holographie est également utilisée pour réaliser des éléments optiques diffractifs¹. Ces derniers sont des éléments optiques opérant comme les lentilles ou les miroirs qui ne fonctionnent plus sur le principe de la réfraction et de la réflexion, mais essentiellement sur le principe de la diffraction. Ces deux dernières décennies ont vu beaucoup d'avancées en technologies holographiques. Un des domaines d'application les plus prometteurs de l'holographie est le stockage d'informations. L'holographie permet d'envisager la réalisation de mémoires optiques beaucoup plus puissantes² et plus rapides^{3,4} que les mémoires optiques actuellement commercialisées.

Le développement des sciences et technologies de l'information (STIC) nécessite des moyens de stockage de données de très forte capacité. Bien que les systèmes actuels, tels que les disques optiques et les mémoires magnétiques, progressent toujours, d'autres types de mémoires photoniques dépassent les limitations intrinsèques de ces technologies. C'est le cas des mémoires diffractives exploitant certaines ressources de l'holographie. Leur capacité, temps d'accès et débits théoriques pourraient les rendre aptes à répondre à la demande de l'accroissement de la capacité à un faible coût. Ce nouveau type de mémoire est basé sur un phénomène de diffraction. Un réseau d'interférence complexe contenant l'information est enregistré dans un matériau photosensible par les moyens appropriés. Cet enregistrement crée une modulation des paramètres optiques du matériau codant l'information. Par un éclairage cohérent convenablement réalisé de la zone photomodulée, l'information est restituée. Le point clé de ce procédé est le matériau photosensible. Plusieurs types de matériaux ont été explorés pour leurs utilisations dans le stockage de données diffractives. Parmi les matériaux utilisés on peut citer les photopolymères⁵, les cristaux photoréfractifs⁶ et les polypeptides⁷. Les cristaux photoréfractifs (Niobate de lithium $LiNbO_3$ pour le plus connu) sont des candidats très intéressants pour constituer les systèmes de lecture/ écriture de données. Ils permettent en effet de stocker une grande quantité d'informations ($394 \text{ bits}/\mu\text{m}^2$)⁸ grâce à leur grande sélectivité angulaire⁹. Cependant, le problème de la durée de vie des données enregistrées n'a été que partiellement résolu par des méthodes de fixations thermique^{10,11} ou électrique¹² ou l'enregistrement multi-longueur d'onde¹³.

Ils ont également des inconvénients comme l'instabilité dans le temps¹⁴, l'effaçabilité par les radiations environnantes (UV, ..), le faible rendement¹⁵, le coût et la difficulté de production. Contrairement aux photoréfractifs, les photopolypeptides ne présentent pas une sélectivité angulaire comparable, d'où une densité volumique de stockage possible moins importante, mais la durée de vie des données enregistrées se chiffre en dizaines d'années¹⁶, de plus les efficacités de diffraction que l'on peut obtenir sont très importantes (proche de 100%)^{3,7,18}. Ils conviendront parfaitement pour des utilisations en tant que mémoire de masse.

C'est dans ce contexte qu'un nouveau type de matériau a été élaboré au LSP pour être appliqué aux mémoires diffractives^{3,17,18}. Il s'agit d'une protéine dopée de la famille des polypeptides. Ce matériau a des caractéristiques très favorables pour son utilisation dans les mémoires diffractives comme cela a été démontré au LSP. Cependant, le processus d'enregistrement dans ce matériau est relativement complexe. Il est en effet sensible à de nombreux paramètres qu'il faut contrôler. En revanche, ce matériau est l'un des meilleurs pour enregistrer des informations accessibles en mode diffractif, si l'on exclut la propriété d'auto-développement et sa faible sensibilité énergétique photonique. La pérennité du stockage est assurée pour des dizaines d'années et certainement plus. La résolution est l'une des meilleures. Il permet de plus d'atteindre des efficacités de diffraction élevées.

Si les critères de qualité d'un matériau d'enregistrement diffractif sont sa résolution, sa sensibilité énergétique et spectrale, le critère de qualité principal d'un composant diffractif est établi à partir de son efficacité de diffraction, définie comme le rapport de l'intensité lumineuse diffractée au premier ordre, l'intensité de l'onde incidente. Pour obtenir une efficacité de diffraction de manière répétitive sur des couches photosensibles déposées sur des substrats en production répétée, il faut évidemment que les ensembles couche-substrat aient des caractéristiques identiques avant l'enregistrement et après le développement. Pour cela, il est nécessaire que la couche et le substrat soient homogènes, et que l'épaisseur de la couche photosensible et son indice de réfraction soient constants d'un échantillon à l'autre, car ces deux paramètres, comme nous le verrons ont une influence directe sur la valeur de l'efficacité de diffraction.

Ceci montre donc l'importance du contrôle à la fois de l'indice de réfraction, de l'épaisseur de la couche photosensible, ainsi que celle du substrat dans toutes les étapes de la réalisation de la mémoire diffractive.

Objectif

Les mémoires diffractives sur polypeptide ont été validées pour leurs capacités, temps d'accès et débits potentiels au Laboratoire des Systèmes Photoniques^{17,18} (LSP). Avant leur mise en production, il reste à compléter l'étude de plusieurs autres aspects, notamment le contrôle du polypeptide grâce à une méthode de caractérisation qui fait l'objet de cette thèse.

Notre approche constitue une contribution à la caractérisation de composants diffractifs réalisés sur des matériaux de type polypeptide, avec prise en compte d'applications aux mémoires diffractives. Notre objectif a donc été d'analyser les grandeurs permettant la caractérisation photonique de photopolypeptide. Nous avons pour cela utilisé des composants diffractifs de transmission réalisés sur ces matériaux.

Comme nous l'avons déjà spécifié, deux grandeurs jouent un rôle principal dans le stockage diffractif photonique d'informations sur une couche photosensible de polypeptides : l'épaisseur de la couche photosensible et son indice de réfraction. Ces deux paramètres ont une influence sur : l'efficacité de diffraction du composant, la capacité de stockage de la mémoire, la sélectivité angulaire de la couche photosensible.... Ce sont eux que nous avons retenus pour nos investigations. Nous avons ensuite défini un protocole de contrôle puis nous avons conçu un système permettant d'effectuer une mesure efficace des grandeurs considérées.

Structure du mémoire

Nous avons organisé notre présentation en quatre chapitres.

Le premier chapitre présente principalement les matériaux les plus utilisés en holographie. Nous y décrivons les points principaux du mécanisme physique d'enregistrement. Nous montrons comment les matériaux de type photopolypeptides sont les plus proches de l'idéal dans ce domaine. Nous rappelons leur principe physique d'enregistrement. Nous détaillons les performances de certains matériaux les plus utilisés dans le stockage des données en mettant en évidence les avantages des matériaux de type polypeptides.

Le second chapitre rappelle brièvement les principes de l'holographie instrumentale pour introduire les composants diffractifs. Ceci couvrira les différents types d'hogrammes, la présentation de la théorie des ondes couplées de H.Kogelnik¹⁹, la théorie alternative pour l'analyse de la diffraction dans les milieux modulés de J.Harthong²⁰ (élaborée au LSP) ainsi

qu'une synthèse de l'état de l'art pour le stockage des données dans les mémoires diffractives. Nous donnons quelques caractéristiques essentielles des mémoires diffractives : la sélectivité angulaire, le rapport signal à bruit, l'énergie d'enregistrement, etc. Nous étudions ensuite expérimentalement ces paramètres dans le cas de la configuration que nous proposons.

Le troisième chapitre sera dédié à une description synthétique des différentes méthodes existantes pour mesurer les paramètres optiques et géométriques des couches minces. Compte tenu des contraintes, nous proposons dans ce contexte une méthode qui repose sur la mesure des éclairissements réfléchis en polarisation TM, utilisant la résonance des couches minces. Nous avons mis au point un montage complètement automatisé pour effectuer ces mesures. Nous avons élaboré un protocole de mesure puis nous avons réalisé tout le support mathématique et informatique permettant la caractérisation. Nous proposons également un programme de contrôle sous Labview²¹ permettant de réduire les erreurs angulaires de positionnement de l'échantillon sur son support. La comparaison des résultats obtenus avec d'autres méthodes interférentielles, montre l'efficacité de la méthode aussi bien dans ses aspects conceptuels qu'algorithmiques et techniques. Nous décrivons dans le dernier paragraphe de ce chapitre, la mise en œuvre expérimentale et la validation de l'algorithme à la fois sur des étalons et sur des couches d'enregistrement standard tel que PFG04 et PFG03M.

Dans le dernier chapitre, nous exploitons la méthode présentée dans le chapitre 3 pour la caractérisation à la fois des couches vierges, des couches exposées, ainsi que des composants diffractifs de transmission. Nous analysons quelques paramètres agissant sur le rendement des réseaux enregistrés sur une couche de photopolypeptides. Nous déterminons expérimentalement pour les différents taux de sensibilisation les zones de sous-exposition, de sur-exposition et la zone de réponse linéaire.

Nous constatons que le matériau photopolypeptide est fortement non linéaire dans sa réponse dans le cas des fortes expositions. Dans le cas d'une sur-exposition ceci peut se traduire par une saturation de l'indice de réfraction dans les parties exposées entièrement alors qu'une sous exposition conduit à un aplatissement de l'indice de réfraction dans les parties non exposées.

En utilisant la théorie alternative d'Harthong nous présentons quelques résultats de simulation numériques donnant les variations de l'efficacité de diffraction pour chacun de trois profils de modulation de l'indice de réfraction que nous retenons comme spécifique.

Nous analysons également quelques problèmes traitables par notre méthode liés au multiplexage angulaire dans les mémoires diffractives, à savoir la variation de l'efficacité de diffraction, et l'effet recouvrement des données multiplexées. Pour éviter d'avoir à ajuster sans cesse l'intensité du laser ou la caméra CCD en saisissant les données pendant la reconstruction chaque paquet de données doit avoir la même efficacité de diffraction. Nous montrons expérimentalement, que celle-ci est une fonction du rapport énergétique entre les divers faisceaux utilisés à l'enregistrement.

Références

- 1 J. M. Kim, B. S. Choi, S. I. Kim, H. I. Bjelkhagen, N. J. Phillips, **Holographic optical elements recorded in silver halide sensitized gelatin emulsions. Part 1. Transmission holographic optical elements,** Appl. Opt. 40, 622–632, 2001.
- 2 R. M. Shelby, J. A. Hoffnagle, G. W. Burr, C. M. Jefferson, M.-P. Bernal, H. Coufal, R. K. Grygier, H. G. Äunther, R. M. Macfarlane, and G. T. Sincerbox. **Pixel-matched holographic data storage with megabitpages.** *Optics Letters*, 22(19):1509-1511, 1997.
- 3 J. H. Hong, I. McMichael, T. Y. Chang, W. Christian, and E. G. Paek, **Volume holographic memory systems: techniques and architectures,** 34(8), pp. 2193-2203, 1995.
- 4 S. S. Orlov, **Volume holographic data storage,** Communications of the ACM 43(11), pp. 46-54, 2000.
- 5 K. Curtis and D. Psaltis, **Recording of multiple holograms in photopolymer films,** Appl. Opt. 31, 7425–7428 1992!.
- 6 H. J. Coufal, D. Psaltis, and G. T. Sincerbox, **Holographic Data Storage**, Springer, New York, 2000.
- 7 H. Ramenah, **Multiplexage en volume de modulations physiques opérant comme réseaux diffractants de phase dans les couches épaisses de polypeptides, applications à des mémoires numériques** thèse de doctorat es-science physique université Louis Pasteur Strasbourg 1996
- 8 G. W. Burr, C. M. Jefferson, H. Coufal, M. Jurich, J. A. Hoffnagle, R. M. Macfarlane, and R. M. Shelby, **Volume holographic data storage at areal density of 250 gigapixels/in²,** 26(7), pp. 444-446, 2001
- 9 G. W. Burr, X. An, F. H. Mok, and D. Psaltis, **Large-scale rapid access holographic memory,** Proceedings of the SPIE, Vol. 2514 pp. 363-371, 1995.
- 10 G. Montemezzani and P. Guonter, **Thermal hologram fixing in pure and doped KNbO₃ crystals,** J. Opt. Soc. Am. B 7, 2323 (1990).
- 11 X. Tong, M. Zhang, and A. Yariv, **Thermal fixing of volume holograms in potassium niobate,** Appl. Phys. Lett. 69, 3966 (1996).
- 12 F. Micheron and G. Bismuth, **Electrical control of fixation and erasure of holographic patterns in ferroelectric materials.**, Appl. Phys. Lett. 20, 79, 1972.
- 13 K. Buse, A. Adibi, D. Psaltis, **Non-volatile holographic recording in doubly-doped lithium niobate,** Nature, vol. 393, pp. 665-668, 1998.
- 14 X. Yue and E. Kratzig, **Photorefractive charge compensation during holographic recording in Bi₄Ti₃O₁₂,** J. Opt. Soc. Am. B Vol. 15, No. 9, 1998
- 15 L. Solymar, D.J. Cook, **Volume Holography and Volume Gratings.** Academic Press, London, 1981.
- 16 S. Mechahougui, **Etude numérique et expérimentale des profils de modulation des réseaux holographiques a modulation de phase,** Thèse de doctorat es-science physique, Université Louis Pasteur Strasbourg 1993
- 17 I. El-Hafidi, L. Elouad, R. Kiffer, R. Grzymala, P. Meyrueis **photonic storage on proteins,** CLEO europe Munich ICM 22-27 June 2003, Ed proceedings CLEO.
- 18 I. El-Hafidi, L. Elouad, P. Meyrueis, **Method and apparatus for recording to and reading from a multi-layer diffractive optics memory**, 19629PC DVA, international application number PCT/EP02/05457, 2002.
- 19 H. Kogelnik, **Coupled wave theory for thick hologram gratings,** Bell. System. Tech. J, Vol 48, N9, 1969.

- 20** J.Harthong, **Alternative theory of diffraction by modulated media**, Journal of Optical Society of America :A,8,3-10,1991
- 21** A. Krauß, U. Weimar, W. Göpel, **LabView for sensor data acquisition**, trends in analytical chemistry, vol.18 N°5,1999.

Chapitre 1

Rappels concernant quelques matériaux pour l'holographie et les mémoires diffractives

CHAPITRE 1

1 Introduction.....	23
2 Les halogénures d'argent.....	24
3 Les photopolymères.....	26
4 Les matériaux Photoresists.....	27
5 Les matériaux thermoplastiques.....	28
6 Les matériaux Photoréfractifs.....	29
7 Les matériaux photochromes.....	32
8 Les photopolypeptides : la gélatine bichromatée.....	33
9 Conclusion.....	38
Références.....	40

1 Introduction

Les demandes de performances pour les éléments optiques holographiques ou composants diffractifs ont eu des conséquences sur le développement de nouveaux matériaux photosensibles plus efficaces et plus fiables. Hariharan¹ précise que les rendements les plus élevés des matériaux photosensibles disponibles pour l'holographie sont obtenus à différents niveaux par les émulsions photographiques d'halogénure d'argent, la gélatine bichromatée, les photopolymères, les matériaux photoresists, les matériaux thermoplastiques, et les cristaux photorefractifs. Cependant, chacun de ces matériaux possède des avantages et des inconvénients.

Les matériaux organiques ou hybrides : les émulsions photographiques, la gélatine bichromatée, et le photopolymère donnent de très bons résultats et une efficacité de diffraction qui s'approche parfois de 100%, mais ils sont sensibles à l'humidité et rétrécissent significativement durant le procédé de développement.

Les matériaux inorganiques : essentiellement les cristaux photorefractifs ont des avantages grâce à leur dynamique et leur réversibilité, mais ils ont une faible résistance aux hautes températures.

On dit d'un matériau d'enregistrement qu'il est idéal pour les composants diffractifs s'il remplit les critères suivants:

- a) Une efficacité de diffraction maximale, au-dessus de 90%, à la longueur d'onde de l'enregistrement.
- b) Une sensibilité spectrale élevée à la longueur d'onde de l'enregistrement.
- c) Une haute résolution.
- d) Une résistance aux changements environnementaux.
- e) De faibles pertes de dispersion et d'absorption.
- f) Etre indéfiniment recyclable ou relativement peu coûteux.

Parmi les matériaux étudiés jusqu'à présent, aucun n'a été qualifié comme répondant à toutes ces exigences. Dans ce chapitre, nous allons donc examiner les caractéristiques de manipulation des différents matériaux utilisés pour l'enregistrement des éléments optiques holographiques (EOH) (ou composants diffractifs) utilisable pour implémenter des fonctions, en présentant leurs avantages et leurs inconvénients.

2 Les halogénures d'argent

Les émulsions à l'halogénure d'argent sont les matériaux les plus "commodes" et les plus souples et encore les plus utilisés pour l'enregistrement des hologrammes courants². Ces émulsions constituaient le premier matériau employé pour enregistrer une image holographique usuelle. Leur utilisation remonte à l'invention de la photographie conventionnelle. Les émulsions à l'halogénure d'argent holographiques d'aujourd'hui ont un pouvoir de résolution considérablement plus élevé que les émulsions à l'halogénure d'argent utilisées dans la photographie³. Elles présentent une excellente durée de conservation, ces émulsions peuvent être utilisées pour l'enregistrement des hologrammes minces ou de volume du type d'amplitude ou de phase. Leur épaisseur varie généralement entre 5 et 15 μm .

2.1 Mécanisme d'enregistrement

Le film sensible utilisé en holographie est constitué d'une couche mince d'émulsion de gélatine contenant de très petits cristaux (quelques fractions de micron) de chlorure d'argent et de bromure d'argent. Pendant l'exposition, un ion Ag^+ recevant un photon, se transforme, en un atome Ag métallique¹. Cette transformation est invisible et l'image est alors latente. Grâce au révélateur, chaque microcristal possédant quelques atomes d'Ag va entièrement se convertir en Argent métallique, devenir noir (visible au microscope). Les zones les plus éclairées deviennent ainsi les plus sombres; c'est le négatif.

Le fixateur, qui est une solution d'hyposulfite de sodium, permet de solubiliser les ions Ag^+ n'ayant pas réagi avec la lumière, ils sont alors éliminés par un rinçage abondant. Le séchage final aboutit au négatif.

2.2 La sensibilité

Une émulsion de type halogénure d'argent peut être sensibilisée pour enregistrer des hologrammes à différentes longueurs d'onde dans le domaine visible. La sensibilisation spectrale pourrait aller jusqu'à la zone infrarouge proche (jusqu'à environ $1,3\mu\text{m}$). Mais en raison de leurs caractéristiques de MTF et de granularité, les émulsions argentiques sont peu adaptées pour l'enregistrement d'hologrammes par exemple avec le rayonnement laser de $1,06\mu\text{m}$ d'un Laser Nd:YAG.

Le procédé d'hypersensibilisation est une opération qui consiste à enlever les ions excessifs de bromure et/ou à augmenter la concentration relative des ions d'argent dans l'émulsion⁴. Cependant, le trempage de la plaque holographique dans un bain d'eau pendant quelques secondes peut augmenter la sensibilité du film. Le fait de tremper la plaque dans une solution d'ammoniaque apporte aux plaques holographiques une augmentation significative de la vitesse de réaction.

2.3 Le développement

Pendant le processus de développement, les halogénures d'argent exposés sont chimiquement réduits en argent métallique. L'agent révélateur est une molécule de benzène contenant les groupes hydroxyle (OH), méthyle (CH), (NH), ..etc. Un alcali est ajouté dans le révélateur pour accélérer la réduction et consommer l'acide produit dans la réaction.

Les cristaux non exposés d'halogénure d'argent restent dans l'émulsion après développement. Ils sont encore photosensibles et limitent la vie de l'émulsion développée. Ils peuvent être enlevés par un fixateur tel que le thiosulfate de sodium qui forme un certain nombre de complexes argentés hydrosolubles¹.

L'augmentation de la quantité d'argent de chaque grain peut mener à l'augmentation substantielle de l'efficacité de diffraction des hologrammes après blanchiment des plaques (voir ci-après). Cependant, celui-ci peut donner un aspect laiteux à l'hologramme blanchi⁵.

2.4 Le blanchiment

Après l'exposition, les matériaux de type halogénure d'argent enregistrent un hologramme d'absorption, qui a généralement une efficacité de diffraction inférieure à un hologramme de phase⁶. Cependant, ces hologrammes d'absorption peuvent être convertis en hologrammes de phase par le blanchiment⁷ **Figure 1**, dans le procédé de *blanchiment direct*, en utilisant des oxydants forts comme le chlorure ferrique, le chlorure mercurique, le bromure cuprique, le bichromate de potassium et le ferricyanure de potassium, l'argent développé et fixé dans l'émulsion est converti en sel argenté transparent.

Malheureusement, le blanchiment a un certain nombre d'effets secondaires négatifs (indépendamment du caractère nocif de certaines substances de blanchiment), le plus important de ces effets concerne surtout les hologrammes de réflexion est le rétrécissement très prononcé de l'épaisseur de l'émulsion et l'augmentation du bruit de dispersion⁸.

La dispersion pendant le blanchiment peut être supprimée en employant le processus de *blanchiment inversé*⁹ : Dans ce processus les grains d'argent exposés sont dissous en laissant la place aux cristaux non exposés, qui sont plus petits que ceux exposés. Par conséquent il y a réduction de la dispersion¹⁰.

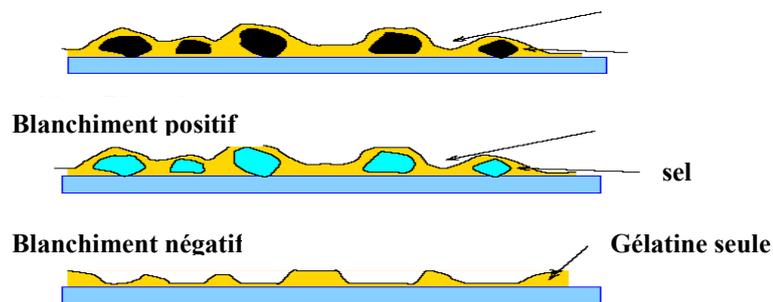


Figure 1: Blanchiment positif et blanchiment négatif dans les halogénures d'argent

3 Les photopolymères

Le photopolymère est un matériau holographique attrayant pour le stockage de données, pour les éléments micro-optiques, ou encore la fabrication d'éléments polarisants dichroïques^{11,12,13}. L'avantage principal des photopolymères à la différence d'autres types de matériaux, comme les halogénures d'argent, est qu'ils n'exigent pas de traitements chimiques, ils peuvent également être produits à un coût relativement bas, et ils peuvent être déposés sur une variété de substrats avec des épaisseurs allant de quelques microns jusqu'à 500 μm ^{14,15}.

Par conséquent se sont de vrais matériaux d'enregistrement de composants diffractifs en volume tels que les hologrammes en volume ayant une sélectivité angulaire importante et une bonne capacité de stockage. L'inconvénient principal des couches trop épaisses est la dispersion qui engendre un faible rapport SNR. Une caractéristique particulière des photopolymères est la possibilité d'être autodéveloppant, parfois ils n'exigent qu'un procédé simple de développement, qui consiste à les exposer à une source de lumière uniforme ¹⁶.

Ce matériau fonctionne bien pour l'enregistrement des hologrammes de volume à modulation de phase de transmission et n'éprouve pas un grand rétrécissement pendant l'enregistrement pour les faibles épaisseurs. Pendant l'enregistrement, les mécanismes de formation de l'hologramme dans les photopolymères sont basés sur le transport de monomère^{17,18}, ce procédé de polymérisation entraîne le changement de l'indice de réfraction, ce qui permet d'enregistrer un hologramme de phase. L'amplitude de la modulation d'indice de réfraction pour un réseau typique de phase est généralement très faible (moins de 0,001), toutefois, les couches sont généralement de plus de 100 microns d'épaisseur, ainsi les efficacités de diffraction peuvent être proches de 100 %. Cependant, la réalisation d'un hologramme dans un milieu photopolymérisable épais avec un montage par réflexion pose encore quelques problèmes liés au retrait du polymère lors de la photopolymérisation, ce retrait peut provoquer une déformation de l'hologramme.

Les évolutions des traitements des photopolymères ont permis de produire des couches de photopolymères d'épaisseurs^{19,20,21,2} de plus en plus importantes en abaissant significativement leur rétrécissement. Par exemple, Cheben et Calvo²³ ont proposé des monomères acryliques dispersés dans une matrice de silice poreuse assez robuste pour résister au rétrécissement quand les monomères se lient ensemble dans la phase de polymérisation.

4 Les matériaux Photoresists

Un matériau photoresist est un matériau photosensible destiné exclusivement à la fabrication des hologrammes minces de phase à relief de surface. Dans ce procédé, les franges d'interférence holographique sont imprimées en relief, puis électroformées au nickel, pour être ensuite estampées à chaud sur des films en polyester.

Les photoresists sont de deux types, fonctionnant soit en négatif ou en positif. Dans le photoresist fonctionnant en négatif, les secteurs non exposés sont dissous pendant le développement, tandis que, dans le cas des photoresistes fonctionnant en positif, les secteurs

exposés sont dissous pendant le développement. Le photoresist fonctionnant en négatif exige une plus grande exposition. Un photoresist typique pour l'holographie a une sensibilité d'environ 10 mJ/cm^2 , il est sensible à la lumière UV et pour le visible jusqu'à 500 nm.

Parmi les photoresists largement utilisés en holographie citons par exemple Shipley Microposit 1350 (²⁴) qui a un fonctionnement positif, sa sensibilité est maximum dans l'ultraviolet. Il a une sensibilité convenable à la longueur d'onde 458 nm qui correspond au laser d'ion d'argon et à la longueur d'onde 442 nm qui correspond au laser de He-Cd.

5 Les matériaux thermoplastiques

Le thermoplastique est un matériau permettant de produire le relief de la surface d'un hologramme mince de phase. Utilisé pour la première fois par Urbach et Meier ⁵³ comme matériau d'enregistrement, celui-ci a une structure multicouche sur un substrat de verre ou plastique **Figure 2**. Il se compose de trois couches minces: un conducteur transparent, un polymère organique photoconducteur et une substance thermoplastique.

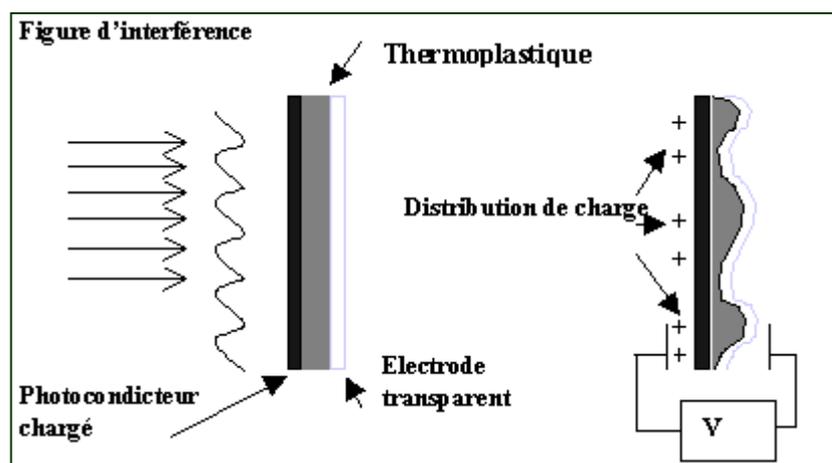


Figure 2: Processus d'enregistrement d'une figure d'interférence dans un matériau thermoplastique

Dans son processus d'enregistrement, la résine thermoplastique est initialement chargée positivement dans l'obscurité par un dispositif de décharge corona qui se déplace uniformément au-dessus de la plaque thermoplastique à une distance constante. Ainsi, une charge négative est uniformément induite sur la surface photoconductrice. Après l'exposition de la plaque, à une figure d'interférence, la conductivité de la couche conductrice change périodiquement. Les électrons de la couche conductrice sont attirés par la plaque positivement chargée mais ne peuvent franchir la couche photoconductrice.

Le film est développé ensuite en faisant passer un courant par la couche conductrice, en chauffant la plaque et en ramollissant le film thermoplastique. Le film ramolli est déformé par le champ électrostatique, il est plus épais dans les secteurs non exposés et moins épais dans les secteurs exposés (où le champ est plus haut). La variation d'épaisseur s'obtient pendant que le film se refroidit à la température ambiante⁵³.

Un cycle complet, d'exposition et de développement prend moins d'une minute. Cependant, la plaque peut être effacée par l'illumination avec un faisceau uniforme et en faisant passer une impulsion de courant par la couche conductrice qui réchauffe la couche et ramollit le thermoplastique. Avant la prochaine exposition, la plaque est ventilée avec de l'air comprimé ou l'azote sec pour refroidir la couche thermoplastique à la température ambiante.

Ce matériau est optiquement inerte, une fois non chargé, il n'y a aucune dégradation par l'exposition à la chaleur et au rayonnement actinique. La stabilité de l'hologramme thermoplastique développé est excellente. En revanche, son inconvénient principal réside dans le fait de la nécessité de disposer d'un appareillage complexe.

6 Les matériaux Photoréfractifs

L'effet photoréfractif, découvert en 1966 dans le niobate de lithium²⁵, s'est avéré un moyen puissant pour enregistrer et relire des données optiques dans un matériau solide. Il est basé sur une combinaison de propriétés photoconductrices et électro-optiques qui peuvent conduire à des variations importantes de l'indice de réfraction sous illumination par des lasers de faible puissance **Figure 3**. Les matériaux photoréfractifs sont particulièrement bien adaptés au stockage d'information optique sous forme diffractive. Un des avantages est que ces matériaux sont réversibles. Cependant, la difficulté de faire croître des cristaux de grande taille, et leur coût, a été un frein à leur utilisation dans les dispositifs commerciaux.

L'application des cristaux photoréfractifs pour l'enregistrement d'hologrammes a été considérée la première fois par Chen²⁵, qui a proposé que l'effet " de dommages optiques ", constaté sur ces cristaux, puisse être exploité pour enregistrer un hologramme épais.

Ces matériaux sont excellents pour l'enregistrement en temps réel des hologrammes de phase épais. Ils possèdent d'excellentes résolution, efficacité de diffraction, sensibilité énergétique, réversibilité et capacité de stockage. C'est pourquoi, ils ont été étudiés intensivement et ils sont considérés comme étant des candidats prometteurs pour l'holographie réversible²⁶. Toutefois, le problème crucial de ces matériaux est leur volatilité; c'est-à-dire, dans le cas de démultiplexage, par exemple, la lecture d'un hologramme effacera l'information stockée. Plusieurs techniques, y compris la fixation thermique et électrique^{27,28} ont été développées pour surmonter cette volatilité.

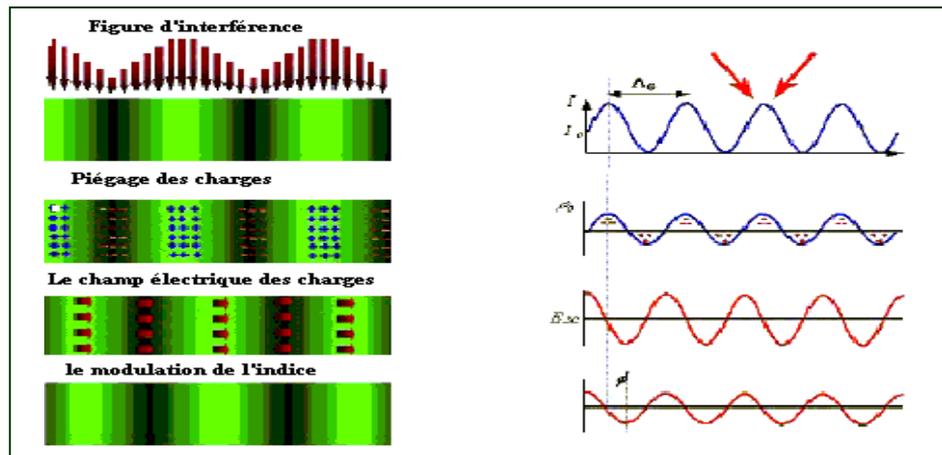


Figure 3: Effet photoréfractif, le piégeage de charge induit un déphasage entre le réseau d'illumination et le réseau d'indice

Récemment, Buse et al, ont proposé une méthode pour résoudre le problème de la volatilité dans laquelle les cristaux $LiNbO_3:Fe:Mn$ sont employés pour l'enregistrement holographique, en utilisant les UV pour la sensibilisation et la lumière rouge pour l'enregistrement²⁹. La non-volatilité du multiplexage des hologrammes a été rapportée plus tard³⁰, elle mènera à la réalisation d'un système pratique de mémoire. La méthode suggérée se compose de trois étapes: pré exposition, enregistrement, et fixation optique. Dans la phase de pré exposition, la lumière UV est employée pour transférer les électrons à partir des pièges profonds (Mn) aux centres peu profonds (Fe) ce qui augmente l'absorption du cristal (c-à-d, l'effet photochromique) pour l'enregistrement holographique avec la lumière rouge. Dans la deuxième phase le cristal est illuminé simultanément avec la lumière UV et la figure d'interférence rouge ce qui permet à l'information portée par la figure rouge d'être enregistrée dans le centre peu profond. En coupant la lumière UV et en illuminant le cristal avec une lumière rouge homogène les électrons se déplacent des centres peu profonds vers les centres

profonds. Cependant, l'effacement optique désiré de l'hologramme fixé est aussi possible par l'exposition de l'hologramme à la lumière UV ou à une autre longueur d'onde courte.

6.1 Caractéristiques des matériaux photoréfractifs pour l'holographie

Quelques matériaux utilisés jusqu'à présent pour les démonstrations appartiennent à la classe des ferroélectriques semi-conducteurs ou semi-isolants : le niobate de lithium $LiNbO_3$, le tantalate de lithium $LiTaO_3$, le titanate de baryum $BaTiO_3$, le niobate de tantalate de potassium KTN , le niobate de sodium de baryum SBN , l'oxyde du silicium de bismuth (BSO), l'oxyde du germanium de bismuth (BGO), la céramique de $GaAs$, et InP . Les cristaux sont développés, coupés et polis. Leur axe optique (C) est maintenu parallèle au plan de la polarisation des faisceaux d'enregistrement de l'hologramme.

6.2 Le mécanisme de l'enregistrement

Les matériaux photorefractifs contiennent des centres profonds dans la bande interdite avec des électrons emprisonnés. Sous l'effet de la lumière, certains centres peuvent libérer une charge. Lors d'un enregistrement holographique, le matériau est illuminé par la figure d'interférence, la densité d'électrons photoexcités localement est proportionnelle à l'éclairement. Ces électrons se déplacent dans la bande de conduction sous l'effet de l'agitation thermique et du champ électrique interne et finissent par retomber dans des centres vides.

Ce processus d'excitation et de recombinaison redistribue ces électrons dans les centres profonds, modifiant ainsi la distribution spatiale du champ électrique, ce champ déforme le cristal par l'effet Pockels et cause une modulation de l'indice de réfraction produisant l'enregistrement d'un hologramme de phase **Figure 4**.

L'hologramme enregistré est immédiatement visible une fois les faisceaux d'enregistrement coupés, le cristal redevient peu conducteur, ce qui fige la figure de charge. L'hologramme est ainsi mémorisé pour une durée déterminée dépendant de sa conductivité dans le noir. Elle est de l'ordre de quelques secondes voire moins pour les semi-conducteurs comme SBN et quelques années pour $LiNbO_3$ elle peut atteindre plusieurs siècles pour certains semi-isolants.

6.3 La fixation et l'effacement

L'hologramme peut être fixé en convertissant la distribution de charge en distribution des ions qui ne sont pas sensibles à la lumière. L'hologramme dans $Fe:LiNbO_3$ peut être fixé par l'intermédiaire de la conductivité ionique thermiquement activée : où le cristal $LiNbO_3$ est chauffé pendant ou après l'enregistrement à une température supérieure à $100^\circ C$, la distribution ionique résultant est fixée lors du refroidissement à la température ambiante. Ce processus de fixation neutralise le champ des charges mais la distribution ionique est maintenue. Par conséquent l'hologramme peut être lu sans effacement³¹.

Cependant, il peut être effacé par l'exposition à un faisceau de lumière uniforme qui libère les électrons emprisonnés. Ces électrons libérés se redistribuent dans tout le volume. Ceci efface l'hologramme pendant que le cristal retourne de nouveau à son état original ayant une distribution uniforme des électrons emprisonnés.

7 Les matériaux photochromes

Le photochromisme, est un changement de couleur photo-induit, résultant d'un réarrangement électronique des molécules optiquement excitées. Cette photo-induction est, généralement, accompagnée d'un changement de configuration moléculaire dans un cristal, le passage d'une configuration à une autre **Figure 4**, peut induire des changements structuraux importants, voire une transition de phase³².

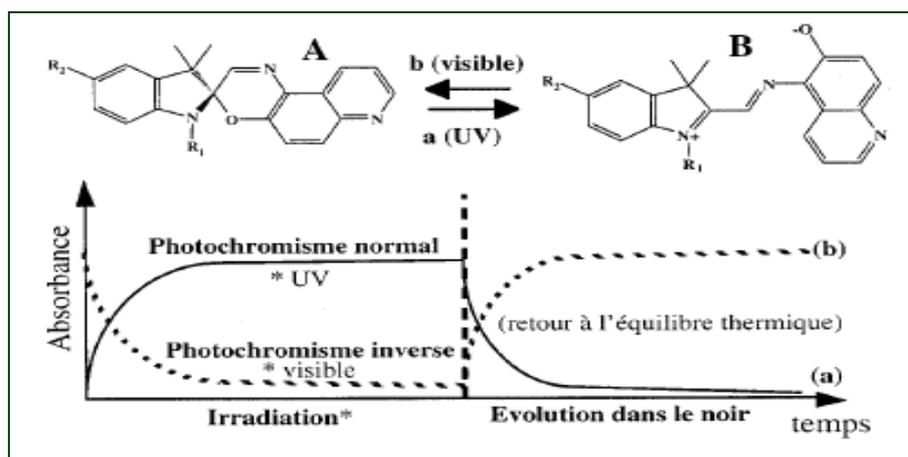


Figure 4: Exemple de mécanisme de transformation photochromique pour un matériau (spiro oxazine)

A est un substance incolore, B est un substance sombre

Le photochrome est une molécule qui peut se présenter sous deux formes distinctes appelées isomères. Dans sa forme la plus stable, il absorbe la lumière la plus énergétique, ce qui va provoquer une réaction intramoléculaire réversible. Si nous prenons l'exemple du matériau qui a été le plus étudié : spiro(indoline-benzopyrane), où le photochrome est incolore, sous l'effet de l'absorption d'UV, il passe à l'état excité et sa structure moléculaire se modifie en rompant une liaison Carbone - Oxygène: dans cette nouvelle géométrie le photochrome absorbe alors le visible et devient donc coloré. Lorsque la source UV est retirée, le stimulus disparaît, la molécule reprend sa structure première et le matériau redevient incolore. Le cycle incolore- colorée peut se répéter en principe des milliers de fois mais dépend de la nature du composé et de son environnement.

Les matériaux photochromiques changent leur spectre de transmission en réponse à l'exposition de la lumière à une longueur d'onde appropriée. En général, ils deviennent foncés sous l'action du rayonnement visible ou ultraviolet, ils sont blanchis par exposition au rayonnement infrarouge. Cette réversibilité du changement de couleur distingue ces matériaux d'autres matériaux photosensibles.

Les photochromiques sont des matériaux recyclables en temps réel, ils n'exigent aucun traitement pour le développement et peuvent être effacés et réutilisés. La lecture des hologrammes est possible pendant ou juste après l'enregistrement.

Malgré les avantages des matériaux photochromiques, en holographie, ces matériaux n'ont pas eu le succès escompté, car ils ont une faible sensibilité et une efficacité de diffraction relativement basse. De plus, la dégradation de l'information enregistrée est relativement rapide surtout lorsqu'on utilise une longueur d'onde de lecture identique à celle d'enregistrement.

8 Les photopolypeptides : la gélatine bichromatée

Depuis le début du 19^{ème} siècle, il est bien connu que l'addition de bichromates à certains colloïde organique crée l'apparition d'une photosensibilité de ces matériaux³³. La gélatine est un produit d'origine animale dérivé du collagène utilisé en émulsions photographiques depuis une centaine d'années. Les surfaces de ces matériaux exposées à la lumière bleue ou ultraviolette pendant un intervalle de temps suffisamment long deviennent insolubles dans l'eau alors que les parties non exposées peuvent être dissoutes dans l'eau³⁴.

La gélatine bichromatée (DCG) a été employée la première fois pour l'enregistrement holographique par Shankoff ³⁵ qui a constaté qu'une modulation très grande de l'indice de réfraction peut être obtenue avec des couches relativement minces.

La gélatine bichromatée est actuellement considérée comme le meilleur matériau holographique pour l'enregistrement des hologrammes de phase épais ³⁶. Elle est capable de produire une efficacité de diffraction très élevée proche de la valeur théorique de 100% résultant d'une grande modulation de l'indice de réfraction.

Ses autres caractéristiques ont fait de la gélatine bichromatée un matériau proche de l'idéal pour l'enregistrement des hologrammes :

- a) La DCG (dichromated gelatin) a des possibilités de résolution au-delà de 5000 lignes/mm, sa réponse est uniforme sur une large gamme des fréquences spatiales de 100 lignes/mm à 5000 lignes/mm.
- b) La capacité de modulation de l'indice de réfraction de DCG est très haute.
- c) La DCG a une faible absorption sur un large domaine de longueurs d'onde **Figure 5**.
- d) La DCG peut donner des reconstructions de front d'onde même sans développement.
- e) L'épaisseur de la couche de DCG peut être augmentée ou diminuée en gérant les conditions d'exposition et de développement. Cette propriété est unique parce que les autres matériaux se rétrécissent automatiquement après développement.
- f) L'hologramme sur la DCG a un haut rapport signal bruit.

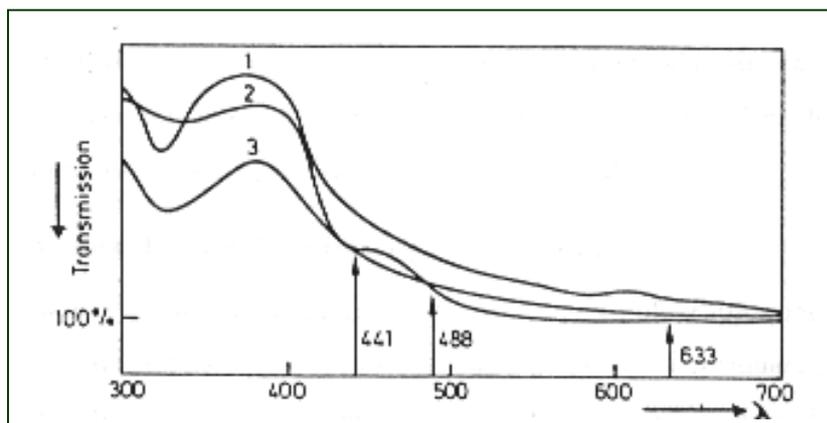


Figure 5: Spectre d'absorption de la gélatine bichromatée
(1) avant l'exposition; (2) après l'exposition; (3) après développement ²⁶

La DCG utilisée pour l'holographie a une durée de conservation relativement faible dans les conditions usuelles. Par conséquent, la DCG n'est pas disponible dans le commerce. En outre, ce matériau est très sensible aux conditions environnementales, si les conditions d'humidité et

de température strictes ne peuvent pas être maintenues, la qualité de l'hologramme sera mauvaise. Les plaques de DCG souffrent également de la 'réaction noire' dans laquelle l'ion du Cr^{6+} est réduit en Cr^{3+} en changeant de couleur pour atteindre le brun rougeâtre, la dureté augmente également et la capacité de modulation d'indice de réfraction est de ce fait réduite. C'est la raison principale de faible durée de conservation des matériaux de type DCG. Si l'humidité relative est gardée au-dessous de 40%, la durée de conservation peut être de plusieurs semaines.

8.1 Formation de l'hologramme sur la DCG

Quand un film de gélatine sensibilisé avec le bichromate d'ammonium, est exposé au rayonnement adéquat, l'ion hexavalent de chrome est transformé en ion trivalent de chrome ; l'ion réduit interagit alors avec les molécules de gélatine pour former des liaisons. Cette réticulation différentielle durcit davantage le matériau dans les régions exposées.

Pour conserver les plaques le plus longtemps possible, elles peuvent être placées dans un bain de xylène, ceci évite le besoin de maintenir l'humidité relative autour de 40%.

Paramètres opérationnels :

Dureté du film de gélatine: Une plaque de DCG doit être durcie au début du processus pour que le film ne se dissolve pas dans l'eau pendant le développement. Mais elle doit être relativement « molle » de sorte que la réaction photochimique produise une différence significative de dureté. Le degré de pré-durcissement est un paramètre critique pour obtenir de bons résultats. Si le durcissement est trop fort, la modulation de l'indice de réfraction diminue, si elle est trop basse, l'hologramme semble " laiteux " ^{37,38}.

Épaisseur du film de gélatine: Une diminution de l'épaisseur du film augmentera la largeur de la bande spectrale ³⁹.

Concentration du sensibilisateur: Une diminution de la concentration du sensibilisateur entraîne une augmentation de l'espacement des franges enregistrées. La sensibilité de la couche de DCG croît proportionnellement avec la concentration en bichromate. Mais, cette concentration est limitée par la solubilité des ions. Une grande concentration donne lieu à la formation de cristaux une fois séchée. Les parties dans lesquelles le bichromate a cristallisé créent des dispersions optiques dans l'hologramme qui dégradent sa qualité de restitution.

Température du bain de révélateur: Une diminution de la température du bain de révélateur diminuera l'efficacité de diffraction et la largeur de bande spectrale.

Selon les températures et les temps passés dans le bain de développement, une variété d'effets peut être obtenue ³³ :

- a) Les bains 'froids' produisent une meilleure uniformité et abaissent le bruit.
- b) Les bains 'chauds' peuvent induire une modulation très élevée de l'indice de réfraction mais souvent avec un bruit accru ³³.
- c) Le traitement et le retraitement peuvent changer la modulation d'indice de réfraction de presque nul à une valeur très élevée ³³.

Un traitement répété peut produire des variations de couleurs de restitution et de largeur de bande. Et la direction du décalage peut être contrôlée selon la proportion variable eau-alcool dans le bain de traitement ³⁷.

8.2 Préparations des couches de DCG

8.2.1 Préparation des films de gélatine

Il y a deux méthodes possibles pour préparer des plaques de gélatine bichromatée : la première consiste à utiliser la gélatine des plaques photographiques après avoir éliminé l'halogénure d'argent à l'aide d'un fixateur approprié suivi d'un rinçage à l'eau. Les plaques spectroscopiques de Kodak 649F ^{40,41}. Et Agfa8E75 HD ⁴² donnent de bons résultats. Cependant, puisque ces plaques ne sont pas manufacturées pour l'enregistrement des hologrammes sur DCG, la procédure est longue pour l'enregistrement des hologrammes de haute qualité ⁴³ La seconde méthode consiste à préparer soi-même la gélatine et la couler sur un support en mélangeant avec des quantités bien précises : bichromate d'ammonium, gélatine et l'eau. On agite l'ensemble, on chauffe, on filtre puis on procède au couchage sur le substrat.

8.2.2 La sensibilisation

La sensibilisation de la gélatine est réalisée par trempage dans une solution aqueuse de sels de bichromate. Le choix d'un sel approprié peut améliorer la vitesse d'enregistrement des couches de DCG. Par exemple, le bichromate d'ammonium a une meilleure sensibilité que le bichromate de potassium et que le bichromate de sodium. C'est avec le bichromate de pyridine que la sensibilité est la meilleure, mais la préparation, est délicate et la couche de DCG a une durée de vie qui n'est que de quelques heures ^{33,38}.

8.2.3 Le développement

Pour développer la plaque de DCG exposée, on la trempe dans un bain à 0.5% de solution de bichromate d'ammonium et puis dans un bain de durcisseur, dans une étape suivante la couche est gonflée dans un bain d'eau chaude, la dernière étape est la déshydratation du film, cette étape est cruciale, le résultat peut être un hologramme de très grande efficacité jusqu'à presque 100% ou un hologramme de très faible efficacité. On place la plaque dans un bain d'isopropanol pur, ce qui assure la déshydratation complète de la gélatine ⁴³.

8.3 Les mécanismes d'enregistrement

La variation spatiale de l'intensité photonique se traduit dans le cas de DCG par des variations de dureté, cette dernière est convertie en une variation de l'indice de réfraction dans le volume de la couche par une rapide déshydratation à l'isopropanol. Le mécanisme qui a lieu pendant cette procédure n'est pas très bien connu. Cependant, il y a plusieurs hypothèses pour l'expliquer :

Formation des espaces vides: Schankoff et al ^{44,45} et Case et al ⁴⁶ ont considéré qu'à l'intérieur de la gélatine développée, il se forme des trous. Ils partent de l'hypothèse que si l'hologramme est développé à l'eau, la gélatine gonfle, puis durant le séchage, l'eau s'évapore en laissant des espaces vides ; par conséquent il y a une différence de dureté et d'indice de réfraction entre les régions exposées et les régions non exposées. Par contre si le développement est effectué à l'alcool, la déshydratation rapide provoque des tensions locales importantes ce qui entraîne le remplissage des trous, donc l'alcool joue le rôle d'un déshydratant puissant sans dissoudre ou gonfler la couche de gélatine.

Formation de complexe: La modulation de l'indice de réfraction est expliquée par la formation d'un complexe chaîne polypeptidique –chrome- alcool ⁴⁷.

Réarrangement des chaînes: La modulation de l'indice de réfraction est obtenue après le développement par un réarrangement des chaînes de molécules de polypeptide ^{48,49,50} qui est dû à la différence de dureté entre les régions exposées et non exposées. Le transfert a lieu pendant le développement comme conséquence des forces osmotiques.

La gélatine est généralement obtenue par extraction des tissus contenant du collagène. Sa caractérisation est rendue complexe par le fait que c'est à la fois un gel physique et un gel

chimique, qu'il comporte de très nombreuses impuretés. Ainsi, malgré ses propriétés intéressantes, il s'avère nécessaire d'avoir un matériau plus homogène et dont les caractéristiques physico-chimiques sont mieux contrôlées.

Le Laboratoire de Systèmes Photoniques a pu optimiser ce matériau en identifiant les composés actifs et en les optimisant pour obtenir des couches de photopolypeptides performantes ⁵².

	Bande de Sensibilité spectrale (μm)	Energie d'Enregistrement (mJ/cm^2)	Résolution (Ligne/mm)	Type d'hologramme	Efficacité de diffraction (%)
Emulsions argentiques	0.4-0.7	0.01-0.1	1000-10000	Amplitude, Phase(blanchie), Mince & Epais	5 20-25
Gélatine bichromatée	0.35-0.52	2-30	1000-4000	Phase Mince & Epais	30 90
Photothermo-plastiques	0.488-0.633	0.01-0.0001	2000	Phase Mince	10
Photochromes	0.33-0.48 0.39-0.95	100-10000	1500-10000	Amplitude	0.4-3
Cristal photoniques	0.488-0.633	2-10	1500	Phase Epais	60-80
Photopolymères	UV - 0.5	1000-100000	3000-5000	Phase	-

Tableau 1: Caractéristiques de quelques matériaux holographique utilisés pour l'holographie ⁵¹

9 Conclusion

Dans les matériaux qui manifestent un rétrécissement ou un gonflement, les conditions du développement des composants diffractifs de réflexion peuvent être différentes de celles des composants diffractifs de transmission. Le rétrécissement du matériau a peu d'effet sur l'espacement des franges dans un composant diffractif de transmission. Alors que, pour un hologramme de réflexion, les plans des franges sont parallèles à la couche d'émulsion, le rétrécissement peut réduire l'espacement des franges et peut faire tourner les plans de franges dans le cas des réseaux non symétriques. Ceci affectera l'efficacité de diffraction de l'hologramme.

Le matériau idéal à la réalisation interférométrique de composants diffractifs doit avoir la sensibilité élevée des halogénures d'argent, la possibilité élevée de modulation d'efficacité de diffraction et d'index de la DCG et des photopolymères, la capacité de reconfiguration des cristaux photorefractifs, il faut de plus qu'il soit utilisable sur toutes les longueurs d'onde laser.

Références

- 1 P. Hariharan,, **Practical recording materials in Optical Holography, Principles, Techniques, and Applications** , Cambridge U. Press, Cambridge, UK, Chap. 7, pp. 95–124,1996.
- 2 P.C.Mehta, V.V.Rampal, **Lasers and Holography** World Scientific Publishing Co.,Singapore 1993.
- 3 Cristian Neipp, Inmaculada Pascual, and Augusto Belendez, **Silver halide sensitized gelatin derived from BB-640 holographic emulsion**, APPLIED OPTICS Vol. 38, No. 8 pp1348 1999
- 4 J. J. Crespo, A. Fimia, and J. A. Quintana, "**Hipersensibilizacion de Emulsiones Holograficas**," Communication N. 387 in XX Reunion Bienal de la R.S.E.F. (Sitges, 1985).
- 5 P. Hariharan, "**Rehalogenating bleaches for photographic phase holograms. 3. Mechanism of material transfer**," Appl. Opt. **29**, 2983–2985 ~1990.
- 6 Cristian Neipp, Inmaculada Pascual, and Augusto Belendez, **Effects of overmodulation in fixation-free rehalogenating bleached holograms**, APPLIED OPTICS Vol. 40, No. 20, pp3402, 2001
- 7 R. L. Van Renesse and J. W. Burgmeijer, "**Application of Denisyuk Pulsed Holography to Material Testing**," Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng. 398, 138 (1983).
- 8 William R. Graver, James W. Gladden, and John W. Eastes, **Phase holograms formed by silver halide (sensitized) gelatin processing**, APPLIED OPTICS Vol. 19, No.9 1980 1529
- 9 R. L. Lamberts and C. N. Kurtz, "**Reversal Bleaching for Low Flare Light in Holograms**," Appl. Opt. 10, 1342 (1971).
- 10 D.J.Cooke, A.A. Ward, **Reflection Hologram Processing for High Efficiency in Silver-Halide Emulsions**, Appl Opt, vol 23, p.934-941,1984
- 11 W.J.Gambogi,W.A.Gerstadt,S.R.Mackara, and A.M.Weber, **Holographic transmission elements using improved photopolymer films**, Computer and Optically Generated Holographic Optics IV, I. Cindrich and S. H. Lee, eds., Proc. SPIE 1555, 256–267 1991.
- 12 W.J.Gambogi, A.M.Weber, T.J.Trout, **Advances and applications of DuPont holographic photopolymers**, in Holographic Imaging and Materials, T.H.Jeong, ed., Proc. SPIE 2043, 2–13 1993.
- 13 K. Curtis , D.Psaltis, **Recording of multiple holograms in photopolymer films**, Appl. Opt. 31, 7425–7428,1992.
- 14 A.Pu, K.Curtis, D.Psaltis, **Exposure schedule for multiplexing holograms in photopolymer films**, Opt. Eng. 35,2824–2829, 1996.
- 15 D.A.Waldman, H.Y.S.Li, and E.A.Cetin, **Holographic recording properties in thick films of ULSH-500 photopolymer**, Diffractive and Holographic Device Technologies and Applications V, I. Cindrich and S. H. Lee, eds., Proc. SPIE3291, 89–103, 1998.
- 16 W. J. Gambogi, A. M. Weber, and T. J. Trout, "**Advances and applications of DuPont holographic photopolymers**," in **Holographic Imaging and Materials**, T. H. Jeong, ed., Proc. SPIE **2043**, 2–13, 1993.

- 17 W. S. Colburn, K. A. Haines, **Volume hologram formation in photopolymer materials**, Appl. Opt. 10, 1636–1641, 1971.
- 18 B.L. Booth, **Photopolymer material for holography**, Appl. Opt. 14, 593–601, 1975.
- 19 L.Dhar, M.G.Schnoes, T.L.Wysocki, H.Bair, M.Schilling, and C.Boyd, **Temperature-induced changes in photopolymervolume holograms**, Appl. Phys. Lett. 73, 1337–1339, 1998.
- 20 L. Dhar, K.Curtis, M.Tackitt, M.Schilling, S.Campbell, W.Wilson, A.Hill, C.Boyd, N.Levinos, and A.Harris, **Holographic storage of multiple high-capacity digital data pages in thick photopolymer systems**, Opt. Lett. 23, 1710–1712, 1998.
- 21 D.A.Waldman, H.Y.S.Li, **Determination of low transverse shrinkage in slant fringe gratings of cationic ring-opening volume hologram recording material**, Diffractive and Holographic Device Technologies and Applications IV, I.Cindrich and S. H. Lee, eds., Proc. SPIE 3010, 354–372 1997.
- 22 L. Dhar, A.Hale, H.E.Katz, M.A.Schilling, M.G.Schnoes, and F.C.Schilling, **Recording media that exhibit high dynamic range for digital holographic data storage**, Opt. Lett 22, selime F.S.Chen, J.T.Lamacie, D.B.Fraze, App.Phy.Lett, Vol13, 123, 1968
- 23 P.Cheben, M.A.Calvo, **photopolymerizable glass with diffraction efficiency near 100 percent; for holographic storage**. App.Phy.Let 78, 1490 - 1492 (2001).
- 24 Warren W. Flack, Warren P. Fan, Sylvia White, **The Optimization and Characterization of Ultra-Thick Photoresist Films**, , SPIE 1998 #3333-67
- 25 F.S.Chen, J.T.LaMacchia, D.B.Fraser. **Holographic storage in lithium niobate**, Applied Physics Letters Vol 13, 123, 1968.
- 26 D. Psaltis, F. Mok, **Holographic Memories**, *Sci. Amer.* 273, No. 5, 70, 1995.
- 27 J. J.Amodei, D.L.Staebler, **Holographic pattern fixing in electrooptic crystals**, Appl. Phys. Lett. 18, 540-542, 1971.
- 28 F. Micheron, G. Bismuth, **Electrical control of fixation and erasure of holographic patterns in ferroelectric materials**. , Appl. Phys. Lett. 20, 79, 1972.
- 29 K. Buse, A. Adibi, D. Psaltis, **Non-volatile holographic recording in doubly-doped lithium niobate**, Nature, vol. 393, pp. 665-668, 1998.
- 30 A Adibi, K.Buse, D.Psaltis, **Sensitivity improvement in two-center holographic recording**, Optics Letters, vol. 25, pp. 539-541, 2000.
- 31 G. Montemezzani and P. Guonter, **Thermal hologram fixing in pure and doped KNbO3 crystals**, J. Opt. Soc. Am. B 7, 2323 (1990).
- 32 Boilot J-P, Canva M., Sanchez C, Lebeau B., Chaput F, Zyss J, **Applications des matériaux hybrides dans le domaine de l'optique**, Matériaux hybrides, série Arago Observatoire français des techniques avancées (Masson), 17, 181, 1996.
- 33 R.GRZYMALA, **contribution à l'emploi de la gélatine bichromatée en holographie**, mémoire de DES, université louis Pasteur, 1979.

- 34 J.Kosar, **light-sensitive systems**, John Wiley and Sons New York, chapitre2,1965.
- 35 T.A.Shankoff, **Phase holograms in dichromated gelatin**, Appl. Opt. vol 7,2101-2105, 1968
- 36 L.Solymar, D.J.Cooke, **volume holography and volume gratings**, Academic Press, 255, 1981.
- 37 L.H.Lin, **Hologram formation in hardened Dichromated gelatin Films**, App Opt Vol 8, No 5, pp 963-966, 1969
- 38 R.Grzymala and Tuula Keinonen, **Dark self-enhancement in dichromated-gelatin gratings: a detailed study**, App Opt Vol. 38, No. 35 pp 7222—7227, 1999
- 39 R.J.Collier, C.B.Burchhart, L.H.Lin, **Optical holography**, Academic, New York, 1971, Chap 9
- 40 P.C.Mehta and V.V.Rampal, **Lasers and Holography** , World Scientific Publishing Co., Singapore 1993
- 41 L.H.Lin, **Hologram Formation in Hardened Dichromated Gelatin Films**, App Optics Vol8: N5 963-969 1969
- 42 J. Oliva et al, **Dichromated Gelatin Holograms Derived from Agfa 8E75 HD Plates**, Appl Opt Vol 23:196-7 1984
- 43 B. J. Chang, C. D. Leonard, **Dichromated gelatin for the fabrication of holographic optical elements**, Appl. Opt. 18, 2407-2417 1979.
- 44 T. A. Shankoff, **Phase holograms in dichromated gelatin**, Appl. Opt. 7:2101-2105, 1968
- 45 R.K. Curran, T.A. Shankoff, **Mechanism of Hologram Formation in Dichromated Gelatin**, Ap Optics 9:1651-7 JI, 1970
- 46 S. K. Case, R. Alferness, **Index Modulation and Spatial Harmonic Generation in Dichromated Gelatin Films**, Applied Physics 10, pp. 41-51, 1976.
- 47 S.Sjolinder, **Dichromated gelatin and the mechanism of hologram formation**, Photographic Science and Engineering Vol25,112,1981
- 48 B.J. Chang, **Dichromated Gelatin Holograms and Their Applications**,. Opt Eng 19:642-8 S/O, 1980
- 49 S.P.McGrew, **Color control in Dichromated Gelatin Reflection holograms**, Proc SPIE.Vol 215.24-31 .1980.
- 50 R. A. Cullen, **Some characteristics of and measurements on dichromated gelatin reflection holograms**, in Max Born Centenary Conference, M. J. Colles and D. Swift, eds., Proc. SPIE **369**, 647–654 ,1983.
- 51 A.A.Akoev, S.B.Gurevich,K.M.Zhumaliev, **Holographic Memory**, Allerton Press, 1998
- 52 R.Grzymala,I.El-Hafidi, L.Elouad, R.Kiffer, P.Meyrueis, « **Matériau de type protéine pour la photonique, les principes et procédés de mise en œuvre de base** » OPTO2002,22-24Oct2002, Ed proceedings Expositum.
- 53 J.C.Urbach, R.W.Meier, **Thermoplastic xerographic holography** Appl. Opt. 5 666-8 1966

Chapitre 2

Rappels concernant quelques technologies holographiques, particulièrement pour le stockage diffractif de données

CHAPITRE 2

PARTIE A : METHODES HOLOGRAPHIQUES	44
1 Introduction	44
2 Principe de base de l'holographie	44
3 Analyse fonctionnelle des hologrammes de volume de phase.	47
PARTIE B : MEMOIRES DIFFRACTIVES	55
1 Introduction	55
2 Principe d'une mémoire diffractive	56
3 Etude de certains paramètres d'une mémoire diffractive.....	62
4 Etude expérimentale d'un dispositif d'enregistrement d'une mémoire diffractive	67
5 Conclusion.....	74
Références	75

PARTIE A : METHODES HOLOGRAPHIQUES

1 Introduction

L'holographie est une méthode interférentielle pour enregistrer, dans une couche de photomatériau, des fronts d'ondes ayant rencontrés un objet illuminé en rayonnement cohérent dont la restitution se fait par diffraction. Elle fut accidentellement inventée par D.Gabor en 1947 dans le cadre de ses recherches pour améliorer la puissance de résolution des microscopes électroniques^{1,2,3}. Bien que plusieurs tentatives de mise en œuvre de l'holographie aient été menées dans les années 50, la technique est restée inapplicable, à cause de l'absence d'une source cohérente. Mais, l'apparition du laser dans les années 60 a fait progresser très rapidement cette technique d'un point de vue pratique. Les premiers hologrammes effectivement visibles et exploitables furent réalisés par E.Leith, J.Upatnieks et Denisyuk en 1962,^{4,5,6,7}.

2 Principe de base de l'holographie

2.1 Principe

L'holographie permet l'enregistrement de l'information intégrale portée par un front d'onde photonique, c'est à dire non seulement son amplitude réelle, mais aussi sa phase. Cette phase porte l'information sur le relief de l'objet.

L'enregistrement en holographie se fait par l'interférence du front d'ondes émis par l'objet et d'un front d'onde référence. Le front d'onde objet est porteur de l'information sur l'objet tandis que le front d'onde référence est employé pour enregistrer les données et la lecture de l'hologramme. Pour réaliser un hologramme **Figure 1**, les faisceaux de référence et objet sont superposés sur un milieu photosensible. La figure d'interférence optique résultante sera enregistrée sous forme de changements chimique et/ou physique dans la couche de matériau photosensible. La figure d'interférence codant l'information est enregistrée sous forme de changements du coefficient d'absorption, de l'indice de réfraction, ou de l'épaisseur de la couche photosensible. Le front d'onde objet est restitué en illuminant convenablement l'hologramme développé avec l'onde de référence.

Généralement, l'onde de restitution (de lecture) est identique à l'onde de référence utilisée lors de l'enregistrement. Ceci présente l'avantage de satisfaire aux conditions de stigmatisme de l'image holographique^{1,2,3,7}.

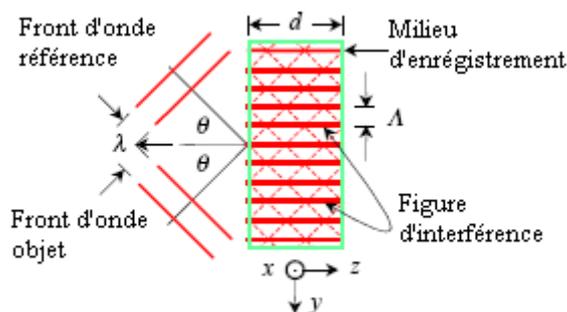


Figure 1: Figure d'interférence produite par l'enregistrement de deux ondes planes

2.2 Classification des hologrammes enregistrés sur des couches photosensibles

Les hologrammes peuvent être classés de diverses manières. Ils sont classés selon l'épaisseur du matériau photosensible d'enregistrement, la configuration du montage utilisé pour l'enregistrement, et la façon dont le matériau photosensible enregistre la figure d'interférence.

2.2.1 Classification selon l'épaisseur du matériau photosensible.

D'après les considérations sur l'épaisseur de la couche photosensible, on distingue des hologrammes minces ou des hologrammes épais. Comme on le verra plus tard, cette distinction a été définie sur la base de la théorie des ondes couplées de Kogelnik⁸.

La distinction entre hologramme mince et épais est donné par le facteur Q défini par :

$$Q = \frac{2\pi\lambda d}{n\Lambda^2} \quad (2-1)$$

Où λ est la longueur d'onde de restitution, n est l'indice de réfraction du matériau d'enregistrement, d est son épaisseur, Λ le pas du réseau.

- Si $Q < 1$ réseau mince (régime de Raman Nath)⁹.
Ces hologrammes diffractent une partie de l'énergie en dehors de la composante d'ordre zéro pour former plusieurs composantes : les ordres de diffractions **Figure 2**.
- Si $Q > 10$ réseau épais (régime de Bragg)¹⁰.
Pour ces hologrammes épais, la diffraction maximale du front d'onde incident est produite sous l'effet de résonance de Bragg¹¹.

En se plaçant dans les conditions usuelles utilisant la gélatine bichromatée où $\lambda = 0,514\mu\text{m}$, $n = 1.5$, $d = 20\mu\text{m}$, $\Lambda = 0.7\mu\text{m}$, on obtient alors $Q = 87.7$.

$$2n\Lambda \sin(\theta) = k\lambda \quad (2-2)$$

Où k est un entier représentant l'ordre de la diffraction, θ est l'angle entre le faisceau objet et le faisceau référence pendant l'enregistrement, λ est la longueur d'onde de la lumière, et Λ l'espacement entre les plans de frange.

Si la condition de Bragg est vérifiée, un renforcement du faisceau diffracté est obtenu dans une direction bien définie. L'efficacité de diffraction diminue toutefois rapidement si θ et λ sont tels que l'expression n'est pas vérifiée. Une conséquence de la vérification de la condition de Bragg, est que l'hologramme de volume reconstruit une image virtuelle à la position originale de l'objet enregistré, uniquement si le faisceau de reconstruction coïncide exactement avec le faisceau de référence. L'image conjuguée et les ordres supérieurs de diffractions sont alors absents. Bien que la classification entre hologrammes minces et épais soit faite sur la base de l'épaisseur du milieu d'enregistrement, il n'y a aucun régime de transition clair qui les distingue.

Une transition progressive des propriétés de ces deux classes d'hologrammes existe lorsque l'épaisseur moyenne et l'angle entre les faisceaux objet-référence augmentent. Il est possible par exemple d'enregistrer un hologramme plan dans un milieu épais⁴⁶.

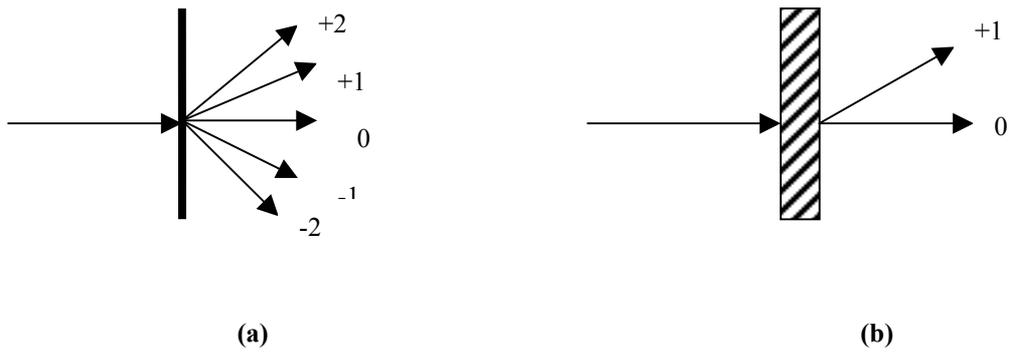


Figure 2: Composantes diffractées par un hologramme mince (a) et un hologramme épais (b)

2.2.2 Classification selon la configuration de l'enregistrement

Selon la configuration de l'enregistrement: un hologramme de transmission est obtenu si les deux fronts d'ondes incidents (objet et référence) proviennent du même côté de la plaque, un hologramme de réflexion est obtenu lorsque les fronts d'ondes incidents sont issus de côtés opposés de la couche photosensible.

2.2.3 Les hologrammes de phase et les hologrammes d'amplitude

Un hologramme sera à modulation de phase ou à modulation d'amplitude selon la nature du matériau photosensible et sa réponse au rayonnement. Si ce matériau photosensible enregistre la figure d'interférence sous forme de modulation de son coefficient d'absorption, on parle, d'un hologramme d'amplitude. En revanche, si l'enregistrement est figé sous forme de variation d'un paramètre de la couche photosensible qui amène à des variations de chemin optique tel que l'indice de réfraction ou l'épaisseur, on parle alors d'un hologramme de phase.

3 Analyse fonctionnelle des hologrammes de volume de phase.

L'analyse de la diffraction par des réseaux de phase épais par une approche rigoureuse¹² est complexe. Il existe, cependant, plusieurs approximations très utiles : citons à titre d'exemple l'approximation des ondes couplées de Kogelnik⁸, et celle de Harthong¹³.

Ces deux théories que nous allons rappeler sont applicables pour des incidences proches de l'angle de Bragg, même s'il a été montré expérimentalement que l'approche de Harthong est également valable pour des fortes variations par rapport à l'angle de Bragg¹⁴.

3.1 Théorie des ondes couplées

Nous limitons notre étude aux hologrammes de phase épais. La figure d'interférence résulte dans ce cas de l'interférence de deux ondes planes. Quand un modèle d'interférence quasi sinusoïdal est enregistré sur un milieu photosensible les propriétés optiques du milieu changent de manière harmonique:

$$n = n_0 + n_1 \cos(\mathbf{K}\mathbf{x}) \quad (2-3)$$

$$\alpha = \alpha_0 + \alpha_1 \cos(\mathbf{K}\mathbf{x} + \varphi) \quad (2-4)$$

Où n est l'indice de réfraction du milieu à un point quelconque \mathbf{x} , n_0 est l'indice de réfraction moyenne et n_1 est la modulation de l'indice de réfraction. Et α est la constante d'absorption à un point quelconque \mathbf{x} , α_0 est l'absorption moyenne constante et α_1 est la constante de modulation moyenne d'absorption. \mathbf{K} est le vecteur de réseau, qui est perpendiculaire aux franges enregistrées dans le milieu, son module est égal $K = 2\pi/\Lambda$, où Λ est la période de réseau.

Dans un modèle d'hologramme purement de phase, la modulation du coefficient d'absorption est négligeable¹⁵.

La propagation de l'onde dans le milieu (hologramme) est donnée par les équations de Maxwell pour un milieu non magnétique $\mu = 1$

$$\begin{cases} \text{rot}(E) = -\mu_0 \frac{\partial H}{\partial t} \\ \text{rot}(H) = \varepsilon \frac{\partial E}{\partial t} + \gamma E \\ \text{Div}(D) = 0 \\ \text{Div}(H) = 0 \end{cases} \quad (2-5)$$

Où E : le champ électrique, H : le champ magnétique, D : déplacement électrique, μ_0 : perméabilité du vide, ε : constante diélectrique du milieu, γ : conductivité du milieu

Si nous considérons que ces ondes sont polarisées avec une polarisation perpendiculaire du champ électrique, leur interaction dans l'hologramme peut être décrite par l'équation d'ondes scalaires suivante⁸:

$$\Delta E + k^2 E = 0 \quad (2-6)$$

Où $k = 2\pi/\lambda$ est une constante de propagation dans l'hologramme, λ est la longueur d'onde dans le matériau.

Dans ce qui suit, on donnera un bref aperçu de l'application de la théorie des ondes couplées à l'étude des milieux modulés.

Dans le cadre des approximations de la théorie des ondes couplées, on suppose qu'il y a seulement deux ondes dans le milieu : une onde incidente R et une onde diffractée S qui satisfont la loi de Bragg, et le champ total dans l'hologramme peut s'exprimer par :

$$E_{total} = R(z)e^{-j\rho \cdot x} + S(z)e^{-j\sigma \cdot x} \quad (2-7)$$

Où ρ et σ sont respectivement les vecteurs de propagation des ondes R et S .

On suppose que la quantité ρ est égale au vecteur de propagation de l'onde de référence en l'absence de couplage, alors que σ est déterminé par l'hologramme. ρ est lié à σ et au vecteur de réseau par l'expression :

$$\sigma = \rho - K \quad (2-8)$$

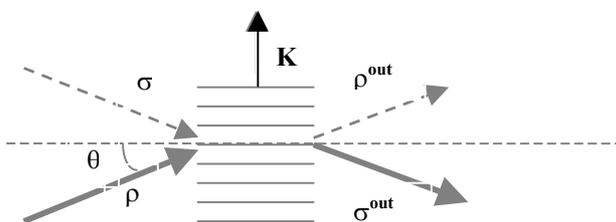


Figure 3: Représentation schématique de σ, ρ et K dans le cas de l'enregistrement d'un hologramme de transmission

On combine les équations (2-6) et (2-7) et on suppose que $R(z)$ et $S(z)$ varient assez lentement pour que $\partial^2 R / \partial z^2$ et $\partial^2 S / \partial z^2$ puissent être négligées, on obtient alors:

$$c_R R' + \alpha R = -j\kappa S \quad (2-9)$$

$$c_S S' + (\alpha + j\zeta) S = -j\kappa R \quad (2-10)$$

Où les facteurs d'obliquité⁸ c_R et c_S sont donnés par : $c_R = \cos(\theta)$ et $c_S = \cos(\theta) - (\frac{K}{n_0 k}) \cos(\psi)$

Ces facteurs dépendent, entre autre, des angles que font les faisceaux d'écriture et de lecture avec le matériau. Dans les conditions de Bragg⁸ on a $c_R = c_S = \cos(\theta_0)$.

Et si α est le coefficient d'absorption :

$$\zeta = \delta\theta \cdot K \cdot \sin(\psi - \theta_0) - \delta\lambda \cdot \frac{K^2}{4\pi n_0} \quad (2-11)$$

Le coefficient de couplage κ est donné par la relation :

$$\kappa = (\pi n_f / \lambda) - j\alpha_f / 2 \quad (2-12)$$

Le processus de diffraction est décrit par les équations (2-9) et (2-10), les variations des amplitudes des ondes R et S lors de leur propagation dans le milieu (hologramme) sont dues à l'absorption comme l'indiquent les termes αR et αS , et/ou le couplage d'une onde avec l'autre comme indiquent les termes κR et κS . Le terme $j\zeta S$ ajoute un terme de phase à l'onde diffractée. Si la direction de l'onde R dévie trop de l'angle de Bragg θ_0 , la quantité ζ sera grande, ceci entraîne une désynchronisation des ondes R et S et le couplage sera en conséquence très faible ou carrément absent. Les solutions des équations (2-9) et (2-10) peuvent s'écrire sous la forme⁸:

$$R(z)=R_1 \cdot \exp(\varpi_1 \cdot z)+R_2 \cdot \exp(\varpi_2 \cdot z) \quad (2-13)$$

$$S(z)=S_1 \cdot \exp(\varpi_1 \cdot z)+S_2 \cdot \exp(\varpi_2 \cdot z) \quad (2-14)$$

où

$$\varpi_1 = -j \frac{\zeta}{c_S} + \sqrt{\frac{\zeta^2}{c_S^2} - 4 \frac{\kappa^2}{c_S c_R}} \quad \varpi_2 = -j \frac{\zeta}{c_S} - \sqrt{\frac{\zeta^2}{c_S^2} - 4 \frac{\kappa^2}{c_S c_R}} \quad (2-15a, b)$$

Les amplitudes R_1 , R_2 , S_1 et S_2 seront ainsi déterminées à partir des conditions aux limites.

3.1.1 Cas des hologrammes épais de phase de transmission

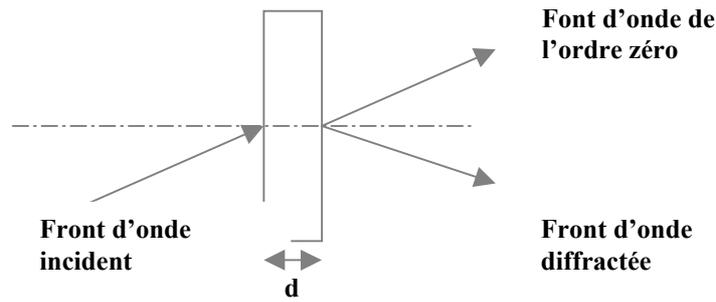


Figure 4: Traitement d'un front d'onde incident par un hologramme épais de transmission

Dans les hologrammes épais de phase fonctionnant en transmission **Figure 4**, la diffraction est due principalement aux variations de l'indice de réfraction. A partir des équations (2-9) et (2-10) et en éliminant l'absorption et en considérant les conditions aux limites, on peut montrer⁸ que l'amplitude de l'onde diffractée peut s'exprimer ainsi :

$$S(d) = -j \exp(-jA) \frac{\sin(\sqrt{(A^2+B^2)})}{\sqrt{(1+A^2/B^2)}} \quad (2-16)$$

Avec: $A = \zeta d / 2 \cos(\theta)$ et $B = \pi n_1 d / \lambda \cos(\theta)$ (2-17a,b)

Si l'angle d'incidence est égal à l'angle de Bragg (donc $\delta\theta = 0$) et si les longueurs d'onde d'enregistrement et de lecture sont égales (donc $\delta\lambda = 0$), alors $\zeta = 0$ donc $A = 0$. L'amplitude de l'onde diffractée peut s'exprimer à partir de l'équation (2-16) par:

$$S(d) = -j \sin(B) \quad (2-18)$$

On normalise par rapport à l'amplitude de l'onde référence incidente $R(0) = 1$.

L'efficacité de diffraction est alors donnée par :

$$\eta = |S(d)|^2 = \sin^2\left(\frac{\pi n_1 d}{\lambda \cos(\theta_0)}\right) \quad (2-19)$$

Cependant, quand l'angle d'incidence et/ou la longueur d'onde du faisceau de lecture dévie des valeurs exigées pour satisfaire la condition de Bragg, cela entraîne une variation du rendement de l'hologramme, due aux variations du paramètre ζ . L'efficacité de diffraction sera dans ce cas donnée par :

$$\eta = \frac{\sin^2(\sqrt{(\zeta d / 2 \cos(\theta))^2 + (\pi n_1 d / \lambda \cos(\theta))^2})}{(1 + (\lambda \zeta)^2 / (2\pi n_1)^2)} \quad (2-20)$$

3.1.2 Cas des hologrammes épais de phase de réflexion

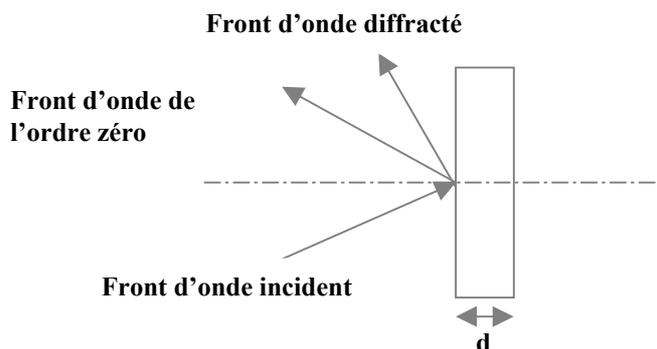


Figure 5: Traitement d'un front d'onde incident par un hologramme épais de réflexion

On considère un hologramme de phase de réflexion **Figure 5**, l'amplitude de l'onde diffractée dans la condition de Bragg est donnée par l'expression :

$$S(0) = jth \left(\frac{\pi n_1 d}{\lambda \cos(\theta_0)} \right) \quad (2-21)$$

Donc l'efficacité de diffraction est donnée par :

$$\eta = th^2 \left(\frac{\pi n_1 d}{\lambda \cos(\theta_0)} \right) \quad (2-22)$$

Cependant, si l'angle d'incidence et/ou la longueur d'onde du faisceau de lecture sont différents des valeurs exigées pour satisfaire la condition de Bragg, l'efficacité de diffraction sera donnée par :

$$\eta = \left[1 + \frac{(1 - (\lambda \zeta / 2\pi n_1)^2)}{\sinh^2(\sqrt{(\pi n_1 d / \lambda \cos(\theta))^2 - (\zeta d / 2 \cos(\theta))^2})} \right]^{-1} \quad (2-23)$$

La sélectivité spectrale d'un hologramme de réflexion est donc meilleure que celle d'un hologramme de transmission, c'est pour cela que même par l'illumination en lumière blanche parvenant d'une source quasi ponctuelle, on peut obtenir une image virtuelle diffractée.

3.2 Théorie alternative pour l'analyse de la diffraction dans les milieux modulés

La théorie alternative pour l'analyse de la diffraction dans les milieux modulés développée par J.Harthong en 1991 a été appliquée pour l'étude des réseaux enregistrés dans la gélatine bichromatée^{16,17}. Elle permet de donner la forme du profil d'indice inscrit dans l'hologramme^{14,18,19} à partir de la mesure de son efficacité de diffraction. L'avantage principal de cette méthode, est qu'elle n'est pas restreinte aux milieux modulés sinusoïdalement.

La permittivité dans un milieu modulé quelconque peut s'écrire:

$$\varepsilon(x,y,z)=f\left(\frac{2\pi}{\lambda}(ax+by+cz)\right) \quad (2-24)$$

Où f est une fonction périodique linéaire dans le cadre de la théorie de Kogelnik⁸.

f est une fonction arbitraire non linéaire dans le cadre de la théorie alternative de Harthong¹³.

Et (a,b,c) sont les coordonnées du vecteur du réseau.

Dans le cas d'un hologramme de phase, l'indice de réfraction est modulé périodiquement par l'enregistrement de la figure d'interférence donc sa permittivité peut être décomposée en une série de Fourier :

$$\varepsilon = \sum_{p=0}^{\infty} A_p \cos(p\theta) + B_p \sin(p\theta) \quad (2-25)$$

les coefficients A_p et B_p représentent respectivement les amplitudes de la $p^{\text{ième}}$ composante cosinusoidale et sinusoïdale de la permittivité du milieu.

En introduisant l'expression précédente de la permittivité dans l'équation de propagation, et en la résolvant, on trouve les expressions des champs diffractés. Nous citons ci-dessous quelques résultats issus de théorie alternative d'Harthong¹³.

Un champ électrique incident supposé connu peut s'écrire sous la forme :

$$E(x,z)=E_0 \exp(jk_0(x\sin\alpha^{(0)}+z\cos\alpha^{(0)})) \quad (2-26)$$

Où E_0 est l'amplitude de l'onde incidente, $\alpha^{(0)}$ est l'angle d'incidence et $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ est le vecteur d'onde.

Les champs électriques transmis et réfléchis peuvent s'exprimer respectivement par :

$$E_T(x,z)=\sum_n \exp(jk(x\sin\theta_n+z\cos\theta_n)) \cdot \sum_m C_m a_{mn} \exp(jkz(\beta_m-\beta_n^{(O+)})) \quad (2-27)$$

$$E_R(x,z)=\sum_n \exp(jk(x\sin\theta_n-z\cos\theta_n)) \cdot \sum_m C_m a_{mn} \exp(jkz(\beta_m-\beta_n^{(O-)})) \quad (2-28)$$

Les paramètres géométriques α , θ_n , k , ξ sont considérés dans le milieu de l'indice de réfraction (N), alors que dans l'espace extérieur on a : α_0 , θ_{m0} , k_0 et ξ_0 tels que $\sin(\alpha_0)=N \cdot \sin(\alpha)$, et $k=N \cdot k_0$, a_{mn} sont les coefficients de Fourier et les quantités β_m sont les valeurs propres de l'équation (2-6).

D'après les conditions aux limites, en satisfaisant la continuité des champs électriques et magnétiques, et en négligeant les ordres supérieurs de diffraction on obtient :

Pour $n \neq 0$

$$\sum_m C_m a_{mn} [(\beta_m - \beta_n^{(O-)}) - \cos\theta_n + \frac{1}{N} \cos\theta_n^0] \exp(-jka\beta_m) = 0 \quad (2-29)$$

Pour $n=0$

$$\sum_m C_m a_{m0} [\beta_m + \cos\alpha + \frac{1}{N} \cos\alpha^0] \exp(-jkd\beta_m) = 2\varepsilon_0 \frac{1}{N} \cos\alpha^0 \exp(jkd(\cos(\alpha - \frac{1}{N} \cos\alpha^0))) \quad (2-30)$$

Pour tout n

$$\sum_m C_m a_{mn} [(\beta_m - \beta_n^{(O+)}) + \cos\theta_n - \frac{1}{N} \cos\theta_n^0] \exp(jka\beta_m) = 0 \quad (2-31)$$

Les coefficients $\beta_n^{(0\pm)}$ représentent les valeurs limites de β_n quand l'amplitude de modulation tend vers zéro, ε_0 est l'amplitude du faisceau incident considéré à la première interface.

Après la détermination des coefficients C_m et les amplitudes E_n des ondes transmises et réfléchies, on peut calculer numériquement les valeurs propres β ainsi que les coefficients de Fourier a_{mn} pour les fonctions propres. On peut également calculer l'intensité diffractée à partir du coefficient de Fourier du profil de modulation de l'indice de réfraction.

Ce calcul s'avère particulièrement intéressant dans le cadre de notre travail, car il permet de déterminer le profil de modulation de réfraction enregistré dans un hologramme à partir d'une mesure de son efficacité de diffraction. Nous l'exploiterons afin de confirmer les résultats que nous obtiendrons avec la méthode proposée.

PARTIE B : MEMOIRES DIFFRACTIVES

1 Introduction

Les améliorations des technologies conventionnelles des disques durs magnétiques, des disques optiques et des mémoires à semi-conducteurs ont pu suivre la demande croissante de grande capacité de stockage. Cependant, ces technologies de stockage dites "en surface" approchent de leurs limites théoriques. Les régions les plus petites qui stockent optiquement des bits de données sous forme de modulation micromorphologiques de surface deviennent difficilement accessibles et thermiquement moins stables^{20,21,22}. Une nouvelle approche est explorée pour la prochaine génération de systèmes de stockage de données en exploitant l'holographie optique. L'enregistrement de l'information est fait sous mode diffractive dans tout le volume d'une couche de matériau photosensible. En superposant plusieurs enregistrements dans un même volume du matériau d'enregistrement, il est donc possible de réaliser de grandes densités de stockage^{23,24} que les technologies courantes ne peuvent pas atteindre. Les mémoires diffractives pourraient théoriquement permettre de stocker des données avec une densité volumique d'un bit par longueur d'onde cubique. Pour une longueur d'onde typique de laser d'environ 500 nm, cette densité correspond à 10^{12} bits/cm³ (1 terabit). Avec un taux de lecture très rapide (10 Gbit/s). Pour une modulation de surface, la densité théorique limite est égale 10^8 bits/cm².

En dépit de ce potentiel attrayant, la recherche technologique sur le stockage de données par l'holographie de volume à été fortement ralentie au milieu des années 70 à cause du manque de dispositifs appropriés qui pourraient transférer et lire les pages enregistrées. L'intérêt pour le stockage de données par holographie de volume a été relancé au début des années 90 par la disponibilité des caméras CCD (charge coupled devices), des détecteurs de semi-conducteur, des modulateurs spatial de la lumière, de nouveaux matériaux et après un approfondissement de la compréhension de la technologie des hologrammes en volume^{8,13,17}.

Avec ces nouveaux éléments, les études ont démontré le potentiel du stockage diffractif : des densités effectives équivalentes à 390 bits par micron carré peuvent être atteinte⁴⁷. Cette densité est supérieure aux capacités de mémoire des disques optiques DVD par un facteur de presque 20, et des disques magnétiques par un facteur de 5.

2 Principe d'une mémoire diffractive

Actuellement, les techniques de mémoire diffractive sont très proches de devenir technologiquement et économiquement industrialisables. Les principaux problèmes à résoudre sont le taux d'enregistrement, les tailles des Pixels des images en entrée et sortie, la puissance de rendement du laser, la dégradation des mémoires diffractives pendant la lecture, l'affaiblissement temporel des hologrammes, et la sensibilité des matériaux d'enregistrement. Ils sont largement discutés dans des centaines d'études²⁰.

2.1 Technologie de base des mémoires diffractives

Un système de mémoire holographique typique comporte deux étapes : l'enregistrement de la mémoire et sa lecture. Le mode d'enregistrement le plus utilisé, consiste à exposer le matériau photosensible à la figure d'interférence produite par un faisceau de référence et un faisceau image, tous deux issus de la même source laser **Figure 6**. Les informations à enregistrer sont généralement imprimées sur le faisceau image sous la forme d'une page (un paquet) de données, à l'aide d'une matrice de modulateurs spatial (SLM) de lumière adressé par un ordinateur. La transparence de chaque modulateur élémentaire, qui définit un pixel de l'image, est contrôlée électriquement. Lorsqu'ils ne possèdent que deux niveaux de transmission, les pixels codent chacun 1 bit d'information. La résolution sans cesse croissante des SLM est un facteur déterminant dans la densité de stockage des mémoires diffractives que l'on peut atteindre. Les éléments optiques essentiels nécessaires pour réaliser une mémoire diffractive sont :

- Un laser pour l'enregistrement qui fournit une lumière cohérente et collimatée. Il peut être pulsé ou continu, toutefois ce dernier est plus adapté. Selon le milieu photosensible d'enregistrement, la puissance exigée pour la lecture d'information est directement proportionnelle à la sensibilité du milieu d'enregistrement et inversement proportionnelle à la densité de stockage. Le laser doit également répondre aux exigences de stabilité de fréquence, stabilité d'amplitude, longueur de cohérence, et fiabilité.

- Un modulateur spatial de lumière (SLM)²⁵ dont le but est de transférer les données au faisceau objet sous forme d'une page (un paquet) de données numériques qui sera enregistrée dans le photomatériau, par la suite, par interférence avec une onde référence
- Des composants optiques (lentilles, miroirs, collimateurs...) pour la mise en forme, le filtrage des faisceaux objet et référence.
- Une camera CCD avec l'électronique associée qui permet la capture, le décodage, puis la transmission des pages digitales des informations stockées lues à un PC.
- Le support de stockage diffractif doit être à la fois d'une très bonne sensibilité en enregistrement afin d'autoriser des taux de transfert d'informations élevés et d'une haute qualité optique pour restituer ces données par lecture directe sans dégradation. Il doit permettre de conserver le contenu sans perte sur du long terme. De plus, dans certains cas, il doit être réversible pour permettre la mise à jour des informations, comme le font les supports effaçables actuels.

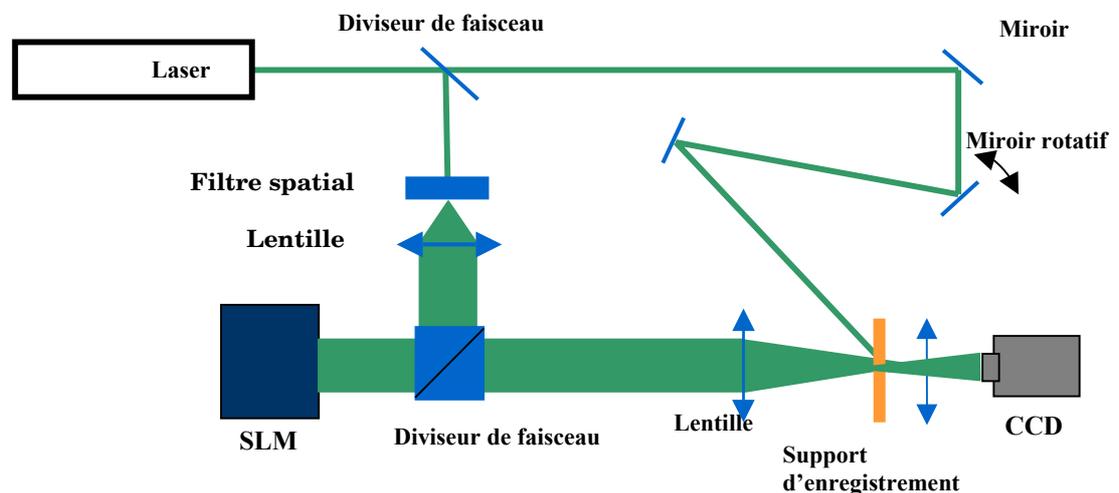


Figure 6 : Montage expérimental d'enregistrement et de lecture d'une page d'information

2.2 Les différents types de multiplexage possible

Comme nous l'avons vu auparavant, si le matériau photosensible est mince, l'angle et la longueur d'onde du faisceau de lecture peuvent différer de l'angle et de la longueur d'onde du faisceau de référence qui a été employé pour enregistrer la page. Cependant, si l'onde de lecture diffère de l'onde de référence d'écriture (par exemple par son vecteur d'onde), les ondes d'ordre 1 diffractées par les différentes couches ne sont pas en phase. Si les différences sont importantes, les interférences sont totalement destructives et l'efficacité de diffraction est nulle.

Les ondes diffractées interfèrent de façon constructive à condition que les ondes de référence de lecture et d'écriture soient identiques.

Cette condition d'accord de phase, ou condition de Bragg, permet de distinguer des hologrammes qui occupent le même espace physique. Typiquement, pour les matériaux photoréfractifs utilisés comme mémoires, la sélectivité angulaire de Bragg est meilleure que $5.7 \cdot 10^{-3}$ degré. Cette sensibilité de la reconstruction holographique aux changements de longueur d'onde et d'angles augmente avec l'épaisseur du matériau. Ce qui signifie que le système optique de lecture doit être suffisamment stable pour donner des résultats répétitifs. En effet, ces interférences destructives fournissent une possibilité très importante de stockage car dans le cas d'un multiplexage, elles permettent à chaque paquet d'informations stockées d'être indépendamment consulté avec son propre faisceau original de référence.

Il existe de nombreuses techniques de multiplexage. Les techniques les plus prometteuses sont le multiplexage angulaire^{26,27,28}, le multiplexage spatial^{29,30}, le multiplexage spectral^{31,32} ou le multiplexage par codage de phase de l'onde référence^{33,34}. Il existe également des systèmes hybrides utilisant à la fois une combinaison de plusieurs types de multiplexages à la fois, d'autres techniques de multiplexage comportent la rotation ou la translation de quelques microns du milieu d'enregistrement^{35,36}.

2.2.1 Multiplexage angulaire

Cette technique de multiplexage est déjà utilisée dans la littérature^{26,27,28}. Elle consiste à enregistrer en un même "point" de la mémoire plusieurs pages de données, en changeant chaque fois l'angle d'enregistrement référence-objet **Figure 7**. Pendant la restitution, l'efficacité de diffraction d'une page recherchée atteint sa valeur maximale uniquement si les conditions de Bragg sont satisfaites. Si on varie cet angle de référence, il y aura un désaccord de phase et l'efficacité de diffraction diminue alors rapidement.

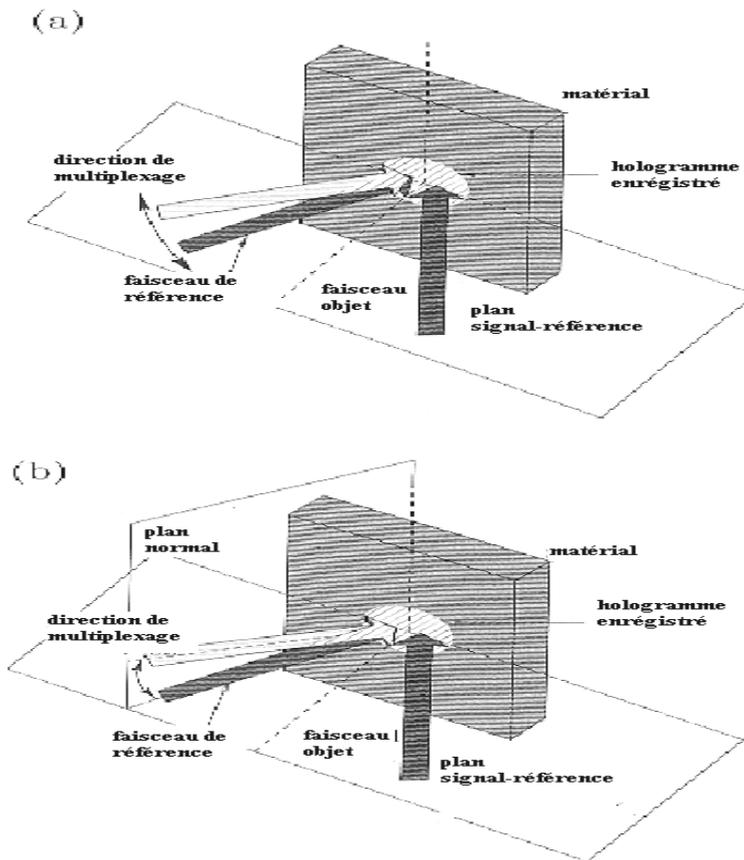


Figure 7 : Multiplexage angulaire a : les faisceaux objet et référence dans le même plan, b : les faisceaux objet et référence appartiennent à deux plans différents

Cette technique est pénalisée à priori par le coût global et par les temps d'enregistrement et temps de lecture. Toutefois, ce procédé a permis d'enregistrer (³⁷ Rockwell) 1000 hologrammes de 320 par 220 pixels dans une couche de $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ d'un cristal photoréfractif de niobate de lithium (LiNbO_3). La juxtaposition de 20 couches identiques dans le volume total du cristal de $10 \times 10 \times 20 \text{ mm}^3$ a conduit à une capacité de 20 000 hologrammes.

2.2.2 Multiplexage spatial

Il existe deux formes généralement utilisées de multiplexage spatial qui sont le multiplexage péristrophique **Figure 8** et le multiplexage par décalage du milieu d'enregistrement.

2.2.2.1 Multiplexage péristrophique

Analogue au multiplexage angulaire, cette forme de multiplexage spatial consiste à "tourner " le milieu d'enregistrement pour multiplexer les hologrammes²⁹, les faisceaux de source lumineuse en revanche restent dans une position fixe **Figure 8**. Par exemple, un cube pourrait

être tourné six fois permettant ainsi à chacun de ses six côtés d'enregistrer des données. Ceci permet de multiplier par 6 le nombre de pages qui pourraient être stockées dans ce volume.

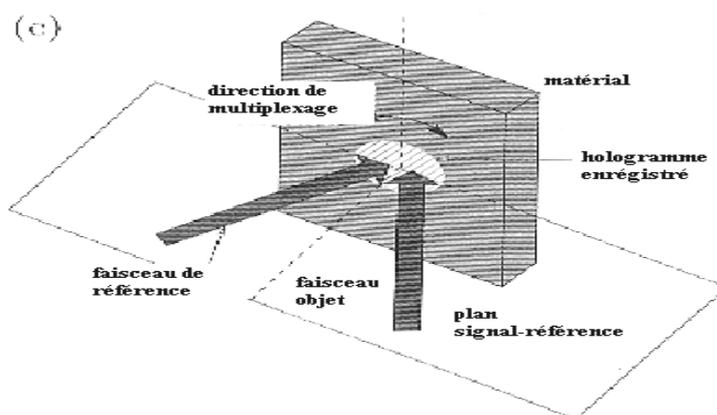


Figure 8 : Multiplexage spatial de type péristrophique

2.2.2.2 Multiplexage par décalage

Le multiplexage spatial par décalage est une méthode qui consiste simplement à changer le point d'enregistrement sur le milieu en translatant ce dernier dans son plan de quelques millimètres³⁰ Figure 9.

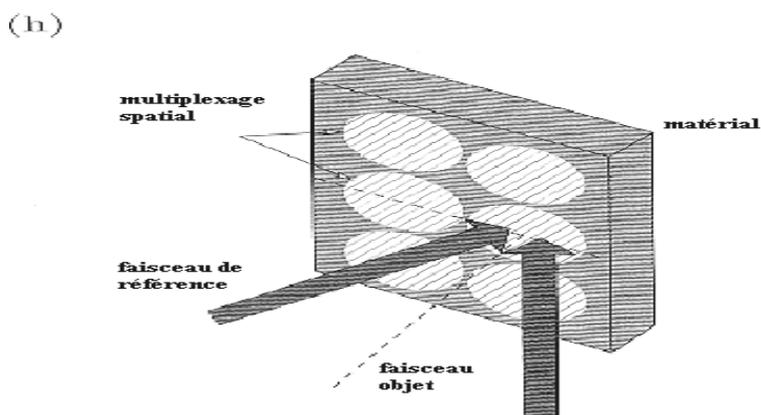


Figure 9: Multiplexage spatial par décalage

2.2.3 Multiplexage spectral

Pendant le multiplexage spectral, les angles d'enregistrement et le point d'enregistrement restent constants, cette technique de multiplexage consiste cependant à varier la longueur d'onde des faisceaux d'enregistrement **Figure 10**. Comme dans le cas du multiplexage angulaire l'efficacité de diffraction de la mémoire atteint sa valeur maximale si la longueur d'onde de lecture correspond parfaitement à la longueur d'onde d'écriture. Cette technique est toutefois effectivement limitée à cause des trop faibles plages d'accord des lasers actuellement disponibles.

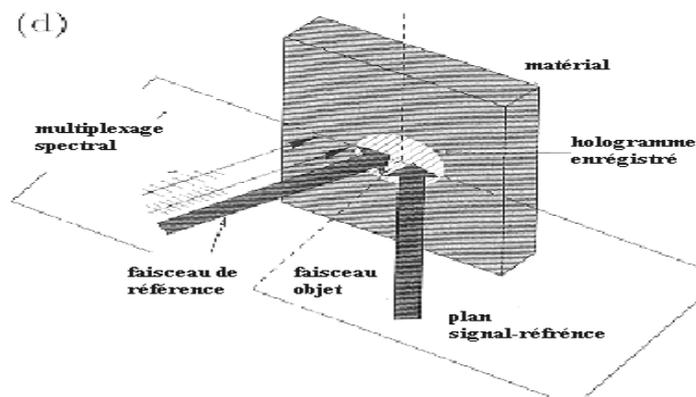


Figure 10: Multiplexage spectral

2.2.4 Multiplexage par codage de phase déterministe

Une autre méthode de multiplexage consiste à utiliser la phase d'une multitude de faisceaux de référence. Elle est connue sous le nom de codage de phase déterministe³⁸. Les différents faisceaux utilisés dans le codage angulaire sont incidents sur le milieu d'enregistrement simultanément de sorte que chaque hologramme est enregistré avec le même ensemble de faisceaux. Les ensembles diffèrent les uns des autres par un code de retard de phase en utilisant un code binaire de retardement de 0 et 180 degrés d'amplitude identique **Figure 11**, on peut construire des codes uniques qui permettent aux différents hologrammes d'être reconstruits³⁸. Cette méthode est particulièrement attrayante parce que l'accès à un hologramme peut être réalisé en changeant les phases des faisceaux et non leur direction - un processus plus rapide et potentiellement plus simple.

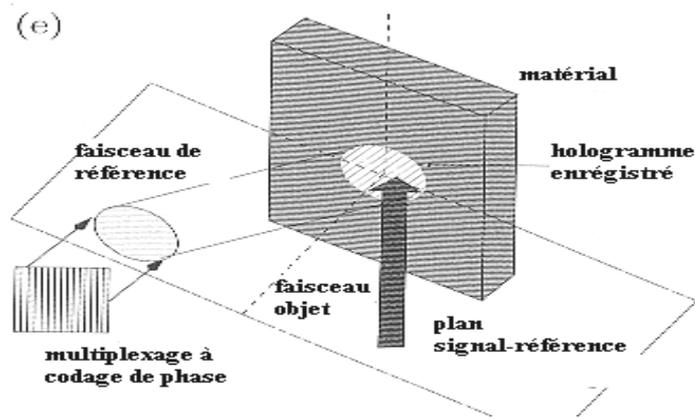


Figure 11: Multiplexage par codage de phase déterministe

3 Etude de certains paramètres d'une mémoire diffractive

Nous étudions maintenant le cas d'une mémoire diffractive, en utilisant une approche semblable à celle de Kogelnik⁸. Pour renforcer la pertinence des validations expérimentales, nous nous sommes intéressés à certains problèmes liés au multiplexage pour le stockage des données dans les mémoires diffractives tel que : le recouvrement des données lors de la restitution, et la saturation de la mémoire³⁹.

3.1 Efficacité de diffraction des hologrammes multiplexés

La détermination théorique de l'efficacité de diffraction dans le cas d'un hologramme épais à été traitée par le modèle de Kogelnick⁸ et plus récemment par le modèle Harthong¹³. En revanche le cas de multiplexage des réseaux pose encore quelques problèmes, non traités, liés à l'incompréhension de couplages des hologrammes enregistrés. Il existe toutefois des études⁴⁰ qui ont montré que l'efficacité de diffraction décroît en première approximation comme l'inverse de M^2 (pour M grand)^{41,42}. Cette décroissance constitue l'une des limites à l'obtention de très hautes capacités de stockage de données diffractives. L'énergie nécessaire pour inscrire l'ensemble des M hologrammes est la même que celle nécessaire pour inscrire un seul hologramme à saturation. Si nous multiplexons M hologrammes dans un matériau à réponse linéaire saturable en utilisant la totalité de la plage dynamique du matériel, l'amplitude⁴¹ de chaque hologramme enregistré devient $R * S @ A_{sat} M$, l'efficacité de diffraction de M hologrammes est alors donnée par :

$$\eta(M) = \frac{(M/\#)^2}{M^2} \quad (2-32)$$

Où le facteur $M/\#$ dépend de l'architecture du dispositif d'enregistrement de mémoire, des caractéristiques optiques et géométriques du support de stockage comme son épaisseur et, de son énergie de saturation. Pour la plupart des matériaux, le facteur $M/\#$ est approximativement linéaire en fonction de l'épaisseur⁴². En effet pour une petite épaisseur la densité de stockage et $M/\#$ sont faibles par rapport à un matériau photosensible plus épais.

Pour améliorer les performances d'un système diffractif de stockage de données, il faudra augmenter ce facteur $M/\#$. Le nombre d'hologrammes stockables dépend également de l'efficacité de diffraction que l'on désire atteindre par hologramme. Etant donnée la grande sensibilité des photodétecteurs actuels, cette valeur va plutôt être limitée par des problèmes de recouvrement des hologrammes que nous allons analyser par la suite.

3.2 Sélectivité angulaire et spectrale

3.2.1 Sélectivité angulaire

La sélectivité angulaire d'un matériau photosensible pour l'enregistrement de mémoire diffractive peut être définie comme l'angle minimal entre deux faisceaux de référence successifs permettant une restitution sans recouvrement spatial. En d'autre terme, ceci veut dire que l'efficacité de diffraction de la ($p^{\text{ième}}$) page enregistrée est nulle si on se trouve dans les conditions de restitution des pages voisines ($p \pm 1$). En tenant compte de $n_1 \ll \lambda/d$ (⁴³), et après une décomposition en série de Taylor et une dérivation de l'expression de l'efficacité de diffraction, on obtient l'expression analytique de la sélectivité angulaire suivante:

$$\delta_\theta = \frac{\lambda \cdot \cos(\theta)}{n \cdot d \cdot \sin(\theta + \theta_{R1})} \quad (2-33)$$

Où d est l'épaisseur de la couche, n son indice de réfraction, λ est la longueur d'onde.

Pour éviter l'effet de recouvrement des données pendant la lecture, il conviendra de choisir le pas de séparation angulaire minimal pendant l'enregistrement des pages p et $p+1$ dans le matériel tel que :

$$\theta_{R(p+1)} = \theta_{Rp} + \delta_{\theta_p} \quad (2-34)$$

3.2.2 Sélectivité spectrale

Dans le cas d'un multiplexage spectral, en utilisant la théorie de Kogelnik, on peut déterminer la sélectivité spectrale dans le domaine fréquentiel par la relation :

$$\delta_f = \frac{c}{nd(\cos(\theta) + \cos(\theta_R))} \quad (2-35)$$

Où f est la fréquence spectrale égal à c/λ , c est la vitesse de la lumière dans le vide égal $3 \cdot 10^8$ ms^{-1} , n et d sont les indices de réfraction du milieu d'enregistrement et son épaisseur. θ et θ_R sont les angles d'incidence de l'onde objet et de l'onde référence.

3.3 Densité de stockage

3.3.1 Avec une configuration d'enregistrement utilisant le multiplexage angulaire

Le nombre maximal ∂M_θ d'hologrammes que nous pouvons enregistrer dans un même volume d'une couche photosensible par multiplexage angulaire, est donné par la relation ci-dessous. Il tient compte de la sélectivité angulaire donnée par l'équation (2-33) pour le support d'enregistrement, et de la variation $\partial\theta$ de l'angle de référence (le faisceau objet est maintenu avec le même angle d'incidence) :

$$\partial M_\theta = \frac{\partial\theta}{\delta_\theta}$$

Où δ_θ est la sélectivité angulaire de la couche photosensible. En remplaçant δ_θ par son expression calculée par la relation (2-33) on obtient :

$$\partial\theta = \frac{\lambda}{n d \sin(\theta)} \partial M_\theta$$

Si on intègre entre deux positions des faisceaux de référence θ_{R1}, θ_{R2} :

$$\int_{\theta_{R1}}^{\theta_{R2}} \sin(\theta) d\theta = \frac{\lambda}{n d} (M_\theta - 1)$$

D'où le nombre maximal théorique d'hologrammes que nous pouvons enregistrer en considérant un multiplexage angulaire :

$$M_\theta = 1 + \frac{[n d (\cos(\theta_{R1}) - \cos(\theta_{R2}))]}{\lambda} \quad (2-36)$$

Pour fixer quelques ordres de grandeur, en se plaçant dans les conditions usuelles d'une expérience avec un cristal photoréfractif de type niobate de lithium $LiNbO_3$ où $\lambda = 0,5 \mu\text{m}$, $n = 2,2$, $d = 1 \text{ cm}$, $\theta_{R1} = 92^\circ$ et $\theta_{R2} = 88^\circ$, on obtient alors $\Delta \theta_R = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ rad}$ et $M_\theta \approx 3000$.

3.3.2 Avec une configuration d'enregistrement utilisant le multiplexage spectral

Si nous considérons un laser accordable dont l'intervalle spectral de longueur d'onde est égal à $\Delta\lambda$ qui correspond à un intervalle dans le domaine spectral fréquentiel Δf . Le nombre maximal d'hologrammes enregistrables en seul point en considérant le multiplexage spectral M_f est donné par :

$$M_f = \frac{\Delta f}{\delta_f}$$

En remplaçant la sélectivité spectrale dans le domaine fréquentiel du support photosensible par son expression calculée auparavant par l'intégration sur tout intervalle fréquentiel, on obtient :

$$M_f = \frac{\Delta f}{\delta_f} = nd \frac{|\lambda_1 - \lambda_2|}{\lambda_1 \cdot \lambda_2} |(\cos(\theta) + \cos(\theta_R))| \quad (2-37)$$

En considérant un cristal photoréfractif de type niobate de lithium avec $d=1\text{cm}$, $n=2.2$, la sélectivité spectrale est égale à $\delta_f=2.95\text{GHz}$. En utilisant un laser accordable de 800 nm à 820 nm le nombre maximal de pages que nous pouvons enregistrer par le multiplexage spectral est $M_f=3100$.

3.4 Rapport signal/bruit

Le bruit peut venir, dans un dispositif d'enregistrement de mémoire diffractive, d'un certain nombre de sources : des imperfections des SLM, des dispersions et réflexions multiples par les différents composants optiques, des fluctuations du laser, des variations spatiales de l'intensité, et de tout l'électronique de transfert.

Le rapport signal à bruit SNR d'une page de données est donné par⁴⁴ :

$$SNR(dB) = 10 \cdot \log \left(\frac{|m_1 - m_2|}{\sqrt{|\sigma_1^2 - \sigma_2^2|}} \right) \quad (2-38)$$

Où m_1 et σ_1 sont respectivement l'intensité moyenne et la déviation standard de cette intensité pour un pixel noir, m_2 et σ_2 sont respectivement l'intensité moyenne et la déviation standard de l'intensité d'un pixel blanc, $m_1 - m_2$ est le nombre de niveaux de gris entre un pixel blanc et un pixel noir.

La non-linéarité du milieu d'enregistrement produit des ordres supérieurs qui s'ajoutent également au bruit. Cependant, si ces ordres sont séparés angulairement de l'ordre primaire, alors ils ne sont pas considérées dans les mesures du rapport signal/bruit (SNR).

La méthode la plus simple pour augmenter le rapport signal/bruit consiste à appliquer le principe des analyseurs multi-canaux, c'est à dire effectuer plusieurs acquisitions de l'image (m par exemple). Ceci revient à effectuer plusieurs sommations du signal. Le bruit n'apparaissant statistiquement pas au même endroit, il sera uniformément réparti, alors que le signal, apparaissant toujours au même endroit, il sera amplifié d'un facteur racine carrée de m .

4 Etude expérimentale d'un dispositif d'enregistrement d'une mémoire diffractive

4.1 Montage expérimental

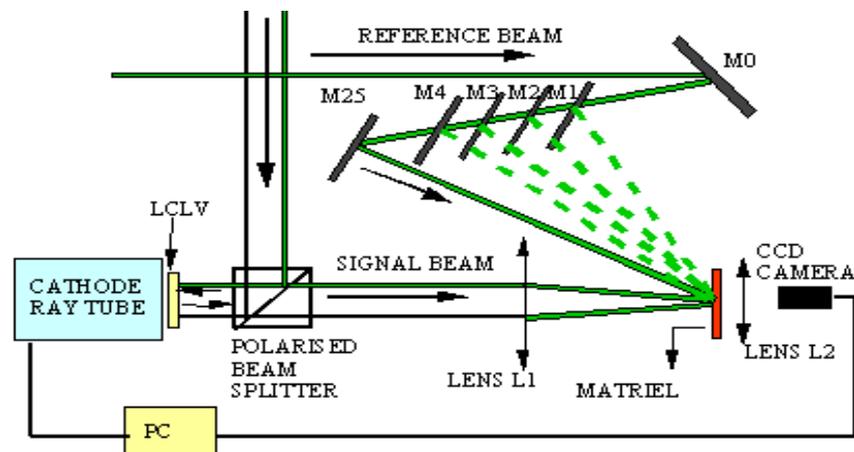


Figure 12: Système d'enregistrement et de lecture de mémoire diffractive que nous exploitons en utilisant à la fois le multiplexage angulaire et spatial par décalage

Le dispositif que nous utilisons est basé essentiellement d'une part sur un multiplexage angulaire utilisant 25 ondes référence pour stocker 25 images en un seul 'point' d'enregistrement et d'autre part sur un multiplexage spatial par décalage.

Le faisceau objet est focalisé dans un plan quasifourrier par une lentille au voisinage de la couche photosensible. Les faisceaux de référence accèdent séquentiellement à cette couche photosensible. Un miroir rotatif contrôlé par un PC associé à un système optique permet de générer les différents faisceaux de référence **Figure 12**, un multiplexage angulaire peut ainsi être réalisé de façon automatisée. Le "point" élémentaire d'une telle mémoire diffractive a donc de faibles dimensions de l'ordre de 1mm^2 . Une fois l'enregistrement des hologrammes multiplexés angulairement effectué, on peut déplacer légèrement cette plaque grâce à un banc de translation (x, y) commandé par un PC pour effectuer le multiplexage spatial et enregistrer à nouveau une série d'hologrammes sous différents angles.

Le processus de lecture s'effectue en adressant par un faisceau laser chacun des différents "points" sous les différents angles d'enregistrement, ce qui nécessite un système de déviation du faisceau complexe qui a été réalisé et testé.

4.2 Fidélité de restitution des données

4.2.1 Effet de l'énergie d'enregistrement

Dans la figure ci-dessous **Figure 13**, nous présentons un exemple illustrant les résultats de la restitution d'un enregistrement d'une page test (sous forme d'un damier) fait avec deux valeurs d'énergie 50 mJ/cm^2 et 250 mJ/cm^2 . Nous obtenons avec 50 mJ/cm^2 , une image nette très contrastée présentant un grand SNR (11dB), en revanche pour une forte exposition (égal à 250 mJ/cm^2), on note une inversion de phase, c'est à dire que la zone noire devient blanche et inversement. Ceci est dû à la non linéarité du matériau photosensible.



Figure13 : Images restituées selon deux énergies d'exposition à gauche $E=50 \text{ mJ/cm}^2$, à droite $E=250\text{mJ/cm}^2$

L'énergie idéale d'enregistrement dans des couches photosensibles de type PFG04 a été déterminée expérimentalement à une valeur inférieure à 50 mJ/cm^2 car elle permet d'obtenir le meilleur SNR.

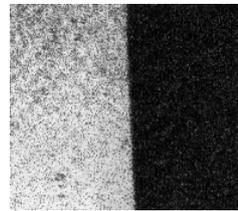
4.2.2 Effet du rapport énergétique ρ

Nous avons tenté de vérifier la fidélité de restitution en utilisant d'abord des couches photosensibles standard de type PFG04 (avant d'analyser les photopolypeptides). Un bon moyen de connaître cette dernière consiste à mesurer le rapport signal / bruit SNR. Nous effectuons donc une mesure de SNR pour les différents rapport d'énergie d'enregistrement

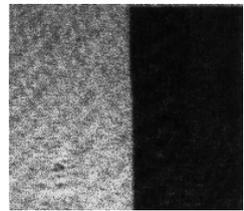
$\rho = \frac{E_{reference}}{E_{objet}}$. Pour estimer le SNR pour chaque rapport ρ nous utilisons une page de données

constituée de deux zones : blanche et noire très contrastées, ceci afin de faciliter le calcul. Cette image est codée sur 256 niveaux de gris. Tous les enregistrements sont fait avec un angle d'incidence égal à 10° , et les énergies de lecture sont toujours égales à celles utilisées pour l'enregistrement.

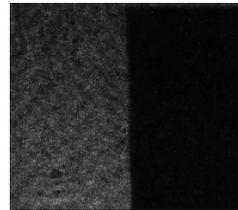
	rapport ρ	SNR(dB)
a	1	10.5
b	6	10.1
c	9	9.2
d	11	6.1



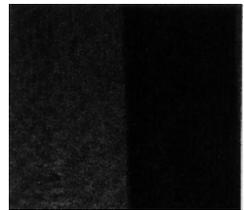
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 14: Données en sortie du dispositif enregistrant une page étalon blanc-noir pour les différents rapports ρ , 1 pour (a), 6 pour (b), 9 pour (c), et 11 pour (d).

Cette étude nous a permis de tirer certaines conclusions sur la sensibilité énergétique relative au dispositif d'enregistrement et au matériau utilisé. Le meilleur SNR est calculé pour un rapport $\rho = 1$. Pour les hautes énergies d'expositions on observe des dégradations liées à la saturation.

4.3 Ajustement des angles de multiplexage

La capacité de stockage dépend du nombre de paquets (pages) que l'on peut stocker dans le même domaine unité du support photosensible. Ce nombre lui-même dépend du nombre d'angles de multiplexage possibles afin que lors de la lecture des données, deux paquets consécutifs ne présentent aucun chevauchement comme l'indique la **Figure 15**.

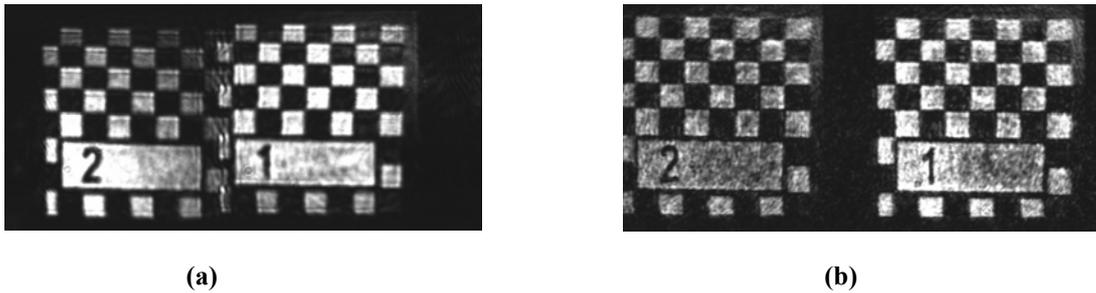


Figure 15:. *a*: mauvaise séparation entre deux paquets consécutifs d'informations, *b*: bonne séparation

Il conviendra donc d'ajuster les différentes valeurs des angles de multiplexage afin d'obtenir une bonne séparation spatiale entre les différents paquets de données restituées. Les valeurs des angles optimisés sont présentées dans le tableau **Figure 16**. Elles ont été déterminées expérimentalement.

Numéro de page	Angle référence (deg)
1	10
2	11.6
3	13.3
4	15
5	16.8
6	18.7
7	20.6
8	22.6
9	24.6
10	26.7
11	28.9
12	31.1
13	33.5
14	35.9
15	38.4
16	41
17	43.9
18	46.8
19	50.2
20	53.6
21	57.5
22	61.4
23	65.9
24	70.4
25	75.3

Figure 16: Angles de l'onde référence optimisés permettant l'enregistrement des pages de données sans recouvrement

4.4 Ajustement des énergies de chaque page de donnée sur matériau photopolypeptide

Compte tenu de la saturation ainsi que de la sélectivité angulaire de la couche photosensible, nous avons choisi des énergies pour enregistrer chaque image en permettant une bonne efficacité de diffraction et un grand rapport signal bruit. Le critère qu'il faut respecter, est que, lors de la lecture des informations, les intensités lumineuses de tous les paquets doivent être les plus proches possible. Ceci permettra de lire avec la même qualité tous les paquets stockés dans la mémoire sans changer l'intensité du faisceau laser lors de cette lecture. La **Figure 17** montre les efficacités de diffraction des paquets d'informations stockés dans la mémoire lorsque les énergies d'enregistrement pour les différents angles de multiplexage sont les mêmes. L'inégalité des intensités de ces paquets est très prononcée.

Nous avons enregistré 25 images (paquets) multiplexées avec une même énergie égale à 10 mJ/cm^2 . Après le développement, les résultats expérimentaux sont présentés dans la **Figure 17**. On observe que plus l'angle objet-référence augmente, plus l'efficacité de diffraction décroît.

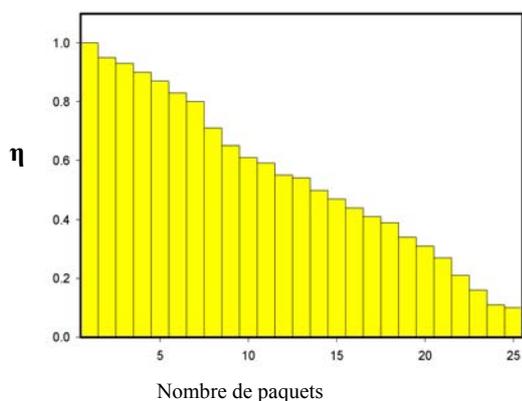


Figure 17 : Résultats expérimentaux donnant l'efficacité de diffraction des 25 images multiplexées angulairement avec la même énergie 10 mJ/cm^2

A l'issu de cette expérience nous avons conclu l'ordre croissant des énergies de multiplexage. Afin de rapprocher les intensités des paquets d'informations le plus possible, plusieurs tests expérimentaux ont été réalisés afin de trouver les bonnes valeurs d'énergies d'enregistrement pour les différents angles de multiplexage, ces valeurs sont représentées dans le tableau de la **Figure 18**.

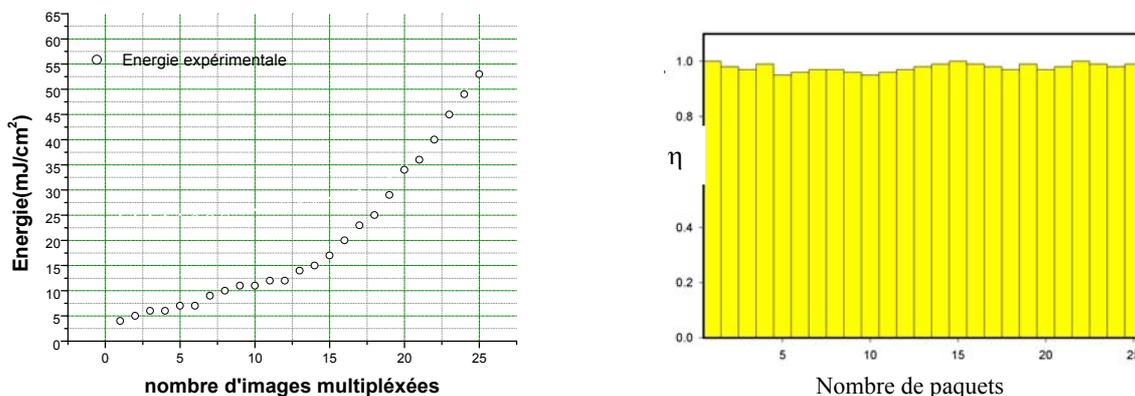


Figure 18 : Résultats expérimentaux donnant l'efficacité de diffraction des différentes images multiplexées angulairement (courbe à droite) pour les différentes énergies d'exposition(courbe à gauche)

A la restitution, en utilisant les valeurs du tableau précédent pour une configuration et un matériau d'enregistrement donnés de type photopolypeptides, on obtient les résultats de la **Figure 19**. Les restitutions présentent un bon rapport signal bruit et de bonnes efficacités de diffraction (supérieure à 70%). Il est intéressant de noter l'identification satisfaisante de chaque élément multiplexé.

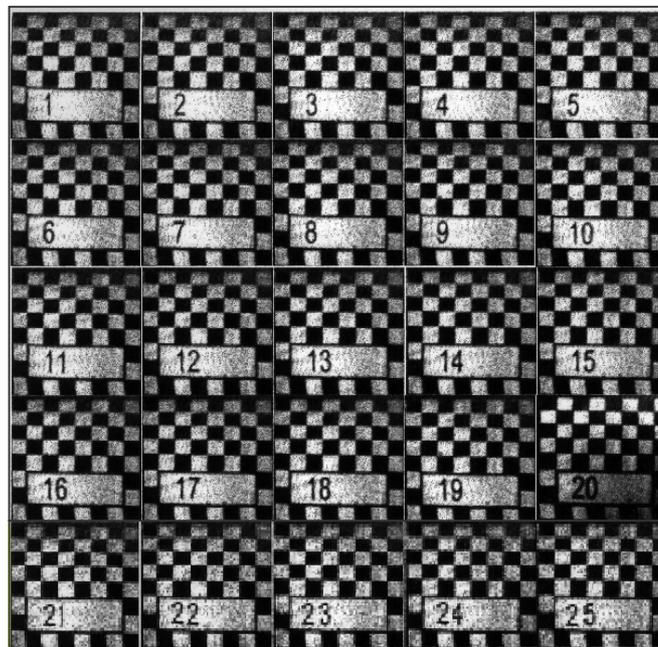


Figure 19: Résultats expérimentaux de l'ensemble des 25 paquets enregistrés en un seul point d' 1 mm^2 de notre mémoire en utilisant le multiplexage angulaire

Le nombre de paquets atteint expérimentalement est de 25 paquets d'information par "point" (la taille du point est de 1 mm^2). Les énergies d'exposition nécessaires pour l'enregistrement des différents paquets dans une même zone sont déterminées expérimentalement. Cet aspect sera traité dans le dernier chapitre. Ainsi les intensités lumineuses de tous les paquets lus sont les plus proches possibles. Ceci permet de lire de la même façon tous les paquets stockés dans la mémoire diffractive sans changer ni l'intensité du faisceau laser ni le système de lecture lors de cette restitution.

Le concept de stockage diffractif d'information sur des photomatériaux est donc valide avec une grande capacité de stockage de données. Pour le rendre pratiquement exploitable, il faut cependant concevoir des systèmes de lecture avec des temps d'accès à l'information très court. Pour cela un premier prototype de lecture utilisant des miroirs montés sur des galvanomètres a été développé. Ce système comporte plusieurs éléments optiques pour la mise en forme du faisceau laser ayant un diamètre de 1 mm. On y trouve aussi deux miroirs montés sur deux galvanomètres permettant de diriger le faisceau laser de lecture vers le point à lire (position

spatiale (x,y)). Un troisième miroir monté sur un troisième galvanomètre permet d'accéder angulairement à tous les paquets stockés sur le même point par multiplexage angulaire (voir chapitre 4).

5 Conclusion

Après un rappel de quelques aspects de l'holographie concernant notre approche, nous avons mis en évidence la pertinence de la technique diffractive dans le cas d'hologrammes de volume, pour le stockage de données. Expérimentalement, nous avons pu enregistrer sur une surface de 1cm^2 environ 2000 paquets (pages) de données en considérant à la fois le multiplexage angulaire et spatial. Cette mémoire peut être classée dans la catégorie des mémoires morte ROM. En revanche, il existe actuellement des matériaux dynamiques qui permettent d'envisager la création de mémoires vives, de par leurs propriétés d'effaçabilité et d'auto-développement des hologrammes qu'on y enregistre. Cependant, ces systèmes ne sont pas pour le moment, compétitifs en terme de vitesse par rapport aux photopolypeptides.

Références

- 1 D.Gabor , **A New Microscopic Principle**, Nature, volume 161, pp 777-778,1948.
- 2 D. Garbor, **Microscopy by Reconstructed Wavefronts**, Proc. of the Royal Society A, Vol 197, pp.454-487, 1949
- 3 D. Garbor , **Innovations: Scientific, Technological and Social**, International Journal of Man-Machine Studies, Vol 4, pp.79-84, 1972
- 4 E. N. Leith and J. Upatnieks, **Reconstructed wavefronts and communication theory**, Journal of the Optical Society of America, vol. 52 #10, pp. 1123-1130, Oct. 1962
- 5 E. N. Leith and J.Upatnieks, **Wavefront Reconstruction with Continuous-Tone Objects**, *J.Opt. Soc. Am.*, vol. 53, No.12, pp.1377-1381,1963.
- 6 E. N. Leith and J.Upatnieks, **Wavefront Reconstruction with Diffused Illumination and Three-Dimensional Objects**, *J. Opt. Soc. Am.*, vol.54, No.11, pp.1295-1301. 1964.
- 7 E. N. Leith and J.Upatnieks, **Holography with Achromatic Fringe Systems**, *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 57, No. 8, pp. 975-980,1967.
- 8 H.Kogenik , **Coupled wave theory for thick hologram gratings**,.Bell.System.Tech.J,Vol48,N9,1969.
- 9 C. V. Raman and N. S. N. Nath, Proc.-Indian Acad. Sci., Sect. A 2, 406 1935.
- 10 M.G. Moharam, T.K. Gaylord, **Rigorous coupled-wave analysis of planar-grating diffraction**, Journal of the Optical Society of America 1977
- 11 A.El Meskini, **thèse de doctorat es-science physique** université Louis Pasteur Strasbourg1988
- 12 T.K.Gaylord, M.G.Moharam, **Analysis and applications of optical diffraction by gratings**.Proceeding of the IEEE,73(5),pp 894-937, 1985
- 13 J.Harthong, **Alternative theory of diffraction by modulated media**, Journal of Optical Society of America :A,8,3-10,1991
- 14 J.Harthong, A.Medjahed, **Thickness measurement for volume holograms by analysis of first-order diffraction**, Applied Optics,31(11),pp 1803-1809,1992
- 15 E. Guibelalde, **Coupled wave analysis for out-of-phase mixed thick hologram gratings**, Opt. Quantum Electron.16, pp 173-178, 1984.
- 16 A.Medjahed, **Thèse de doctorat es-science physique** Université Louis Pasteur Strasbourg 1991
- 17 S. Mechahougui, **Thèse de doctorat es-science physique**, Université Louis Pasteur Strasbourg 1993
- 18 S.Mechahougui, J.Harthong, **Deformation of the modulation profile in phase holographic gratings**, App Opt 34N43 7969-7973, 1995
- 19 S.Mechahougui, H.Ramenah, J.Harthong, P.Meyrueis, **Angular multiplexing grating characterization in dechromated gelatin and thoughts on diffractive optical memory**, Optical Review,3,96-100,1996
- 20 E. Chuang, W. Liu, J.J. Drolet, D. Psaltis, **Holographic Random Access Memory (HRAM)**, Proceedings of the IEEE, vol. 87, no. 11, pp. 1931-1940, 1999.
- 21 H.Y.S.Li , D.Psaltis, **Three-dimensional holographic disks**, Appl. Opt. 33, pp 3764–3774, 1994
- 22 *Toshiba SD (Super Density)*, Format tech. spec. 1Toshiba,Japan, 1995.

- 23 J.F Heanue, M.C.Bashaw,L.Hesselink, **Volume Holographic Storage and Retrieval of Digital Data**, Science 265:pp 749,1994
- 24 P.J.van Heerden, **Theory of information storage in solids**, Appl. Opt. 2, pp 393–400 1963.
- 25 T.D.Beard, W.P. Bleha, S.Y. Wong, **liquid crystal light valve**, Appl.Phys.Lett., Vol.22, pp 90, 1973.
- 26 D.L.Staebler, J.J.Amodei, W.Philips, **Multiple storage of thick holograms in LiNbO₃**, presented at the Seventh International Quantum Electronics Conference, Montreal, Quebec, Canada, 1972.
- 27 F. H. Mok, M. C. Tackitt, and H. M. Stoll, **Storage of 500 high-resolution holograms in a LiNbO₃ crystal**, Opt. Lett. 16,pp 504–607 1991.
- 28 F. H. Mok, **Angle-multiplexed storage of 5000 holograms in lithium niobate**, Opt. Lett. 11, pp 915–917 ,1993.
- 29 K. Curtis, A. Pu, and D. Psaltis, **Method for holographic storage using peristrophic multiplexing**, Opt. Lett. 19, pp 993–994 1994.
- 30 D. Psaltis, M. Levene, A. Pu, G. Barbastathis, K. Curtis, **Holographic storage using shift multiplexing**, Opt. Lett. 20, pp 782–784 1995.
- 31 S. Yin, H. Zhou, F. Zhao, M. Wen, Y. Zang, J. Zhang, F. T. S. Yu, **Wavelength-multiplexed holographic storage in a sensitive photorefractive crystal using a visible-light**, Opt.Commun. 101, pp 171–176 1991.
- 32 G. A. Rakuljic, V. Levya, A. Yariv, **Optical data storage by using orthogonal wavelength-multiplexed volume holograms**, Opt. Lett. 17, pp 1471–1473 1992.
- 33 C. Denz, G. Pauliat, and F. Roosen, **Volume hologram multiplexing using a deterministic phase encoding method**, Opt.Commun. 85, pp 171–176 1991.
- 34 Y. Taketomi, J. E. Ford, H. Sasaki, J. Ma, Y. Fainman, S. H. Lee, **Incremental recording for photorefractive hologram multiplexing**, Opt. Lett. 16, pp 1774–1776 1991.
- 35 Curtis K, Pu A, Psaltis D, **Method For Holographic Storage Using Peristrophic Multiplexing**, Opt Lett 19 (13), pp 993-994 Jul 1 1994
- 36 D. Psaltis, M. Levene, A. Pu and G. Barbastathis, **Holographic storage using shift multiplexing**, Opt. Lett., 20(7), pp. 782, 1995.
- 37 G. W. Burr, **Volume holographic storage using the 90 geometry**. PhD thesis, California Institute of Technology, Pasadena, Calif., 1996.
- 38 C Denz, K.O Müller, T Heimann,T Tschudi, **Volume holographic storage demonstrator based on phase-coded multiplexing**. IEEE J. of Selec. Top. in Quant. Elec. 4, pp 832.1998
- 39 X. Yi, P. Yeh, and C. Gu, **Crosstalk in volume holographic memory**, Proc. IEEE 87, pp.1912- 1930, 1999.
- 40 F. H. Mok, G. W. Burr, D. Psaltis, **System metric for holographic memory systems**, Opt. Lett. 21, pp 896–898, 1996.
- 41 D. Brady and D. Psaltis, **Control of volume holograms**, J.Opt. Soc. Am.A9, pp 1167–1182 1992.
- 42 R T. Ingwall ; D Waldman , **Bulk photopolymer with negligible shrinkage for holographic memory**, SPIE, vol 11 N2, pp 10,2000
- 43 K.Rastani, **Storage capacity and cross talk in angularly multiplexed holograms: two case studies**., App Opt. 32(20),pp 3772-3778, 1993

- 44 C.Xin, **Experimental characterization of an angle-multiplexed holographic memory**, Opt Lett, 20(18), pp 1913-1915, 1995
- 45 P. J. van Heerden, **Theory of Optical Information Storage in Solids** , Appl.Opt. Vol. 2, pp 393-400, 1963.
- 46 P.C. Mehta and V.V. Rampal, **Lasers and Holography** (World Scientific Publishing Co., Singapore 1993)
- 47 G. W. Burr, C. M. Jefferson, H. Coufal, M. Jurich, J. A. Hoffnagle, R. M. Macfarlane, and R. M. Shelby, **Volume holographic data storage at areal density of 250 gigapixels/in²**, 26(7), pp. 444-446, 2001

Chapitre 3

Méthode proposée pour l'analyse des couches minces de photopolypeptides structurées

CHAPITRE 3

1 Introduction	79
2 Rappel concernant les différentes méthodes existantes pour mesurer l'indice et l'épaisseur d'une couche mince	80
3 Description de la méthode proposée.....	90
4 Conclusion.....	110
Références	112

1 Introduction

L'indice de réfraction (n) étant une propriété optique d'un milieu, sa mesure, est généralement effectuée par des méthodes optiques. Elle doit se faire à une longueur d'onde (λ) donnée, car tous les matériaux sont généralement dispersifs $n(\lambda)$. L'épaisseur (d) d'une couche mince structurée, ou pas, ayant des fonctions optiques, ou pas, peut par contre, être déterminée soit par des méthodes mécaniques, généralement destructives, ou par des méthodes optiques.

La mesure des paramètres optique et géométrique (n, d), que ce soit l'indice de réfraction ou l'épaisseur des couches est une application traditionnelle de la métrologie optique. Pour les composants diffractifs, ces deux grandeurs jouent un rôle important pour l'enregistrement optique optimal d'informations. L'efficacité de diffraction et la capacité de stockage des mémoires diffractives sont directement influencées par ces deux paramètres optiques de la couche mince photosensible. D'où la nécessité d'un contrôle rigoureux de ces deux paramètres pendant toutes les étapes de la réalisation d'un composant diffractif.

L'épaisseur de la couche photosensible que nous considérons est de quelques dizaines de micromètres. Le matériau photopolypeptide utilisé a un pic de sensibilité aux environs de 400 nm. Ceci nous imposera de travailler pour la caractérisation avant et juste après la formation de la structure diffractive à une autre longueur d'onde.

L'évaluation du degré d'inhomogénéité de la couche photosensible nous permet de déterminer la qualité des couches produites par rapport à un cahier des charges.

Ce chapitre comportera deux parties, la première sera dédiée à un recensement non exhaustif des différentes méthodes utilisables, une description des principes de base, des avantages et des inconvénients. Cet inventaire permettra ainsi de mettre en évidence les limites de ces méthodes de mesure et d'identifier la méthode la plus pertinente dans son contexte.

La deuxième partie comportera une étude plus détaillée de la faisabilité de la méthode proposée.

Elle comprendra également une théorie approfondie du principe de mesure, la description du montage, quelques résultats de validation, et une évaluation de son efficacité de fonctionnement.

2 Rappel concernant les différentes méthodes existantes pour mesurer l'indice et l'épaisseur d'une couche mince

2.1 Introduction

La mesure de l'indice de réfraction, comme la mesure des faibles épaisseurs d'une couche mince, est une application traditionnelle de la métrologie optique. On peut noter que la méthode idéale n'existe pas. Chaque méthode possède des avantages et des inconvénients, que nous allons rappeler ici rapidement.

Les différentes méthodes existantes peuvent être classées suivant le principe sur lequel elles sont basées. Elles sont ainsi réparties dans quatre grandes familles :

- a) Méthodes interférométriques.
- b) Méthodes ellipsométriques.
- c) Méthodes basées sur le guidage dans une couche mince en utilisant un prisme coupleur.
- d) Autres méthodes.

2.2 Méthodes interférométriques

L'interférométrie est une technique de mesure basée sur le phénomène d'interférence. Elle est mise en œuvre grâce à un dispositif qui s'appelle un interféromètre. Il existe plusieurs types de configurations d'interféromètres : **Figure 1** (MICHELSON, TWIMANN-GREEN, MACH-ZEHNDER, FIZEAU...). Ils fonctionnent tous selon le même principe de base: ils permettent de superposer deux ondes lumineuses cohérentes. La figure d'interférence qui en résulte dépend de la forme des fronts d'ondes (plans, sphériques, etc.), de leur direction de propagation relative. Dans les applications de mesure des couches minces, elles dépendent des caractéristiques optiques et géométriques des couches à caractériser. Ces méthodes peuvent fournir des mesures d'épaisseur et d'indice précises. En revanche, il convient de souligner, dès à présent, que les méthodes métrologiques basées sur l'interférométrie permettent de mesurer des épaisseurs de l'ordre d'une fraction de la longueur d'onde utilisée^{1,2}. Cependant, ces techniques n'opèrent correctement qu'avec des couches parfaitement homogènes et

parfaitement planes. Ceci constitue un de leurs désavantages majeurs. L'évaluation du degré d'inhomogénéité n'est de plus, en général, pas à leur portée.

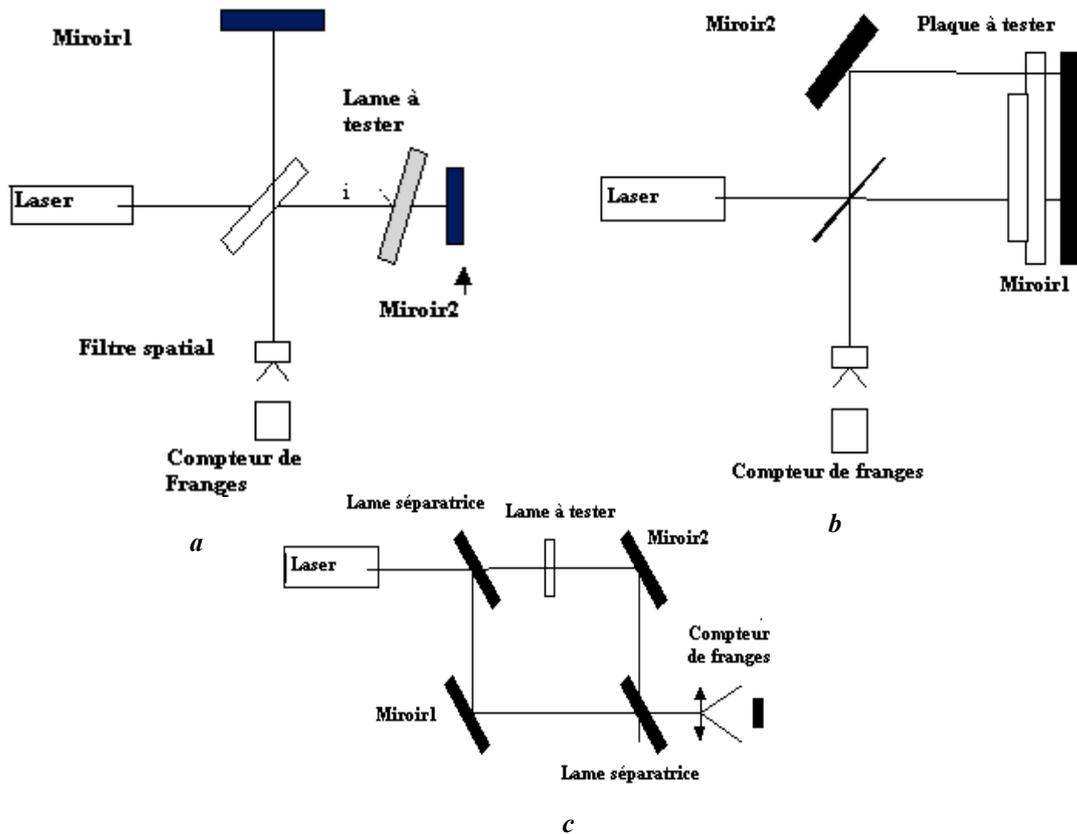


Figure 1 : Schéma de principe des principaux interféromètres utilisés pour caractériser les couches minces, a : interféromètre de Michelson, b : interféromètre de Mach-Zender, c : interféromètre de Fizeau.

La figure d'interférence peut s'exprimer par une fonction cosinoïdale qui dépend d'une différence de phase, qui est une fonction, non seulement de l'épaisseur de la couche photosensible, mais aussi de son indice de réfraction^{1,3}. Ces deux grandeurs sont liées dans tout le processus interférentiel, donc la détermination de l'une nécessite la connaissance de l'autre.

La mesure de l'indice de réfraction n s'appuie sur l'exploitation de l'équation de déphasage suivante:

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos(i) = 2m\pi \quad (3-1)$$

Où φ le déphasage, d est l'épaisseur de la couche, m est l'ordre d'interférence, λ est la longueur d'onde de la source lumineuse.

Considérons un interféromètre de Michelson, **Figure 1a**, parfaitement réglé, composé de deux bras de longueur différente. On peut exprimer la relation qui permet la détermination des paramètres optiques recherchés par :

$$d \left(\frac{n - \frac{1}{n} (\sin\theta)^2}{\sqrt{1 - \left(\frac{1}{n^2}\right) (\sin\theta)^2}} \right) + d \cdot (1 - n - \cos\theta) = \frac{\lambda \Delta N}{2} \quad (3-2)$$

Où ΔN est le nombre de franges défilées pendant une rotation de l'échantillon avec un angle θ selon un axe fixe. Si on connaît la valeur de d , l'indice de réfraction pour la longueur d'onde de caractérisation est donné par :

$$n = \frac{\left(d - \frac{\lambda \Delta N}{2} \right) (1 - \cos\theta)}{d \cdot (1 - \cos\theta) - \frac{\lambda \Delta N}{2}} \quad (3-3)$$

Il existe également des méthodes interférentielles plus sophistiquées, pour déterminer les paramètres optiques des couches minces, telle que l'utilisation du microscope interférentiel (MI)³. Un MI utilise à la fois la combinaison du montage interférentiel et la résolution microscopique. Le MI a déjà été utilisée pour la caractérisation des couches minces³.

Les méthodes précédentes utilisent des faisceaux de lumière monochromatique. Il est également possible d'utiliser la lumière blanche et d'observer un spectre cannelé¹ mais cette méthode est destructive.

Nous avons constaté expérimentalement en utilisant les méthodes ci-dessus que la visibilité des franges d'interférence produites par les rayons réfléchis sur les deux interfaces des couches de photopolypeptides est trop mauvaise pour pouvoir effectuer des mesures précises. Les techniques basées sur ce principe ont alors été abandonnées.

2.3 Méthodes Ellipsométriques

L'ellipsométrie est une technique optique d'analyse de surface, utilisée pour caractériser une interface ou un film entre deux milieux. Cette technique repose sur l'analyse du changement d'état de polarisation d'un faisceau de lumière polarisée, après réflexion sur, ou transmission à travers l'interface ou le film en question. L'analyse de cet état de polarisation, peut se faire à l'aide, par exemple, d'un polariseur tournant^{4, 21}.

Pour une onde électromagnétique polarisée p ou s les coefficients de réflexion de Fresnel peuvent s'exprimer ainsi¹:

$$\bar{r}_p = |r_p| \exp(j\delta_p) \quad \bar{r}_s = |r_s| \exp(j\delta_s) \quad (3-4)$$

L'amplitude de l'onde réfléchie pour une couche transparente à faces parallèles, peut s'écrire :

$$r_i = \frac{r_{01i} + r_{12i} \exp(-2j\varphi)}{1 + r_{01i} r_{12i} \exp(-2j\varphi)} \quad (3-5)$$

Où l'indice i indique le type de polarisation p pour un polarisation TM ou s pour un polarisation TE, et r_{01i} , r_{12i} représentent les coefficients de réflexion aux deux interfaces de la couche pour une polarisation p ou s et φ dénote la phase définie comme:

$$\varphi = \frac{2\pi d \left(\sqrt{n^2 - n_0^2 \cdot (\sin x)^2} \right)}{\lambda_0} \quad (3-6)$$

Où n est l'indice de réfraction de la couche, d son épaisseur, x étant l'angle d'incidence, n_0 l'indice de réfraction du milieu ambiant, et λ_0 est la longueur d'onde d'illumination.

Après la réflexion sur la couche, le changement de l'état de polarisation intervient aussi bien en amplitude qu'en phase. Ce nouvel état de polarisation 'généralement elliptique' est décrit par l'orientation des axes de cette ellipse. Cette orientation dépend directement du rapport

$\frac{|r_p|}{|r_s|}$. Son ellipticité dépend de la différence de phase. L'état de polarisation peut donc se

traduire par la relation :

$$\rho = \frac{\bar{r}_p}{\bar{r}_s} = \frac{|r_p|}{|r_s|} \exp j(\delta_p - \delta_s) \quad (3-7)$$

Si on pose $\operatorname{tg}(\psi) = \frac{|r_p|}{|r_s|}$ et $\Delta = (\delta_p - \delta_s)$, on obtient la relation fondamentale en ellipsométrie

suivante :

$$\rho = \tan(\psi) \exp(j\Delta) \quad (3-8)$$

Où ψ et Δ sont les deux paramètres ellipsométriques qui contiennent l'information liée aux propriétés optiques matérielles (n) et aux dimensions physiques (d) de la couche.

Ce qui est mesuré en ellipsométrie des couches minces, c'est le rapport r_p/r_s des réflectances complexes de la surface étudiée; ce rapport r_p/r_s est usuellement représenté par les quantités angulaires ψ et Δ voir la **Figure 2**.

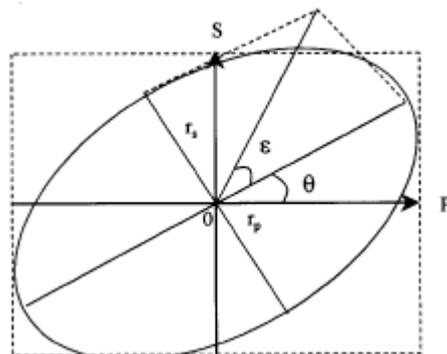


Figure 2 : Représentation schématique de l'état de polarisation elliptique en fonction de ses différentes composantes

Il existe plusieurs techniques^{4,5} de mesures de ψ et Δ . La plus répandue consiste à utiliser un ellipsomètre monochromateur par la méthode d'extinction de l'intensité réfléchie ou par la méthode du zéro **Figure 3**.

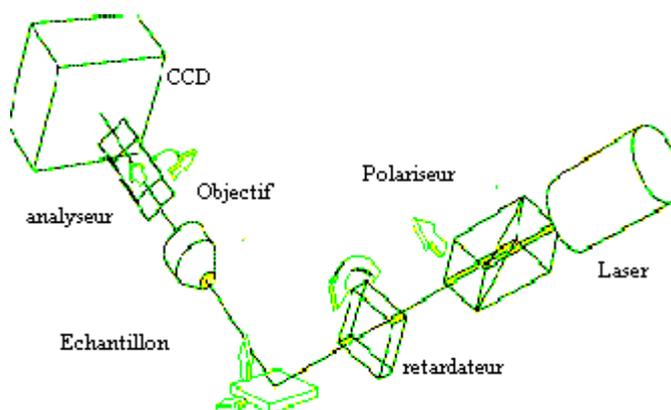


Figure 3 : Schéma de base de montage d'un ellipsomètre

Il faut distinguer l'ellipsométrie à une seule longueur d'onde, et l'ellipsométrie spectroscopique, qui permet d'effectuer des mesures sur tout un spectre de longueurs d'onde et qui permet aussi d'interpréter des structures plus complexes: multicouches, rugosité d'interface, homogénéité, etc.

Les méthodes ellipsométriques présentent des mesures parmi les plus fines que l'on puisse avoir. Leur avantage provient du fait que les changements de polarisation de la lumière, quand elle se reflète sur une surface, sont tout à fait sensibles aux couches minces déposées sur cette surface. Les mesures ellipsométriques peuvent donc être utilisées pour caractériser des couches dont l'épaisseur varient de quelques \AA à quelques μm .

Quand les couches sont plus épaisses, elles sont inhomogènes et quand on est dans le cas multicouches, il existe d'autres techniques plus adaptées à ces cas comme la spectroscopie ellipsométrique⁶ ou l'ellipsométrie spectroscopie multiangles^{7,8,9}.

Malgré ces avantages, l'ellipsométrie présente aussi des inconvénients: les mesures ellipsométriques ne peuvent pas expliquer les réflexions secondaires de substrat. Il est difficile de gérer l'imprécision de la mesure de certains couples (n,d) , qui provient de l'imprécision des mesures d'angles du polariseur et de l'analyseur lors des deux extinctions.

2.4 Méthodes utilisant les propriétés de guide d'onde d'une couche mince

Une couche mince diélectrique entourée de deux milieux diélectriques semi-infinis, peut être considérée comme un guide d'onde plan, tel que le profil d'indice sera représenté par $n(z)$ dans la Figure 4:

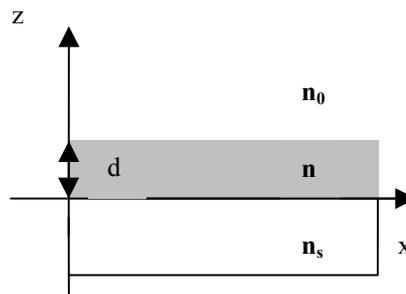


Figure 4 : Couche sur un substrat comme un guide d'onde plan

$$n(z) = \begin{cases} n_0 & z > d \\ n & d > z > 0 \\ n_s & 0 > z \end{cases} \quad (3-9)$$

A partir de la résolution des équations de Maxwell et en considérant les conditions aux limites, on peut montrer qu'il existe différents types de propagation dans la couche^{10,11}. L'une d'entre elles correspond physiquement au guidage de l'onde incidente, dit aussi mode guidé.

Considérons donc une onde plane, polarisée linéairement se propageant dans un guide plan suivant l'axe x :

$$E = E(z) \exp(j(\beta x - \omega t)) \quad (3-10)$$

Où β est sa constante de propagation $\beta = k_0 n_m$, et $E(z)$ étant son amplitude vérifiant l'équation de propagation suivante:

$$\frac{d^2 E(z)}{dz^2} + k_0^2 (n^2(z) - n_m^2) E(z) = 0 \quad (3-11)$$

Où $n(z)$ est le profil de l'indice de réfraction dans le guide d'onde suivant l'axe Oz, et $n(z_m) = n_m$.

On définit pour chaque mode qui se propage ($m=0,1,2\dots$ entiers) un indice de réfraction effectif $n_m = \frac{c}{v_p}$, où v_p est la vitesse de phase. Le nombre de modes guidés dépend (n_0, n_s) de

l'épaisseur (d), de la fréquence temporelle (ω) et de l'état de polarisation de l'onde. La relation qui relie $n(z)$ et n_m est obtenue par l'approximation W.K.B (Wentzel-Kramer-Brillouin)²². Dans le cas des guides multimodes, cette approximation est généralement très bonne. En revanche, pour des guides monomodes, l'approximation est beaucoup moins valable. Une autre manière d'exprimer ce résultat consiste à dire que l'approximation W.K.B reste valable tant que l'indice varie peu par rapport à la longueur d'onde.

La résolution formelle de l'équation de propagation ne sera pas traitée ici. Nous nous limitons seulement à citer les résultats obtenus par cette résolution^{3,15,22}. La relation liant $n(z)$ et n_m et l'indice de mode m est donné par:

$$\int_0^{z_m} \sqrt{n^2(z) - n_m^2} dz = \frac{4m-3}{8} + \frac{\phi}{2\pi} \quad m=0,1,2,3\dots \quad (3-12)$$

Où ϕ est le déphasage de l'onde en surface du guide.

$$\phi = \text{Tan}^{-1} \left(\rho \sqrt{\frac{n_m^2 - n_0^2}{n_1^2 - n_m^2}} \right) \text{ avec } \begin{cases} \rho = 1 & \text{si la polarisation } s, (TE) \\ \rho = \left(\frac{n_1^2}{n_0^2} \right) & \text{si la polarisation } p, (TM) \end{cases} \quad (3-13)$$

Où n_1 est l'indice de réfraction à la surface de la couche.

Si on connaît m , n_m , et la polarisation, il est possible, moyennant certaines hypothèses de déterminer z_m . Ainsi, l'allure du profil est-elle donnée par l'ensemble des points $M(n_m ; z_m)$.

Le profil sera d'autant plus exact que le nombre de modes est important ce qui confirme que cette méthode n'est pas adaptée au cas des guides monomodes.

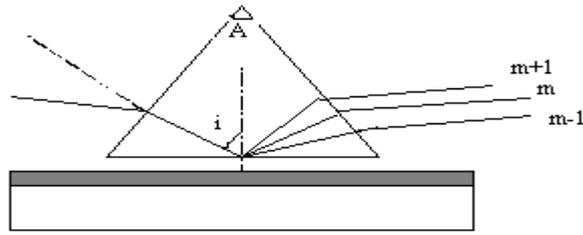


Figure 5 : Montage avec prisme coupleur

Pour mesurer les paramètres optiques d'une couche diélectrique, on utilise dans cette méthode un prisme coupleur^{12,13} fixé sur sa surface et séparé de celle-ci par une mince couche d'air dont l'épaisseur est inférieure à $\lambda/2$ **Figure 5**. La lumière à injecter dans le guide " par onde évanescente " doit tomber sur la base du prisme avec une incidence supérieure à l'angle limite de réfraction de façon à obtenir une réflexion totale. Pendant la propagation dans la couche, et à cause des inhomogénéités du milieu, l'énergie lumineuse est rapidement couplée avec les modes voisins. Lors du découplage, on observe plusieurs "tâches " caractérisant les différents modes guidés.

L'indice de réfraction d'un mode guidé m est donné par :

$$n_m = n_p \cdot \sin \left(\frac{\pi}{2} - \frac{A}{2} + \left(\sin(\sin(i) \cdot \frac{n_0}{n_p}) \right)^{-1} \right) \quad (3-14)$$

où n_p est l'indice de réfraction de prisme, n_0 est l'indice de réfraction du milieu ambiant, i est l'angle d'incidence sur la face d'entrée du prisme, A est l'angle au sommet du prisme.

L'utilisation des propriétés de guides d'ondes des couches minces peut donner de bons résultats. La précision sur la mesure de l'indice de réfraction peut atteindre jusqu'à 10^{-4} . La précision sur l'épaisseur dépend de celle de l'indice de réfraction mesurée, mais également de la différence de l'indice de réfraction entre la couche et le substrat. Cependant, l'utilisation d'un prisme pour coupler la lumière dans la couche nécessite un contact avec la surface, ceci peut détériorer la couche photosensible.

2.5 Autres méthodes utilisant la lumière polarisée autre que l'ellipsométrie

2.5.1 Mesure de l'angle de réflexion total

Cette technique est basée sur la mesure de l'angle de réflexion total pour mesurer l'indice de réfraction. Son principe est très simple : lorsqu'un rayon lumineux passe d'un milieu plus réfringent à un milieu moins réfringent, celui-ci peut être réfléchi complètement sur l'interface pour un angle d'incidence θ_{tot} correspondant à un angle de réfraction égal à 90° tel que (1) :

$$n_1 \sin(\theta_{tot}) = n_2 \quad (3-15)$$

Les réfractomètres utilisant ce principe sont spécialement conçus pour la mesure de l'indice de réfraction des liquides. Cependant, il est possible de les utiliser également pour les couches minces solides transparentes. En plaçant entre le prisme et la couche, un liquide d'indice de réfraction supérieur à celui du prisme et dont on connaît avec précision l'indice de réfraction

Figure 6.

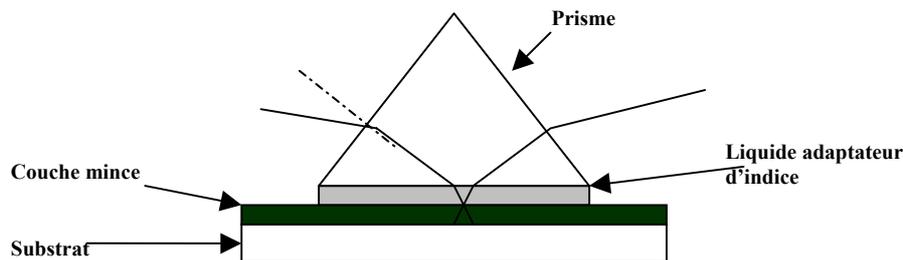


Figure 6 : Principe de mesure de l'indice de réfraction d'une couche mince en mesurant l'angle total de réflexion

La précision absolue peut atteindre jusqu'à 10^{-4} , mais, l'utilisation du liquide adaptateur d'indice détruit la couche photosensible.

2.5.2 Mesure de l'angle de Brewster

Cette méthode a été développée par Pawluczyk^{14,15}, son principe est basé sur l'utilisation de la lumière polarisée *TM* (*p*), en considérant l'intensité réfléchie par une interface qui est nulle "théoriquement", et minimale "expérimentalement" pour un angle d'incidence dit angle de Brewster θ_b défini par :

$$\theta_b = \text{Tan}^{-1}\left(\frac{n_1}{n_0}\right) \quad (3-16)$$

Où n_1 est l'indice de réfraction du matériau, n_0 est l'indice de réfraction du milieu externe.

Cette mesure permet uniquement la détermination de l'indice de réfraction des interfaces. En revanche, dans le cas des couches minces, il est difficile de séparer les réflexions sur les différentes interfaces, ce qui réduit la précision de cette méthode. La précision obtenue sur la mesure de l'indice de réfraction, pour une mesure de l'angle de Brewster à une minute d'arc près, est de 10^{-3} .

2.5.3 Méthodes spectroscopiques

La réfractométrie spectroscopique est une méthode classique bien connue pour la caractérisation optique des couches minces, les mesures peuvent se faire par transmission ou par réflexion.

Considérons le cas de la réflexion, la courbe de l'intensité en fonction de la longueur d'onde, pour une incidence normale, possède des maximums tels que :

$$nd = m\left(\frac{\lambda_m}{2}\right) \quad (3-17)$$

Où λ_m est la longueur d'onde qui correspond à un maximum (m) de l'intensité réfléchie.

Les extremums de l'intensité réfléchie pour un matériau non absorbant sont les suivants:

$$\text{Minimums : } R_m = \left(\frac{n_0 - n_s}{n_0 + n_s}\right)^2, \quad \text{Maximums : } R_M = \left(\frac{n^2 - n_0 n_s}{n^2 + n_0 n_s}\right)^2 \quad (3-18)$$

Où n est l'indice de réfraction de la couche et n_s est l'indice de réfraction du substrat.

Dans le spectre, l'amplitude des oscillations de l'intensité réfléchie en fonction de la longueur d'onde dépend entre autre de la différence des indices de réfraction, $n - n_s$. Leur périodicité dépend de l'épaisseur de la couche.

Connaissant n_s on peut déterminer la valeur de n par la relation:

$$n(\lambda) = \sqrt{\frac{n_0 n_s (1 + \sqrt{R_M(\lambda)})}{1 - \sqrt{R_M(\lambda)}}} \quad (3-19)$$

On peut déterminer l'épaisseur d , en comptant le nombre (k) de franges entre deux extremums correspondant aux deux longueurs d'onde λ_m et λ_{m+k} .

donc l'épaisseur des couches est égale à :

$$d = \frac{k}{2n} \frac{\lambda_{m+k} \lambda_m}{(\lambda_{m+k} - \lambda_m)} \quad (3-20)$$

Pour les couches très épaisses, l'épaisseur sera difficilement mesurable dès que le dénombrement des oscillations s'avère impossible, cette limitation est due à la résolution du spectrophotomètre utilisé.

La plupart des méthodes optiques permettent de mesurer à la fois l'indice de réfraction et l'épaisseur d'une couche mince. Malheureusement, la précision de la mesure de l'épaisseur est, pour toutes ces méthodes, liée à la précision avec laquelle on a mesuré l'indice de réfraction.

Finalement, la méthode nommée "résonance des couches minces"^{16,17}, ou aussi "la méthode de la réflexion de la lumière polarisée"^{18,19} qui correspond à l'analyse des ondes réfléchies et transmises de multiples fois, est la seule qui soit facilement applicable²⁰ aux couches de photopolypeptides.

Il est nécessaire pour être efficace dans notre cas de mesurer l'épaisseur et l'indice de réfraction de manière tout à fait indépendante. On peut alors espérer effectuer des mesures suffisamment précises, crédibles et reproductibles. Nous allons voir comment l'adapter aux contraintes liées aux spécificités du matériau photopolypeptides.

3 Description de la méthode proposée

3.1 Introduction

La méthode non destructive de mesure que nous proposons permet, en une seule mesure, de déterminer l'indice de réfraction et l'épaisseur de la couche de photopolypeptides, ainsi que le degré d'inhomogénéité dans le cas des couches non-homogènes.

Nous venons de voir qu'il existe de nombreuses méthodes permettant la caractérisation optique des couches minces transparentes. Chacune de ces méthodes possède des avantages mais aussi des inconvénients. Les systèmes interférométriques et ellipsométriques sont des méthodes, permettant de fournir une bonne précision et une mesure des deux grandeurs simultanées, en revanche, elles nécessitent des montages lourds. Elles ne sont pas compatibles avec notre dispositif, car nous cherchons une méthode qui peut être utilisée à partir du même dispositif pour enregistrer un hologramme.

Nous devons de plus écarter de notre étude les méthodes à caractère destructif tels que celles nécessitant un contact, ou celles nécessitant l'utilisation de la lumière blanche et les méthodes spectroscopiques.

Nous avons donc choisi d'élaborer une méthode de mesure des éclairagements transmis et réfléchis : en analysant les variations de l'éclairage en fonction de l'angle d'incidence du faisceau. Les mesures se font en éclairage cohérent polarisé, (en polarisation TE ou TM). La longueur d'onde est déterminée en fonction de la sensibilité spectrale du matériau photopolymère que nous exploitons.

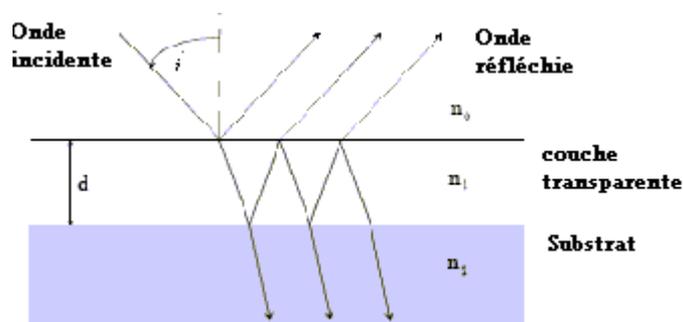


Figure 7 : Principe de mesure basé sur la mesure de l'intensité du rayonnement réfléchi en fonction de l'angle d'incidence

3.2 Mesure des paramètres d'une couche photosensible de photopolymère transparente

3.2.1 Intensité réfléchie par une couche transparente

3.2.1.1 Cas d'une interface.

Une interface est un dioptré séparant deux milieux d'indice de réfraction différent. A une interface donnée la lumière est transmise en partie et réfléchie en partie (on suppose qu'il n'y a pas d'absorption). Les réflexions et les transmissions sont gouvernées par des facteurs appelés coefficient de Fresnel¹, ces facteurs selon l'état de polarisation peuvent s'exprimer par :

$$r_{TM} = \frac{\cos(\theta) - (n_1/n_0)\cos(i)}{\cos(\theta) + (n_1/n_0)\cos(i)} \quad t_{TM} = \frac{2\cos(i)}{\cos(\theta) + (n_1/n_0)\cos(i)} \quad (3-21)$$

$$r_{TE} = \frac{\cos(i) - (n_1/n_0)\cos(\theta)}{\cos(i) + (n_1/n_0)\cos(\theta)} \quad t_{TE} = \frac{2\cos(i)}{\cos(i) + (n_1/n_0)\cos(\theta)} \quad (3-22)$$

Les indices TM et TE indiquent respectivement l'état de polarisation linéaire, transverse magnétique dite aussi (p), transverse électrique (s). n_1, n_0 sont respectivement les indices de réfraction de l'interface et du milieu d'incidence. i est l'angle d'incidence et θ est l'angle de réfraction. La relation entre i et θ est donnée par la loi de Snell Descartes :

$$n_0 \sin(i) = n_1 \sin(\theta) \quad (3-23)$$

Entre deux milieux non absorbants d'indices optiques n_0 et n_1 , la composante TM parallèle au plan d'incidence s'annule pour un angle d'incidence i_B appelé l'angle de Brewster tel que

3.2.1.2 Cas d'une couche transparente simple à faces parallèles.

A chaque traversée de la lumière d'un dioptre, une partie de la lumière est réfléchie et une partie est transmise **Figure 8**. Une couche mince (composée de deux dioptres) va donc produire par division du front d'onde une infinité d'ondes réfléchies et transmises. Si la source utilisée le permet, ces ondes vont donc interférer.

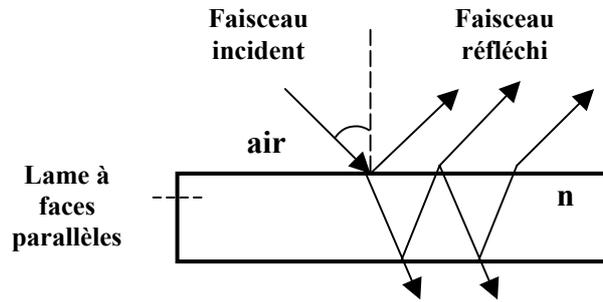


Figure 8 : Rayons réfléchis et transmis par une couche simple à faces parallèles

Les ondes successivement transmises suivent une progression géométrique telle que :

$$E_{trans}^N = t_1 t_2 (r_2 r_1)^{(N-1)} \exp\left(jN \frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right) \quad (3-24)$$

Le champ électrique total transmis revient à sommer sur l'infinité des ondes issues des réflexions multiples à l'interface d'incidence et transmises par l'interface interne de la couche :

$$E_{trans}^{tot} = \sum_{N=0}^{\infty} E_{trans}^N = t_1 t_2 \frac{1}{1 + r_1 r_2 \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right)} \quad (3-25)$$

Donc, l'intensité transmise (à l'infini) par la couche prend la forme :

$$T = E_{trans}^{tot} \cdot E_{trans}^{tot*} = \frac{(t_1 t_2)^2}{1 + (r_1 r_2)^2 + 2t_1 t_2 \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right)} \quad (3-26)$$

Egalement, dans le cas de réflexion, les réflexions se font principalement aux deux interfaces de la couche.

Le champ électrique total réfléchi par la lame peut s'exprimer par:

$$E_{refl}^{tot} = r_1 + t_1 r_2 t_1 \frac{1}{1 + r_1 r_2 \exp\left(\frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right)} \quad (3-27)$$

Et l'intensité réfléchie (à l'infini) par la lame est donnée par la formule suivante :

$$R = \frac{E_{refl}^{tot} \cdot E_{refl}^{tot*}}{E_{refl}^{tot} \cdot E_{refl}^{tot*}} = \frac{r_1^2 + r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right)}{1 + (r_1 r_2)^2 + 2t_1 t_2 \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} 2nd \cos\theta\right)} \quad (3-28)$$

Les facteurs r_1 , r_2 sont respectivement les coefficients de réflexion de Fresnel aux interfaces (air-couche) et (couche -air). t_1, t_2 sont respectivement les coefficients de transmission de Fresnel des interfaces (air-couche) et (couche -air), n étant l'indice de réfraction de la couche, d étant son épaisseur, et λ étant la longueur d'onde de la source utilisée.

La figure d'interférence va donc changer avec l'angle d'incidence, puisque les coefficients de réflexion et de transmission en dépendent, ceci entraîne en plus des variations rapides dues au terme de phase :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} 2 \cdot n \cdot d \cdot \cos\theta \quad (3-29)$$

Une fine couche transparente va se manifester comme une lame mince. Selon la forme des interfaces, le type d'éclairement et le mode d'observation, l'allure du champ en sortie va donc changer. Nous avons choisi de travailler avec une illumination collimatée cohérente et d'observer les variations de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle de l'incidence à l'infini. L'allure de nos observations sera donc liée à deux facteurs: un facteur géométrique qui dépend des dimensions de la couche et un facteur optique qui dépend des propriétés matérielles.

3.2.1.3 Cas d'une couche homogène déposée sur un substrat

L'expression de l'éclairement réfléchi par le système de deux couches est complexe, contrairement au cas d'une lame simple. Ceci car, il faut tenir compte également des interférences des ondes issues des différentes interfaces, des variations géométriques de la couche et du substrat, de l'homogénéité du substrat..... Pour s'affranchir des interférences induites par le substrat pendant l'acquisition, nous avons décidé d' "éliminer" les rayons réfléchis par l'interface substrat-air en utilisant un matériau absorbant, afin d'éviter leur interférence avec ceux réfléchis par la couche mince **Figure 9**. Nous avons également choisi d'effectuer les mesures en polarisation TM autour de l'angle de Brewster.

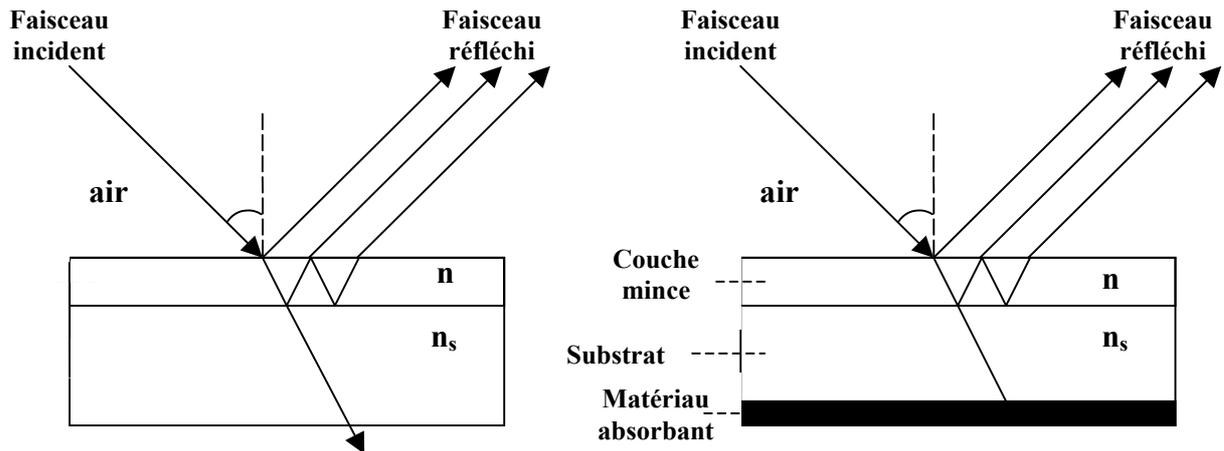


Figure 9 : Rayons réfléchis et transmis par une couche mince déposée sur un substrat en éliminant les réflexions qui proviennent de l'interface substrat-air .a : couches sans élimination b : couches avec élimination

En simplifiant le problème d'une couche déposée sur un substrat nous considérons uniquement les interférences des rayons qui proviennent des deux interfaces de la couche **Figure 9**. Ainsi, on peut écrire le champ électrique réfléchi par une couche transparente à faces parallèles sous la forme :

$$E_{ref}^N = (n + t_1 r_2 t_2 \exp(-j\varphi) + t_1 r_2^2 r_1 t_2 \exp(-j2\varphi) + t_1 r_1^2 r_2^3 t_2 \exp(-j3\varphi) + \dots) \quad (3-30)$$

Où r_2 représente le coefficient de réflexion de l'interface (couche-substrat).

Et, l'intensité lumineuse réfléchie par la couche est exprimée à partir de l'équation précédente par :

$$R = (E_{ref}^N)(E_{ref}^N)^* \quad (3-31)$$

Nous avons choisi d'effectuer les mesures en utilisant la polarisation TM. De plus, dans notre cas $|n-1| \gg |n-n_s|$, (n_s est l'indice de réfraction de substrat) donc $|r_2| \gg |r_2^2 r_1|$. On peut donc simplifier davantage l'expression (3-31), en considérant uniquement l'interférence entre le 1^{er} et 2^{ème} rayons réfléchis par la couche photosensible du fait de la faible intensité des rayons d'ordre supérieur.

Ainsi, en tenant compte de ces considérations, nous exprimons aisément l'intensité de lumière réfléchie par une couche déposée sur un substrat par :

$$\begin{aligned} R &= (r_1 + r_2 t_1 t_1 \exp(j\varphi))(r_1 + r_2 t_1 t_1 \exp(j\varphi))^* \\ &= r_1^2 + (r_2 t_1 t_1)^2 + 2r_1 r_2 t_1 t_1 \cos(\varphi) \end{aligned} \quad (3-32)$$

3.2.1.4 Cas d'une couche non-homogène déposée sur un substrat plan.

Introduction

Les propriétés optiques des couches minces diélectriques particulièrement pour les photopolypeptides dépendent fortement des conditions de préparation (température, humidité, lumière, etc). Souvent ces conditions de préparation et parfois de conservation affectent l'homogénéité de la couche photosensible. Les deux interfaces de la couche ne sont pas exposées dans les mêmes conditions. Ceci peut introduire une variation de l'indice de réfraction de la couche. Dans ce paragraphe, nous allons modéliser ce changement dans une couche diélectrique afin de pouvoir utiliser la méthode que nous proposons pour évaluer efficacement le degré d'inhomogénéité d'une couche $\alpha = \frac{(n_1 - n_2)}{(n_1 + n_2)}$ où n_1 et n_2 sont les indices de réfraction des deux interfaces. Dans ce modèle, on doit tenir compte de la réponse de deux interfaces et du profil continu de variation de l'indice de réfraction **Figure 10**, on ne considère pas l'absorption.



Figure 10 : Couche non homogène avec un exemple gradient de l'indice de réfraction (linéaire)

Approximation par un modèle multicouche

Nous pouvons considérer une couche non homogène comme une succession d'interfaces planes correspondant à un empilement de N sous-couches homogènes très minces, chacune de ces sous-couches est caractérisée par un couple (n_i, d_i) .

Le champ électrique réfléchi par chaque sous-couche peut s'exprimer comme dans le paragraphe précédent, cependant, puisque la différence d'indice de réfraction à chaque interface fictive qui sépare deux sous couches consécutives est très faible (quasiment nulle), la réflectivité d'une couche non homogène peut s'exprimer également de la même façon.

C'est à dire qu'elle dépend uniquement de la réflectivité des interfaces externes ainsi que de leur épaisseur. Ceci est valable tant qu'il n'y a pas de saut d'indice de réfraction à l'intérieur de la couche. Cette hypothèse n'est pas à envisager dans notre cas.

On note respectivement n_I et n_N les indices de réfractons de l'interface d'incidence et l'interface interne.

Les coefficients de réflexions de Fresnel des deux interfaces seront exprimés par:

$r_1 = r_1(n_I, i)$ où n_I est l'indice de réfraction de l'interface air-couche.

$r_2 = r_2(n_N, i)$ où n_N est l'indice de réfraction de l'interface couche-substrat.

Soit i l'angle d'incidence de l'onde lumineuse sur l'interface externe. $\theta_1, \theta_2, \dots, \theta_N$ désignent les angles d'incidence sur chaque interface interne d'une sous-couche.

La relation liant les angles de réfraction dans chaque sous-couche est donnée par l'expression suivante :

$$\sin(i) = n_1 \sin(\theta_1) = \dots = n_{N-1} \sin(\theta_{N-1}) = n_N \sin(\theta_N) \quad (3-33)$$

Ainsi, les angles de réfraction aux interfaces de la couche photosensible peuvent s'exprimer en fonction de l'angle d'incidence i par :

$$\theta_1 = \arcsin((1/n_1) \cdot \sin(i)) \text{ dans la 1ere sous-couche} \quad (3-34)$$

$$\theta_N = \arcsin((1/n_N) \cdot \sin(i)) \text{ dans la dernière sous-couche} \quad (3-35)$$

L'angle de réfraction sur l'interface de la couche photosensible-substrat sera :

$$\theta_S = \arcsin((1/n_S) \cdot \sin(i)) \text{ dans le substrat} \quad (3-36)$$

En polarisation TM

Considérons une couche non homogène dont n_1 et n_2 sont les indices de réfraction de ses deux interfaces :

$$r_1 = \frac{\cos(\theta_1) - (n_1/n_0)\cos(i)}{\cos(\theta_1) + (n_1/n_0)\cos(i)} \quad r_2 = \frac{\cos(\theta_S) - (n_S/n_N)\cos(\theta_N)}{\cos(\theta_S) + (n_S/n_N)\cos(\theta_N)} \quad (3-37)$$

Les coefficients de Fresnel de transmission de la couche sont :

$$t_1 t_1 = \prod_{j=1}^N t_1(n_j, i) \prod_{k=1}^N t_1(n_k, i)$$

= avec $t(n+\delta) \approx t(n)$ si $\delta \ll 1$ car δ est une variation infiniment petite de l'indice de réfraction

$$\approx \frac{n_N \cos(\theta_N)}{\cos(i)} \cdot t_1^2(n_1, i)$$

$$= \frac{\sqrt{(n_N^2 - \sin(i)^2)}}{\sqrt{(1 - \sin(i)^2)}} \cdot t_1^2 \text{ en mode TM.} \quad (3-38)$$

Et, le déphasage peut s'exprimer par :

$$\varphi = (4\pi/\lambda) \sum n_k d_k \cos(\theta_k) \quad (3-39)$$

Considérons un profil d'indice de réfraction dans la couche qui peut s'écrire sous la forme :

$$n_k = n_1 + (k-1)\xi_k \delta \quad (3-40)$$

Où $1 \leq k$, $-1 \leq \xi_k \leq +1$, et $\delta \ll n_k$.

d_k est épaisseur la $k^{\text{ième}}$ sous-couche, pour un profil linéaire.

On peut considérer que $d_k = d_{k+1} = d/N$, où d est l'épaisseur totale de la couche.

Pour un profil linéaire $\xi_k = \xi$ $\xi = -1$ ou $+1$

$$\varphi = (4\pi/\lambda) (d/N) \sum n_k \cos(\theta_k) \quad (3-41)$$

Pour simplifier la notation, on pose $n_N = n_2$ l'indice de la dernière couche est égal à l'indice de réfraction de l'interface interne de la couche photosensible

En prenant le cas où $\xi = +1$, c'est à- dire $n_2 > n_1$ (éq $n_N > n_1$)

$$\begin{aligned} \varphi &= (4\pi/\lambda) (d/N) \sum n_k \cos(\theta_k) = (4\pi/\lambda) (d/N) (Nn_1 + \xi \delta \frac{N(N-1)}{2}) \cos(\theta_m) \\ &= (4\pi/\lambda) d (n_1 + \frac{\Delta n}{2}) \cos(\theta_m) \end{aligned} \quad (3-42)$$

car : $\Delta n = \xi \delta (N-1)$ et $\Delta n = n_2 - n_1$

$$\varphi = (4\pi/\lambda) d (\frac{n_1 + n_2}{2}) \cos(\theta_m) = (4\pi/\lambda) d (n_m) \cos(\theta_m) \quad (3-43)$$

$$\text{on défini } \theta_m \text{ par la relation : } n_m \sin(\theta_m) = \sin(i) \quad (3-44)$$

Nous introduisons les expressions (3-38,40,43,44) dans l'équation (3-32) nous trouvons ainsi l'expression de l'intensité réfléchiée par une couche non homogène ayant un profil linéaire.

3.3 Principe de mesure des paramètres optiques d'une couche

3.3.1 Mesure de l'indice de réfraction à l'interface.

Du calcul précédant on déduit que l'intensité réfléchiée par une interface peut s'exprimer analytiquement par une équation de la forme $R_{ana}(n,i) = r_1^2(n,i)$, cependant dans les conditions

expérimentales cette intensité n'est jamais nulle à l'angle de Brewster pour une polarisation TM. C'est pour cela que nous proposons l'expression suivante dans le cas d'une interface et d'une couche:

$$R_{I\ ana}(n,i)=r_1^2(n,i)+A \quad (3-45)$$

$$R_{ana}(n,d,i)=r_1^2+(r_2 t_1 t_1)^2+2r_1 r_2 t_1 t_1 \cos(\varphi)+A \quad (3-46)$$

Où A est une constante expérimentalement mesurable, sa valeur est égale à l'intensité réfléchie à l'angle de Brewster. Cette valeur est très faible mais non nulle, Elle peut dépendre :

- a) du taux de polarisation du faisceau incident (la polarisation n'est pas parfaitement linéaire)
- b) du système de lecture (courant d'obscurité)
- c) de qualité de l'interface (homogénéité, diffusion, rugosité)

Pour déterminer expérimentalement la valeur de l'indice de réfraction d'interface n et la constante A , nous interpolons les variations de réflectivité d'interface mesurées en prenant leur expression analytique et en minimisant l'écart quadratique moyen χ .

$$\chi = \sum \frac{(R_{j\ mes} - R_{ana}(n, i_j))^2}{(\sigma)^2} \quad (3-47)$$

Le non-couplage de n et A nous permet de les évaluer avec précision en même temps et à partir d'une seule mesure. Leurs valeurs optimales sont obtenues si χ prend la valeur la plus petite possible, typiquement inférieur à 10^{-10} .

3.3.2 Evaluation de l'homogénéité d'une couche de photopolypeptide

L'homogénéité d'une couche photosensible est parfois un facteur crucial qui dépend à la fois du matériau, de ses conditions de préparation, et de ses conditions de conservation. Généralement cette inhomogénéité réduit la qualité des couches et dégrade la qualité de l'enregistrement. Dans une étape préliminaire, on peut commencer par une évaluation de l'inhomogénéité de la couche à caractériser.

Les minimums locaux de l'intensité totale réfléchi en fonction de l'angle d'incidence (pour des angles $i < i_B$) sont gouvernés par une fonction analytique de la forme $R(n)=r_1^2(n,i)+A$. Notant n_{sm} l'indice de réfraction mesuré par l'interpolation des minimums par cette expression, et n_s l'indice de réfraction de substrat, deux cas sont possibles:

Si $n_s = n_{sm}$, la couche est homogène.

Si $n_s \neq n_{sm}$, alors la couche est non homogène, si $(n_s - n_{sm}) > 0$ alors $n_2 > n_1$ et si $(n_s - n_{sm}) < 0$ alors $n_2 < n_1$, n_2 étant l'indice de réfraction de l'interface couche-substrat.

La figure suivante illustre les deux cas possibles : à gauche cas homogène et à droite cas non homogène

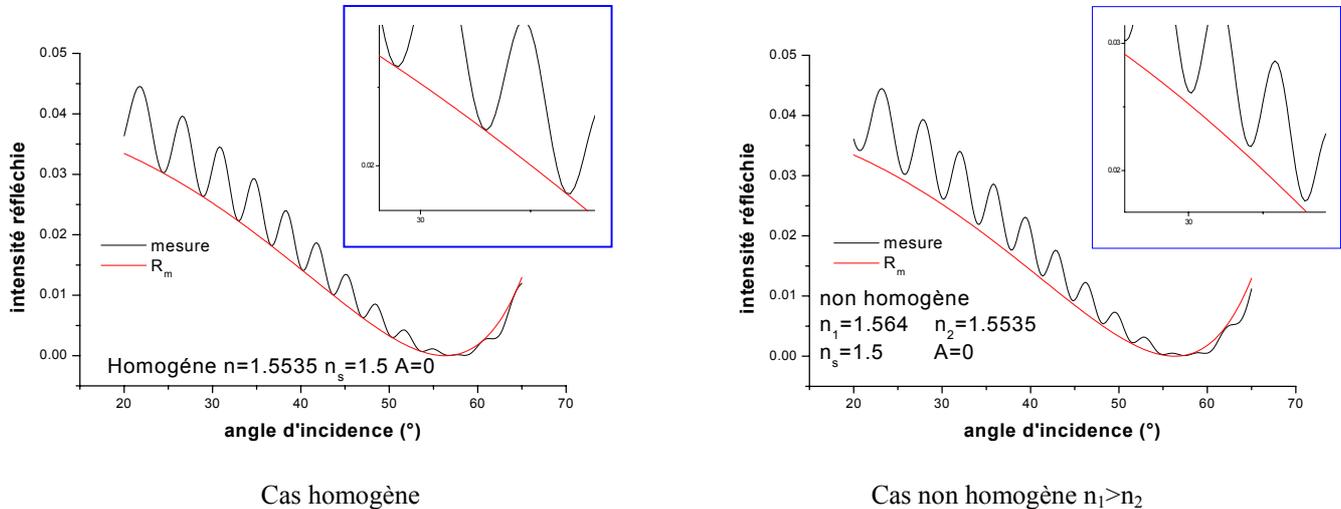


Figure 11 : Mesure de n_{sm} pour deux types de plaques de verre couverte d'une couche: à gauche cas homogène, à droite cas non-homogène

3.3.3 Cas des couches de photopolypeptide homogènes

3.3.3.1 Caractérisation in situ du substrat

Il est nécessaire dans beaucoup de cas, pour effectuer une caractérisation d'une couche photosensible, de commencer par une caractérisation du substrat avant couchage. Cependant, on a souvent à caractériser des couches de photomatériaux déjà déposées sur des substrats souvent inconnus.

Le but de ce paragraphe est de montrer la possibilité de mesurer l'indice de réfraction du substrat, même après le couchage, par la méthode que nous proposons ci-après :

A partir de l'expression de la réflectivité totale sur une couche, les minimums des variations de cette réflectivité en fonction de l'angle d'incidence (pour des angles d'incidence $i < i_B$) peuvent s'exprimer théoriquement par l'expression suivante :

$$R_{\min}(n, i) = r_1^2(n, i) + (r_2 t_1 t_1)^2(n, i) + 2r_1 r_2 t_1 t_1(n, i) + A \quad (3-48)$$

Si on remplace n par n_s dans l'équation précédente, nous pouvons la réécrire comme : $R = n_s^2(n_s) + A$. Nous pouvons déterminer donc expérimentalement n_s par une interpolation des valeurs numériques de R_{\min} par une fonction d'interface.

3.3.3.2 Mesure de l'indice de réfraction

La réflectivité en fonction de l'angle d'incidence d'une couche transparente à faces parallèles, est une fonction sinusoïdale oscillante autour d'une composante continue donnée par l'équation suivante :

$$R_I = r_1^2 + (r_2 t_1 t_1)^2 + A \quad (3-49)$$

A partir des valeurs numériques de cette fonction on peut facilement évaluer l'indice de réfraction.

Nous allons montrer comment évaluer numériquement R_I à partir des mesures de la réflectivité globale de la couche photosensible. En effet on a :

$$\overline{R}_I = \frac{1}{I} \int R di = \frac{1}{I} \int (r_1^2 + (r_2 t_1 t_1)^2 + 2r_1 r_2 t_1 t_1 \cos(\varphi) + A) di$$

Pour un intervalle I de variation de l'angle d'incidence tel que $I = K \cdot \varphi_i$ où K est un entier ($K > 2$) et φ_i est la période de signal nous avons :

$$\begin{aligned} \frac{1}{I} \int (R - (r_1^2 + (r_2 t_1 t_1)^2 + A)) di &= \frac{1}{I} \int 2r_1 r_2 t_1 t_1 \cos(\varphi) di \approx 0 \\ \overline{R}_I &= r_1^2 + (r_2 t_1 t_1)^2 + A \end{aligned} \quad (3-50)$$

Nous pouvons alors extraire la composante continue, ce qui permet de déterminer directement l'indice de réfraction par une interpolation de l'intensité réfléchie globale par \overline{R}_I sur un intervalle $I = K \cdot \varphi_i$ de variation de l'angle d'incidence, φ_i est la période du signal.

Nous pouvons aussi mesurer l'indice de réfraction, en considérant les maximums locaux (pour $i < i_B$), par interpolation selon l'expression analytique :

$$R_M(n, i) = r_1^2(n, i) + (r_2 t_1 t_1)^2(n, i) - 2r_1 r_2 t_1 t_1(n, i) + A \quad (3-51)$$

Nous pouvons également utiliser la fonction interface(3-45) en interpolant les maximums locaux pour mesurer n : soit n_M l'indice de réfraction mesuré par interpolation autour de

l'angle de Brewster: $n = \frac{n_M + n_{sm}}{2}$

Le choix entre l'utilisation de \overline{R}_I ou R_M pour mesurer l'indice de réfraction avec une meilleure précision repose sur deux facteurs :

- a) Les amplitudes des modulations du signal de la réflectivité en fonction de l'angle d'incidence : pour de faibles amplitudes qui correspondent à $n - n_s$ faible, l'utilisation de \overline{R}_I permet une meilleure précision, alors que pour les grandes amplitudes il faut plutôt utiliser R_M .

b) L'absorption de la couche: pour des couches à forte absorption il faut utiliser \overline{R}_T , pour les très faible absorption selon l'amplitude de modulation on peut choisir entre R_M et \overline{R}_T .

3.3.3.3 Mesure de l'épaisseur

Après avoir déterminé dans les étapes précédentes (n, n_s, A) à partir de l'équation (3-46), il reste maintenant à mesurer l'épaisseur (d) de la couche photosensible. Pour cela on procède à une interpolation de la réflectivité totale par son expression analytique. La valeur optimale est calculée pour une meilleure approche (généralement, $\chi < 10^{-10}$) entre ces deux fonctions de réflectivité globale (théorique et expérimentale).

Nous présentons dans le tableau ci-dessous les paramètres que nous avons mesurés en utilisant la méthode proposée pour trois cas de figure qui correspondent aux cas que nous allons traiter : 1 : avant l'exposition, 2 : après l'exposition, et 3 : après le développement

Cas 1		Cas 2		Cas 3	
Simulation	Mesure	Simulation	Mesure	Simulation	Mesure
n=1.6021	n _m =1.6019	n=1.5421	n _m =1.5423	n=1.5321	n _m =1.5321
n _s =1.515	n _{sm} =1.5151	n _s =1.515	n _{sm} =1.515	n _s =1.515	n _{sm} =1.5149
d=10μm	d _m =10.01μm	d=30μm	d _m =30μm	d=50μm	d _m =50μm

Tableau 1: Valeurs mesurées en utilisant la méthode proposée pour trois cas de simulation.

3.3.4 Cas des couches non-homogènes

Nous exprimons le profil de l'indice de réfraction d'une couche non-homogène par:

$$n = n_1 + (k-1)\xi_k \delta \quad (3-51)$$

Nous supposons un profil linéaire ou quasi linéaire dans la couche non exposée, ceci est justifié théoriquement et expérimentalement. Le degré d'inhomogénéité peut varier selon les conditions de préparation et de conservation de certaine couche de photopolypeptide.

Dans ce cas, pour mesurer (n_1, d) on procède exactement de la même façon que pour le cas homogène. La détermination, cependant, expérimentale de n_s est impossible (*en utilisant une seule longueur d'onde à caractérisation*). En revanche nous pouvons mesurer la valeur n_2 de la même façon que l'on mesure n_s dans le cas des couches homogènes, mais dans ce cas la valeur mesurée n_{sm} sera différente de l'indice réel du substrat. L'évaluation de n_2 sera donnée par l'expression :

$$n_2 = n_1 + (n_s - n_{sm})$$

Connaissant la valeur n_s et en utilisant une fonction (3-45) autour de l'angle de Brewster nous pouvons exprimer l'indice de réfraction de l'interface interne par:

$$n_2 = n_s - \left(\frac{n_{sm} - n_M}{2} \right)$$

Dans le cas d'une couche homogène $n_s = n_{sm}$ donc $n_2 = n_1$

Dans le cas d'une couche non-homogène $n_s \neq n_{sm}$ donc $n_2 \neq n_1$

Simulation

$$n_s = 1.5000$$

		Simulation	Mesure (R_M, R_m)	Mesure final
Cas 1	$n_2 > n_1$	$n_1 = 1.5535$ $n_2 = 1.564$ $d = 15\mu$ $A = 0$	$n_M = 1.6175$ $n_{sm} = 1.4895$	$n_1 = 1.5535$ $n_2 = 1.564$ $d = 15\mu$ $A = 0$
Cas 2	$n_1 > n_2$	$n_1 = 1.555$ $n_2 = 1.545$ $d = 15\mu$ $A = 0$	$n_M = 1.600$ $n_{sm} = 1.510$	$n_1 = 1.555$ $n_2 = 1.545$ $d = 15\mu$ $A = 0$

Tableau 2 : Mesure (n_1, n_2, d, A) dans deux cas de simulation

3.4 Validation expérimentale de la méthode et du dispositif

3.4.1 Montage expérimental

Le montage que nous proposons (**Figure12**) permet d'effectuer les mesures de l'éclairement transmis et réfléchi, il est constitué d'un laser He-Ne polarisé linéairement ayant une puissance de sortie égale à 15mW, un système de filtre spatial pour éliminer les perturbations de la répartition spatiale d'intensité du faisceau qui apparaissent lors des réflexions ou les diffractions parasites induisant un bruit de fréquence spatiale élevée. Un polariseur linéaire permet d'ajuster la polarisation du faisceau incident, afin de se rapprocher au mieux de l'hypothèse des ondes planes. La plaque et le détecteur sont montés sur deux moteurs coaxiaux, pour effectuer la rotation de la plaque à étudier et ajuster le positionnement du détecteur dans la direction du faisceau observé (en réflexion ou en transmission).

Les systèmes de contrôle et d'acquisition sont commandés par un PC via un contrôleur de déplacement « Digital Positioning System » (DSP) et une interface GPIB. Les moteurs de rotation sont de type pas à pas, de résolution 0.001° , le détecteur dont nous disposons est de type COHERENT LABMASTER. Des programmes pour diriger l'asservissement entre la

rotation de la plaque, le déplacement du photodétecteur et l'acquisition du signal ont été écrits sous Labview. Ainsi on peut enregistrer sur un fichier de données l'intensité réfléchie (ou transmise) en fonction de l'angle d'incidence.

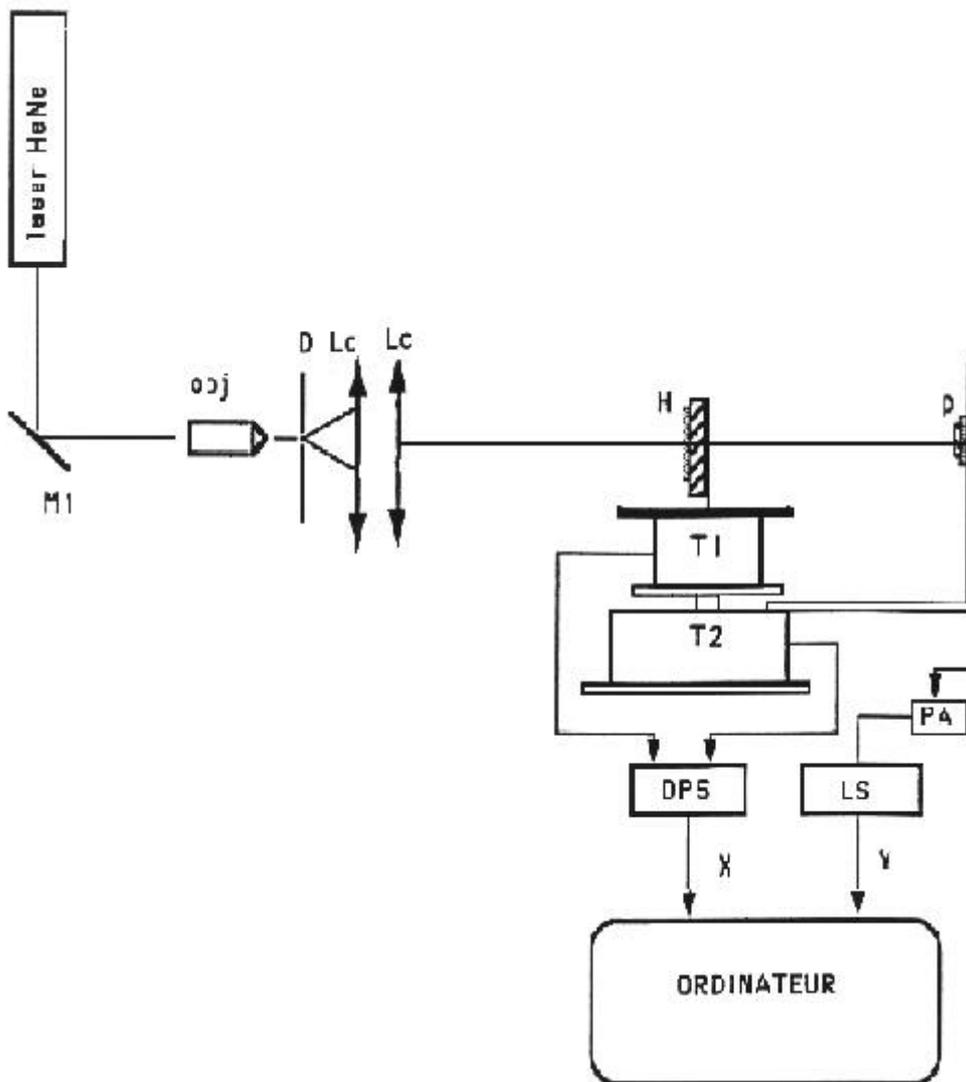


Figure 12 : Montage expérimental utilisé pour caractériser les couches de photopolypeptides

Lc : Lentille de collimation, DPS : Contrôleur de déplacement, P: Détecteur, PA : Amplificateur, Obj : Objectif de microscope, H : Plaque a caractérisée, X : angle d'incidence, Y : signal mesuré, LS : Lecture de signaux, T1 : Table de rotation de la plaque, T2 : Table de rotation du détecteur

3.4.2 Programme de contrôle de positionnement

Pendant toutes les mesures, nous estimons que l'erreur de mesure sur l'indice de réfraction est de $6 \cdot 10^{-4}$. Cette erreur inclue les erreurs de positionnement à la fois du photodétecteur de la plaque sur son support, et les erreurs dues aux fluctuations de la source au cours de chaque mesure. Les erreurs de positionnement sont largement minimisées par l'utilisation d'un programme que nous avons développé sous Labview **Figure 13** qui permet de déterminer l'erreur de positionnement horizontal. Nous espérons par la suite l'améliorer pour déterminer également l'erreur de positionnement vertical. Les mesures sont effectuées par transmission pour des variations d'angle d'incidence autour d'une incidence normale. La symétrie de signal nous informe sur les erreurs de positionnement.

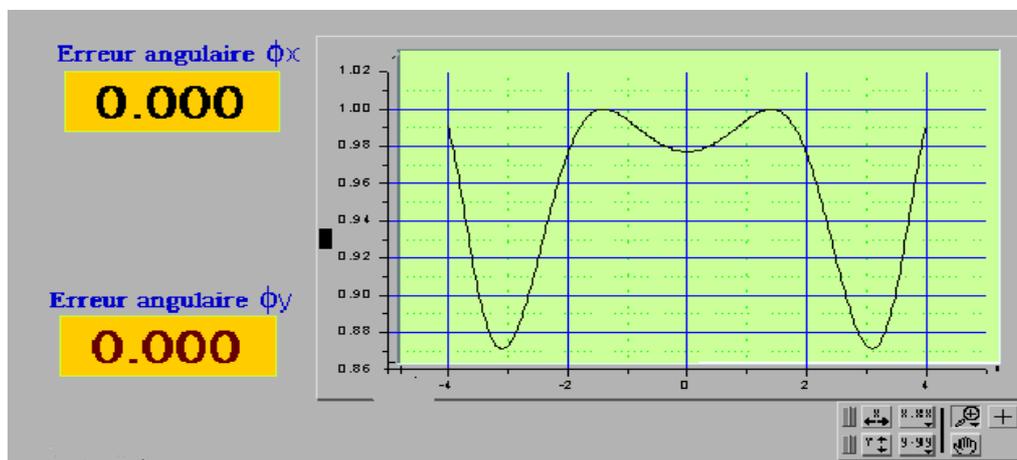


Figure 13 : Programme développé sous Labview permettant d'évaluer l'erreur angulaire due au positionnement de la plaque sur son support

Les mesures suivantes sont effectuées, premièrement sur des étalons en verre puis sur des couches photosensibles standard (PFG04, et PFG03M), disponible dans la commerce et largement utilisées pour l'enregistrement holographique.

Grâce à ce programme, il est possible de corriger les erreurs angulaires qui peuvent affecter les mesures de l'indice de réfraction, et d'en tenir compte pour améliorer la précision de mesure.

3.4.3 Programmes d'interpolations

Nous avons conçu différents programmes qui assurent la gestion des différentes étapes de mesure des paramètres optiques. Ils sont totalement automatisés grâce à l'utilisation d'un langage de programmation graphique G, de l'environnement LabView (Laboratory Virtuel Instrument Engineering Workbench). Une application sous forme d'instrument virtuel (VI pour Virtuel Instrument) de mesure est composée de trois parties.

La première assure le commandement ainsi que l'acquisition. La deuxième, l'étalonnage : **Figure13**, elle permet d'évaluer les erreurs angulaires dues au positionnement de la plaque sur son support. Ces erreurs seront par la suite corrigées lors de l'évaluation des différentes grandeurs (n_1, n_2, d, n_s, A) par un troisième programme que nous avons développé **Figure14**, et qui permet de calculer directement les paramètres optiques d'une couche diélectrique à partir d'une seule mesure de l'intensité réfléchie en fonction des variations de l'angle d'incidence pour une polarisation TM. Il peut être schématisé en trois blocs : une fenêtre d'entrée qui permettant d'introduire les valeurs de l'intensité mesurée en fonction de l'angle d'incidence, une fenêtre d'actionnement pour fixer les paramètres d'interpolation et une fenêtre de sortie qui permet de visualiser les résultats de la mesure **Figure14**.

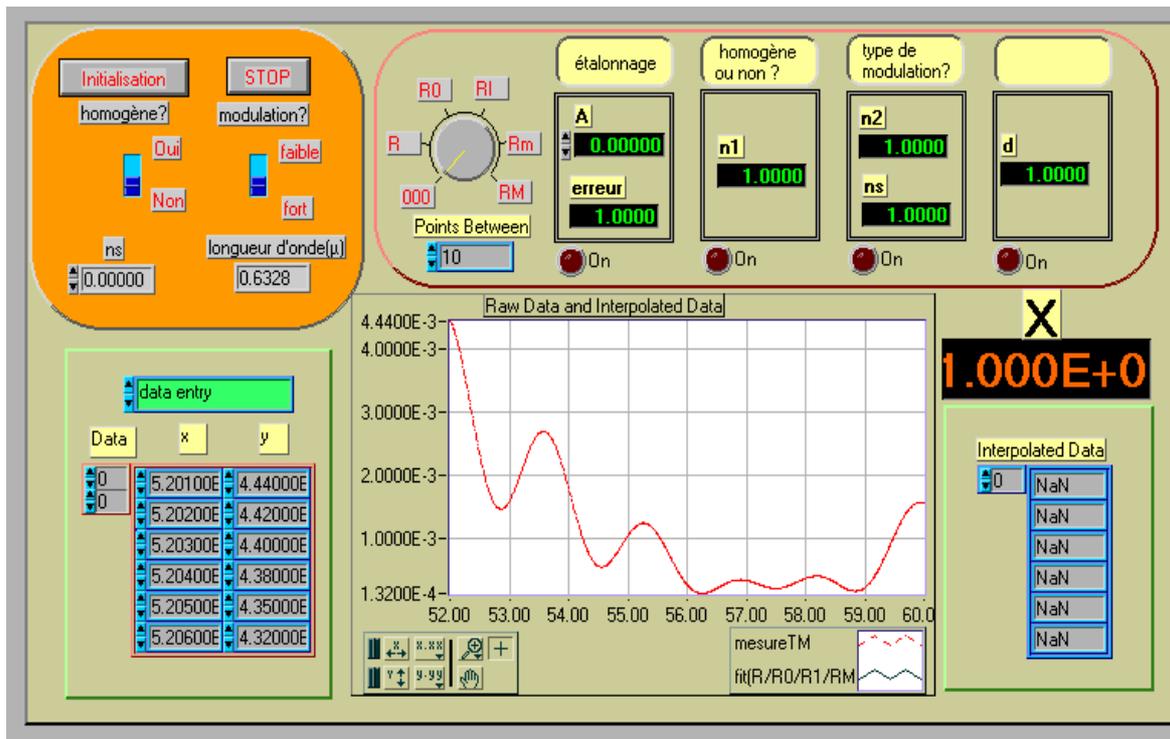


Figure 14 : Programme sur Labview(face avant) permettant de déterminer (n, n_s, d) et (n_1, n_2, d) à partir d'une seule mesure de la réflectivité en polarisation TM

Le principe de mesure est présenté sous forme d'un organigramme **Figure 15**. Dans les conditions de mesures, il faut considérer l'inhomogénéité, l'absorption, et la nature de l'amplitude la modulation de l'intensité réfléchi : si elle est grande ou faible. Le programme choisira les fonctions optimales pour la mesure. Par défaut, la couche est considérée homogène, non absorbante, ayant une forte modulation de la réflectivité.

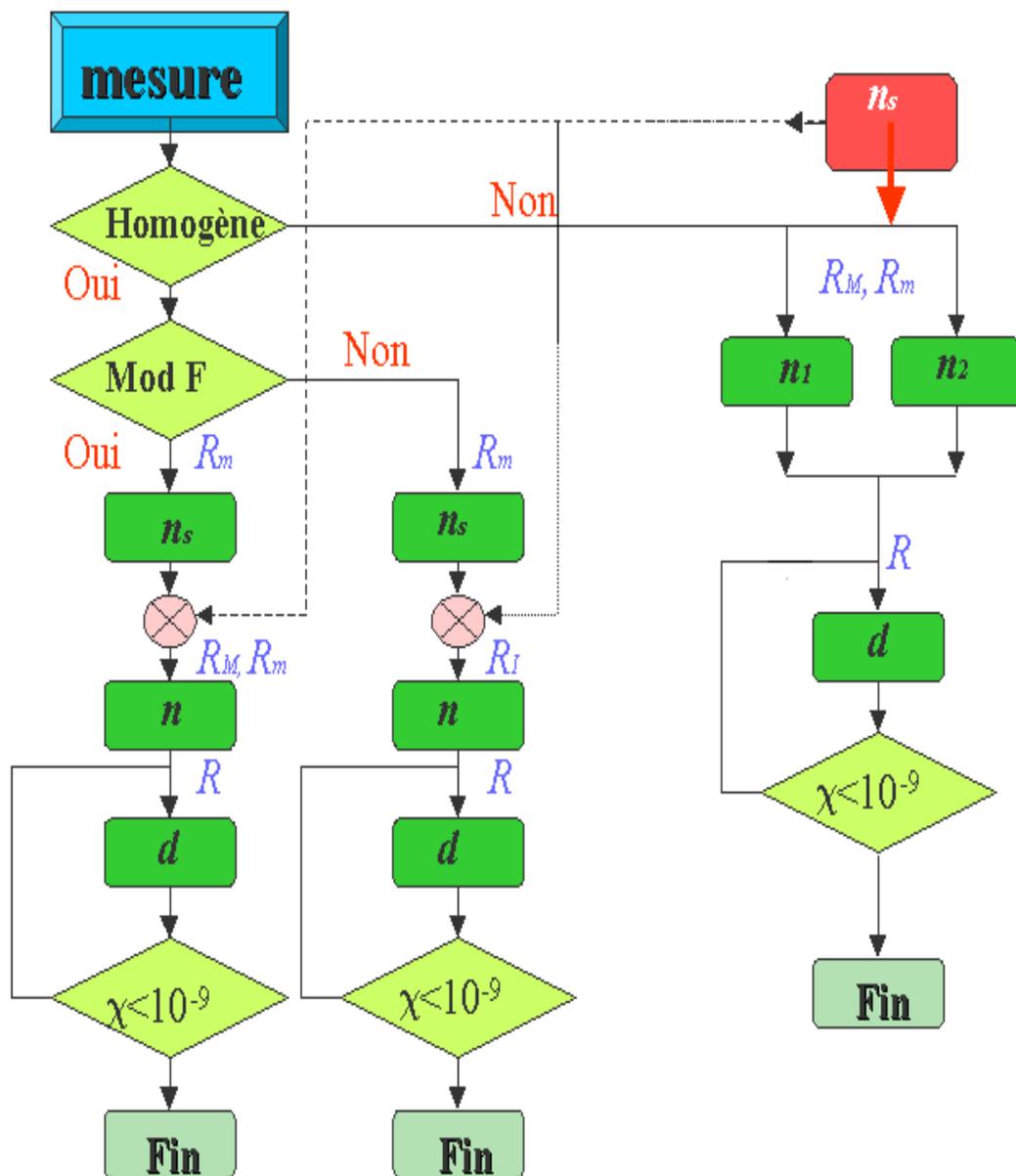


Figure 15 : Organigramme de la méthode proposée pour mesurer les paramètres optiques des couches de polypeptides photosensibles transparentes. (n_1, n_2, d, A) les paramètres optiques de la couche, χ : l'écart quadratique moyen.

3.4.4 Mesures expérimentales

3.4.4.1 Mesures de l'indice de réfraction des étalons

Nous avons mesuré l'indice de réfraction d'un étalon en Suprasil (HERAEUS QUARTZ) dont l'indice de réfraction fourni par le constructeur pour la longueur d'onde $\lambda=632.8$ nm est $n_c=1.45702$.

Dans la figure 16 nous présentons, les variations de l'intensité réfléchie, mesurée et théorique, pour une interface en fonction de l'angle d'incidence.

Les deux courbes sont parfaitement superposées avec $\chi=2.6e^{-12}$, ceci permet de mesurer un indice de réfraction pour $\lambda=632.8\mu\text{m}$ égal à $n= 1.4566$, cette valeur est proche de celle donnée par le constructeur.

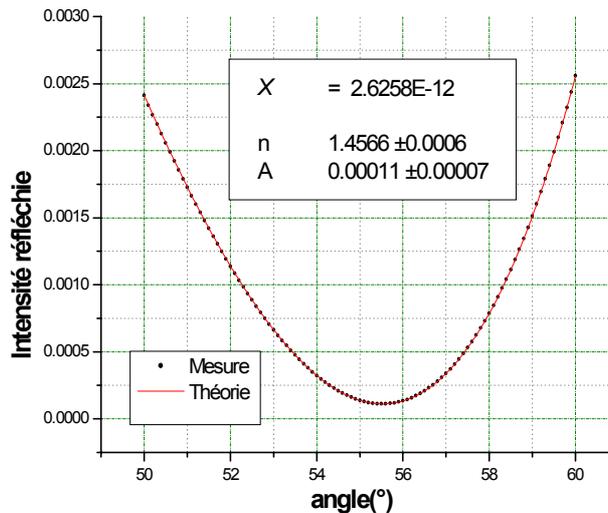


Figure 16 : Courbes de l'intensité réfléchie mesurée et théorique pour un étalon en Suprasil

Pour un autre étalon de type BK7 (SCHOTT), dont l'indice de réfraction donné par le constructeur est égal à 1.5151, nous avons mesuré de la même façon $n= 1.5147 \pm 0.0006$.

3.4.4.2 Mesures de (n, n_s, d) pour des couches photosensibles standards.

Nous avons effectué des mesures sur deux émulsions standard, PFG-04 et PFG-03M afin de mesurer n , n_s et d en utilisant la méthode que nous proposons. Il est nécessaire de mentionner que nous utilisons pour la caractérisation un laser de He-Ne, dont l'intensité de sortie est égale à 15mW, les émulsions PFG-03M sont particulièrement sensibles à cette longueur d'onde. Après la mesure, on observe une tâche brune due à l'interaction entre l'émulsion et cette longueur d'onde.

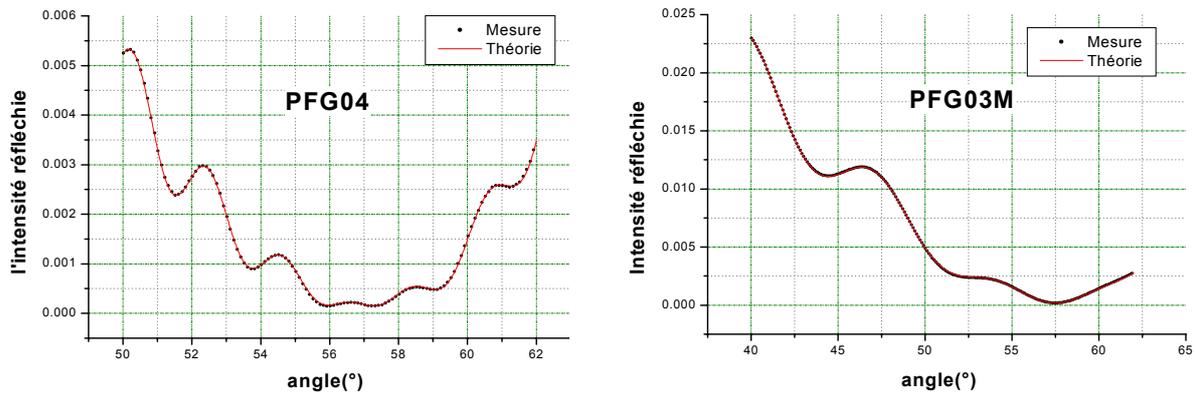


Figure 17: Courbes des réflectivités mesurées et calculées en polarisation TM
a: pour l'émulsion PFG-04 **b:** pour l'émulsion PFG03M

Paramètres	PFG-04	PFG-03M
n	1.5444 ± 0.0007	1.5779 ± 0.0007
n_s	1.5106 ± 0.0006	1.5287 ± 0.0006
d	22.57 ± 0.01	6.69 ± 0.01
A	0.00012	0.00012
χ	$3.1287E-10$	$3.9519E-10$

Tableau 3 : Valeurs (n , n_s , d , A) mesurées par la méthode proposée
 La correspondance se traduit par χ très faible

Après ces mesures, nous avons procédé à une mesure destructive incontestable. Nous avons enlevé les deux émulsions, après un nettoyage soigneux du substrat, nous avons mesuré l'indice de réfraction du substrat dans les deux cas. Les courbes ci-dessous **Figure 18** traduisent les variations de la réflectivité du substrat nu en fonction de l'angle d'incidence.

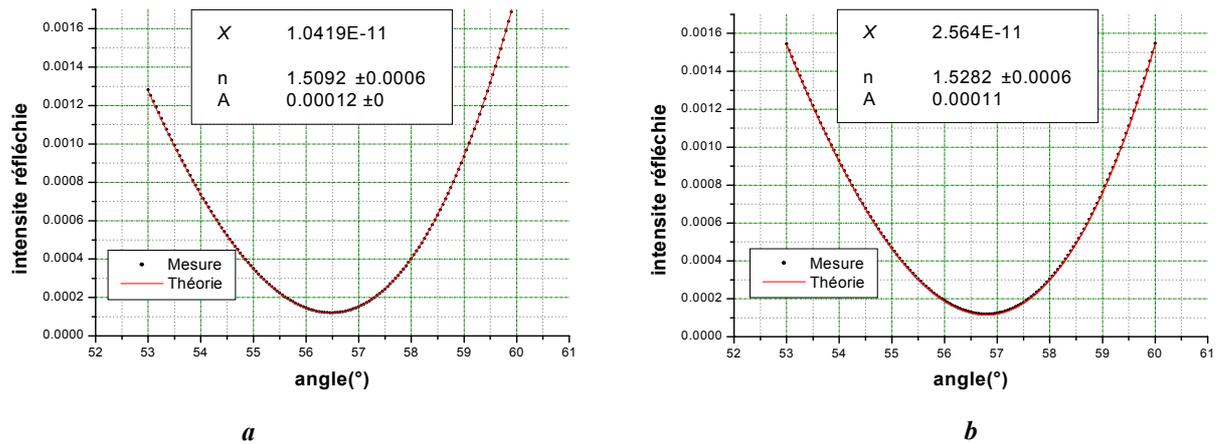


Figure 18 : Mesure de la réflectivité du substrat utilisé pour des émulsions
a: de type PFG04, b: de type PFG03M

Ces mesures confirment la pertinence des deux hypothèses : l'homogénéité des deux couches, leur faible absorption ainsi que l'étalonnage du montage expérimental. Afin de montrer l'utilité de notre programme de contrôle de positionnement, nous avons mesuré l'indice de réfraction de l'étalon en Suprasil ($n=1.45702$) avec et sans utilisation du programme, **Figure 15** :

- Sans le programme d'étalonnage nous mesurons $n=1.4553$
- Avec le programme d'étalonnage nous mesurons $n=1.4566$

4 Conclusion

Suite à une présentation et critique des méthodes existantes, nous avons choisi de proposer une méthode se situant dans le contexte de résonance des couches minces. Nous avons évalué d'abord par simulation puis expérimentalement la validité de la méthode, et son efficacité pour déterminer (n , n_s , d) séparément en une seule mesure. L'accord entre les résultats théoriques et expérimentaux et la simplicité de l'expérience fait que la méthode proposée est une méthode attrayante pour évaluer les paramètres d'une couche de polypeptides et de son substrat. Le choix de cette méthode, dans notre cas, repose également sur quatre raisons:

- a) sa facilité de mise en œuvre.
- b) son montage intégrable au montage d'enregistrement.
- c) sa précision de mesure, après calibrage du système.
- d) son étendue de mesure des épaisseurs(d).

Pour mesurer n_s avec une bonne précision, nous avons supposé que le matériau est homogène et non absorbant (cas des polypeptides). Cependant, pour un matériau absorbant nous devrions utiliser plutôt l'équation (3-50) pour évaluer l'indice de réfraction d'une couche.

Cette méthode est aussi valable pour caractériser des couches dont les indices de réfraction sont très proches de ceux du substrat ce qui est le cas des photopolypeptides, ce qui n'est pas accessible par la plupart des méthodes optiques existantes, particulièrement pour les méthodes interférentielles (voir chapitre4).

En conclusion, Nous avons pu démontrer qu'il est possible de effectuer une mesure absolue de l'indice de réfraction ainsi que celle de l'épaisseur en rendant l'erreur angulaire due au positionnement de la plaque sur son support la plus petite possible si on connaît l'indice de substrat avec une bonne précision

Références

- 1 M. Born , E. Wolf, **Principles of Optics** , Pergamon Press, 1999
- 2 S. Sjoliner, **Dichromated gelatin and the mechanism of hologram formation**, Phot. Sci.&Eng Vol 25,N°3 1981
- 3 P.Craen, **Contribution à l'étude de matériaux photosensible pour l'holographie** , Mémoire, Université de liège, Faculté de liège, Faculté des sciences,1991
- 4 Azzam, R. M. A. and N. M. Bashara, **ellipsometry and polarized light**, North-Holland Publishing Co., Amsterdam, New York, Oxford, 1977.
- 5 F.Bernoux, J.P.Piel, J.H.Lecat, J.L.Stechle, **Techniques de l'ingénieur, Traité mesures et contrôle**, n° R6490
- 6 H. G. Tompkins, and W. A. McGahan, **Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry**, John Wiley & Sons, New York,1999.
- 7 J. A. Woollam, B. Johs, C. M. Herzinger, J. Hilfiker, R. Synowicki, and C. L. Bungay, **Overview of Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry (VASE)**, Part I: Basic Theory and Typical Applications,” SPIE Proc. CR72, pp. 3-28, 1999.
- 8 J. A. Woollam, **Ellipsometry, Variable Angle Spectroscopic**,” Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering, Supplement 1, ed. J. G. Webster, pp. 109-117, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2000.
- 9 J. A. Woollam and P. G. Snyder, **Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry**, Encyclopedia of Materials Characterization, Butterworth-Heinemann Publishers, Boston pp. 401-411, 1992.
- 10 Pochi Yeh, **Optical waves in layered media**, éditions John Wiley & Sons
- 11 P. K. Tien, R. Ulrich, and R. J. Martin, **Modes of Propagating Light Waves in Thin Deposited Semiconductor Films**, Appl. Phys. Lett., 14, 291, 1969.
- 12 R. Ulrich and R. Torge, **Measurement of Thin Film Parameters with a Prism Coupler**, Appl. Opt., 12, 2901, 1973.
- 13 A. C. Adams, D. P. Schinke, and C. D. Capio, **An Evaluation of the Prism Coupler for Measuring the Thickness and Refractive Index of Dielectric Films on Silicon Substrates**, J. Electrochem. Soc., 126, 1539, 1979.
- 14 R.Pawluczyk, **modified Brewster angle technique for the measurement of the refractive index of DCG layer**, App.Opt, V29,N4,p589,1990
- 15 P.ETIENNE, **Etude et caractérisation de couches organosiliciées déposées par le procédé Sol-Gel : application à la protection des verre organiques**, Thèse de l'Université de Montpellier II, 1992
- 16 H.D.Tholl, M.Dohmen,C.G.Stojanoff, **Determination of the mean refractive index and thickness of dichromated gelatin holographic films using the thin film resonance method**, SPIE,2405,76-87,1995
- 17 R. Pawluczyk et al, **Characterization of DGG holograms during the production process: some practical aspects**, SPIE, Optical and Metrology II, Vol.954), pp. 40-49, 1988
- 18 A.Belendez,T.Belendez,C.Neipp,I.Pascual, **Determination of the refractive index and thickness of holographic silver halide materials by use of polarized reflectances**, App.Opt,41,6802-6808,2002
- 19 T.Kihara,K.Yokomori, **Simultaneous measurement of refractive index and thickness of thin film by polarized reflectances**, Appl.Opt,29,5069-5073,1989

- 20 G.Campbell, T.J.Kim, R.K.Kostuk, **comparison of methods for determining the bias index of a dichromated gelatin hologram**, App .Opt,34,no 14,p2548-2555,1995.
 - 21 A.R.Reinberg, **Ellipsometer Data Analysis with a Small Programmable Desk Calculator**, App Opt Vol 11, No 5, 1972
 - 22 Li Zhan and Zhuangqi Cao, **Exact dispersion equation of a graded refractive-index optical waveguide based on the equivalent attenuated vector**, J. Opt. Soc. Am. A, Vol. 15, No. 3, 1998, pp 713-716
-

Chapitre 4

**Étude de certains paramètres
modifiant le rendement de
diffraction dans des couches de
photopolypeptides: application à
l'optimisation de mémoires
diffractives**

CHAPITRE 4

1 Introduction.....	115
2 Caractérisation des couches de photopolypeptide non exposées.....	116
3 Caractérisation des couches de photopolypeptides exposées.....	128
4 Optimisation d'une mémoire diffractive multiplexée.....	142
5 Conclusion.....	147
Références.....	148

1 Introduction

Les hologrammes épais de phase, ont un certain nombre de propriétés qui peuvent être exploitées pour l'optimisation des mémoires diffractives. Nous donnons quelques résultats expérimentaux en exploitant la méthode présentée au chapitre précédent pour l'analyse de ce type de mémoire.

Le contrôle des paramètres tels que : l'indice de réfraction, l'épaisseur, l'homogénéité de la couche photopolypeptide dans toutes les phases de fabrication d'une mémoire diffractive est stratégique pour la production de mémoires diffractives effectivement opérationnelles et de bonne qualité. Pour cela, dans ce chapitre nous appliquons donc la méthode proposée au chapitre 3 pour la caractérisation des couches de photopolypeptides au cours des différentes étapes de la création d'une mémoire diffractive.

Au début de ce chapitre nous présentons les résultats obtenus concernant la caractérisation de couches de photopolypeptides non exposées. Nous étudions, pour cela, certains paramètres agissant sur la réponse optique de ces couches : taux de sensibilisation, nature de la sensibilisation, conditions de conservation, et contrôle de l'épaisseur. Dans le deuxième paragraphe nous examinons, en utilisant plusieurs taux de dopage l'interaction de ces couches avec différentes énergies d'exposition photonique. Ensuite, nous analysons des structures diffractives formées sur des couches de photopolypeptides. Nous évaluons le profil de la modulation de l'indice de réfraction pour les différentes énergies d'enregistrement du composant diffractif. Le dernier paragraphe concerne une introduction à la caractérisation des réseaux multiplexés. Nous terminons par une application de la méthode proposée pour la caractérisation aussi complète que possible de mémoires diffractives que nous avons réalisées. En conclusion nous faisons la synthèse des résultats obtenus par la méthode que nous proposons pour caractériser quelques propriétés optiques de mémoires diffractives afin d'optimiser leur performance.

2 Caractérisation des couches de photopolypeptide non exposées

Les couches de polypeptide utilisées pour l'enregistrement diffractif sont naturellement insensibles à la lumière. Ce n'est qu'après dopage par un sensibilisateur photonique que les polypeptides deviennent de photopolypeptides sensibles à un certain spectre de la lumière. Les couches réalisées par ce type de matériau sont également sensibles à certaines conditions de préparation et de conservation telles que la température, l'humidité et la concentration du dopant. Nous utilisons deux processus de sensibilisation dont nous allons examiner les avantages et les inconvénients.

2.1 Matériau : du polypeptide au photopolypeptide.

D'un point de vue physico-chimique, les protéines peuvent être assimilées à des polymères construits à partir d'acides aminés associés dans une chaîne répétitive nommée la chaîne polypeptidique. Il existe dans la nature vingt acides aminés différents, tous se caractérisent par la présence d'un groupe acide carboxylique et d'une fonction amine lie à un même atome de carbone alpha. Les liaisons entre deux acides aminés sont à la base de tout enchaînement polypeptide **Figure 1**. La polymérisation des molécules d'acides aminés conduit à la formation d'une jonction, nommé la liaison peptidique CO-NH par réaction de condensation en libérant une molécule d'eau, présenté sur la **Figure 1**.

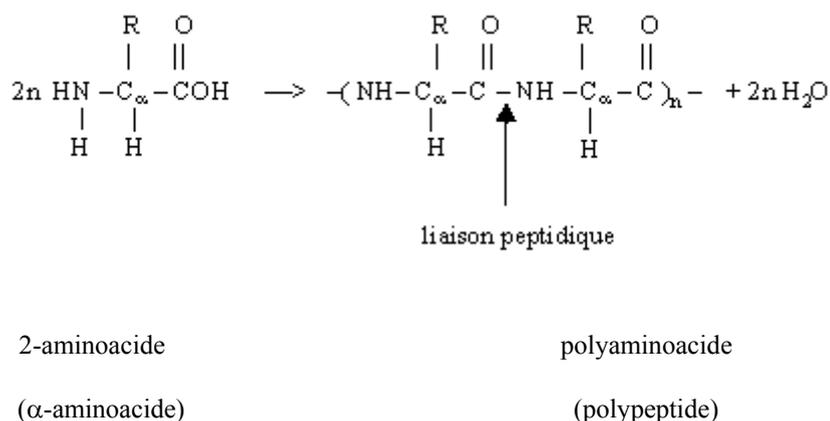


Figure.1 : Polymérisation des acides aminés

Les aminoacides sont des petites molécules comprenant un groupe carboxyle (COOH) et une amine (NH₂), liés entre eux par un groupement (R-C-H). Le carbone du (R-C-H) est nommé le carbone α ou C_α.

Le résidu R représente la partie variable, qui est différente d'un acide aminé à un autre. Le radical R, également appelé chaîne latérale, peut être un simple groupe d'hydrocarbure ou contenir de l'azote, de l'oxygène, du soufre et des anneaux de benzène. Bien qu'il existe plus de 500 acides aminés, seuls 20 sont présents dans les protéines naturelles. Certains acides aminés présentent des groupements acides ou basiques, d'autres, polaires neutres ou apolaires, certains sont formés de groupements aromatiques.

Les polypeptides purifiés d'origine biologique sont largement utilisés dans différents domaines en particulier en pharmacologie, chimie, et biotechnologie. Ils sont potentiellement aptes à subir des modifications qui vont changer leur comportement vis-à-vis des températures, des rayonnements.... Ce comportement spécifique associé à la possibilité d'être sous forme solide liquide, en gel exploitable en couche, permet de l'utiliser donc comme des polymères dotés de propriétés étendues. Ce biomatériau se comporte donc comme un polymère biologique qui présente des propriétés optiques particulières. Un polypeptide est aisément manipulable. L'adjonction réticulée des agents sensibilisateurs rendent certains polypeptides utilisables pour l'enregistrement diffractif de données.

Les polypeptides que nous avons choisi comme matériau pour réaliser des mémoires optiques diffractives sont d'origine animale¹¹. Ce matériau classé par sa pureté auprès de fournisseur, se présente sous forme de poudre. Il est dissous dans de l'eau distillée avec une proportion bien définie, la température de dissolution est de 40 °C. Pour qu'un polypeptide devienne photosensible un sensibilisateur spectral est ajouté. Le sensibilisateur le plus adapté est le bichromate d'ammonium mais d'autres sont possibles¹. Pour réaliser des couches destinées à l'enregistrement optique, on verse cette solution sur un substrat en verre sous la forme d'un film mince, puis on laisse sécher à la température ambiante à l'abri de la lumière pendant 24 heures.

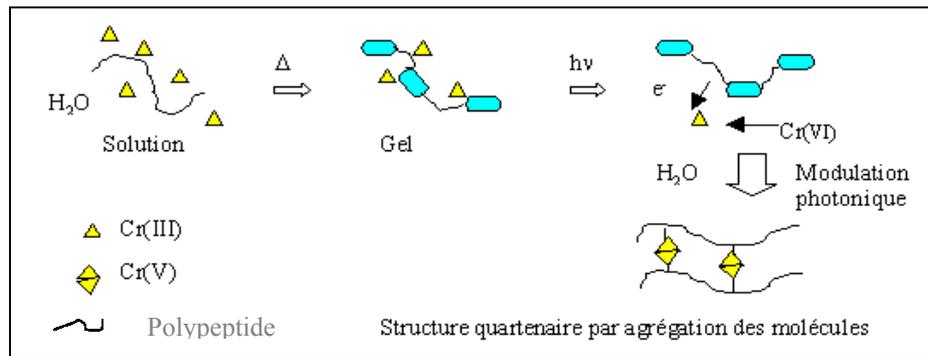


Figure 2 : Sensibilisation par l'adjonction de sel de chrome (VI) et impression photonique par exposition.

Après exposition au rayonnement photonique, le chrome +VI passe à l'état excité, et est réduit à l'état +III en présence des fonctions réductrices du milieu. Ces atomes de chrome ont une grande force de coordination. Ils peuvent lier beaucoup de chaînes de polypeptide par des groupes carboxyles et des groupes d'amines. Après un processus de développement les zones exposées sont insolubles ceci est probablement dû à la chélation des ions Cr^{3+} par des groupements chimiques de polypeptides qui contiennent les atomes O et N, ceci entraîne un changement local de l'indice de réfraction entre les parties exposées et les parties non exposées.

Une couche parfaite pour l'enregistrement optique est caractérisé par la qualité de l'enregistrement qu'elle pourra supporter, sa sensibilité énergétique, sa stabilité, sa résolution et sa reproductibilité. En revanche de nombreuses contraintes peuvent modifier la qualité fonctionnelle des couches de photopolypeptides, par exemple : la méthode de sensibilisation, le taux de sensibilisation, les conditions de température et d'humidité ainsi que l'énergie d'exposition.

2.1.1 La sensibilisation

Nous avons expérimenté deux méthodes de sensibilisation différentes : une méthode de sensibilisation dite 'en volume' qui consiste à mélanger, en même temps, le sensibilisateur et le polypeptide avant le couchage suivi d'un durcissement. Ce durcisseur est ajouté pour notamment améliorer la stabilité mécanique du matériau. Il peut être obtenu chimiquement par l'addition de certains agents comme le Formaldéhyde ou Gluturaldéhyde, par échauffement ou par effet de radiation ultra-violette qui entraîne la rupture de certaines liaisons chimiques donnant une structure plus stable. Une deuxième méthode est basée sur une sensibilisation après durcissement, qui consiste à sensibiliser le polypeptide après

couchage par un traitement avec une quantité de solution de bichromate d'ammonium suivi d'un échauffement à 150°C. Nous présentons ci-dessous les courbes **Figure 3** expérimentales donnant des intensités réfléchies pour deux couches sensibilisées différemment.

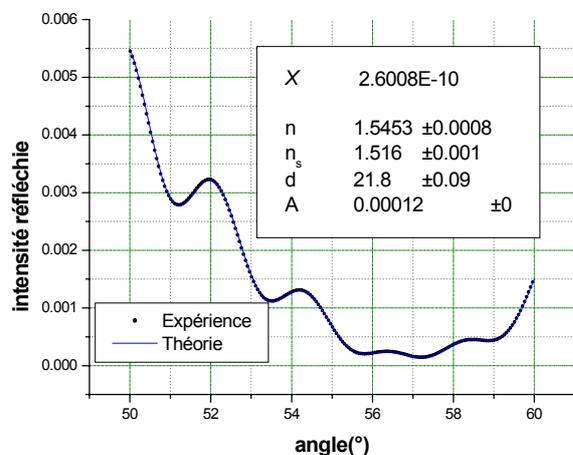


Figure a

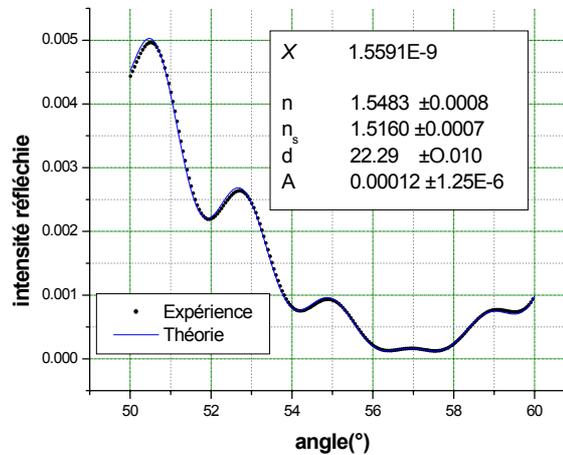


Figure b

Figure 3: Mesure par l'intensité réfléchie en mode TM de l'indice de réfraction et épaisseur de deux couches sensibilisées différemment avec 20%

a : avec une sensibilisation en volume, b : avec une sensibilisation après durcissement

Dans les deux cas, nous avons considéré pour l'interpolation des intensités réfléchies mesurées une expression analytique qui correspond à une couche homogène. Les valeurs de l'indice de réfraction pour les deux couches à sensibilisation égale sont relativement différentes. Les écarts quadratiques moyen $\chi_a \ll \chi_b$ montrent une approche plus homogène dans le cas de la sensibilisation en volume.

Ainsi la méthode de sensibilisation des couches de photopolypeptides peut influencer notablement sur leur qualité photonique. On peut s'affranchir particulièrement de ces contraintes en optimisant le durcissement.

2.1.2 Optimisation de la concentration du photosensibilisateur

Nous préparons une série d'échantillons avec des taux de dopage variant, suivant un protocole expérimental bien défini (sensibilisation en volume). Pour les différentes concentrations de dopant **Figure 4**, l'indice de réfraction et la sensibilité photonique changent comme nous allons voir prochainement. Cependant, au-delà d'une certaine concentration limite, égale à environ 25%, cette photosensibilité n'augmente plus et la qualité de diffraction diminue. Les données enregistrées se traduisent par des restitutions ayant un aspect laiteux. Ceci peut probablement s'expliquer par la formation d'une phase cristalline² et/ou par l'augmentation de la densité des agrégats, les réticulations devenant plus complexes. Nous avons mesuré expérimentalement les variations de l'indice de réfraction en fonction de pourcentage du sensibilisateur.

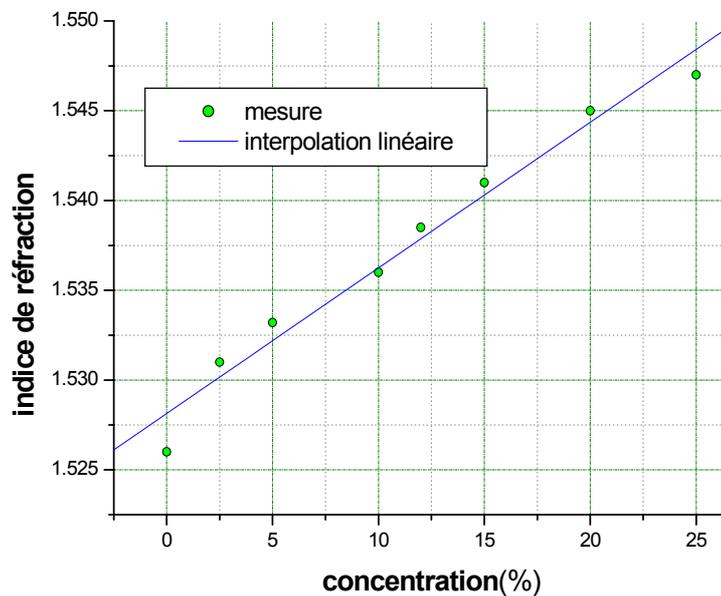


Figure 4: Indices de réfraction mesurés pour les différentes concentrations du chrome utilisées pour doper des couches de polypeptides non exposées

La courbe **Figure 4** montre une variation quasi linéaire de l'indice de réfraction en fonction de concentration pour des taux de sensibilisation avec une concentration $x < 25\%$ on peut écrire l'indice de réfraction de la façon suivante :

$$n = 1.5256 + 8.67 \cdot 10^{-4} x(\%) \quad (4-1)$$

Notre étude n'a pas porté sur des taux supérieurs à 25% pour les raisons exposées ci-dessus. Le choix d'une concentration optimale du dopant d'une couche de polypeptide va dépendre de la sensibilité énergétique et de la modulation de l'indice de réfraction maximal qui peuvent être effectivement atteints expérimentalement.

2.1.3 Optimisation des conditions de température et d'humidité.

Tous les polypeptides présentent un groupement polarisé, donc dans un environnement humide ces matériaux peuvent absorber une grande quantité d'eau. Les molécules d'eau seront retenues par ces groupements. Un autre phénomène est observé : même en absence de lumière si les couches de photopolypeptides sensibilisées sont laissées sans protection aux variations de température et d'humidité, on observe au bout de quelques jours un noircissement de la couche. Ce noircissement provient de la transformation du Cr^{+6} en Cr^{+3} . Nous avons caractérisé cette transformation et mesuré sa cinétique. Cette cinétique est définie par la variation de l'indice de réfraction en fonction du temps pour des couches de photopolypeptides déposées dans un endroit sombre. La première est protégée dans une boîte hermétique en présence d'une substance anti-humidité, la deuxième est non protégée des fluctuations de la température et de l'humidité du milieu ambiant **Figure 5**.

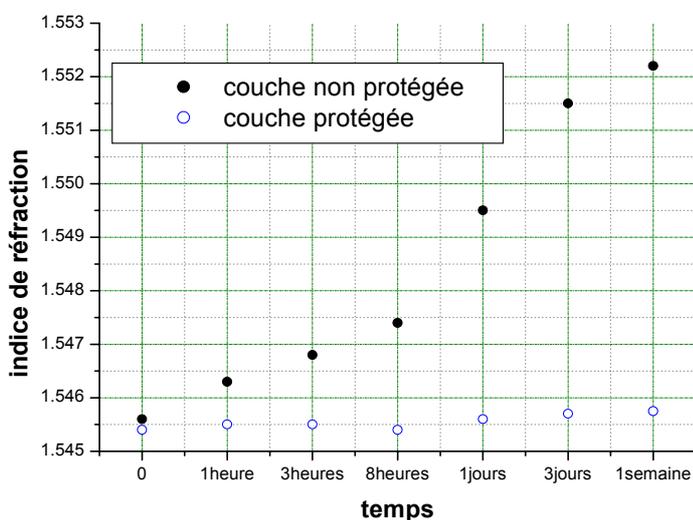


Figure 5: Evolution de l'indice de réfraction pour deux couches photosensibles l'une déposées dans le milieu ambiant sans protection et l'autre protégée dans une boîte hermétique en présence de substance anti-humidité

La sensibilité des photopolypeptides aux conditions de température et d'humidité est très importante **Figure 5**. Une couche de photopolypeptides laissée dans un milieu dont l'humidité est non contrôlée conduit inévitablement à la dégradation de sa qualité optique. Cette dégradation se traduit par le changement de son indice de réfraction associé à un gonflement dû à un piégeage des molécules d'eau. Pour éviter cela, nous conservons nos plaques avant l'exposition et même après développement dans une boîte hermétique et en présence de substance anti-humidité.

2.2 Homogénéité d'une couche de photopolypeptides

Selon les procédés de sensibilisation que nous utilisons, on peut obtenir des couches uniformément sensibilisées ou non. La sensibilisation en volume permet d'obtenir une bonne homogénéité. En revanche, cette uniformité dans le cas de sensibilisation après le couchage peut être significativement moins bonne si les conditions ne sont pas optimisées. La vitesse d'absorption, ainsi que le degré de durcissement de la couche sont des facteurs qui peuvent modifier l'homogénéité de la couche de photopolypeptides.

2.2.1 Cas de la sensibilisation après le couchage

Elle consiste à couler le polypeptide sous forme d'une couche de quelques microns sur un substrat en verre. Après durcissement puis échauffement nous la photosensibilisons en trempant la plaque après durcissement dans une solution de bichromate d'ammonium. Les variations expérimentales des indices de réfraction des deux interfaces en fonction du temps passé dans le bain de sensibilisation sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Temps de sensibilisation (s)	Indice de l'interface externe n_1	Indice de l'interface interne n_2	Différence d'indice $n_1 - n_2$
15	1.5333±0.0009	1.5292±0.0008	0.0041±0.0017
60	1.5382±0.0009	1.5352±0.0007	0.0030±0.0016
120	1.5443±0.0007	1.5431±0.0006	0.0012±0.0013
240	1.5465±0.0005	1.5457±0.0005	0.0008±0.0010
600	1.5472±0.0005	1.5463±0.0005	0.0009±0.0010

Tableau 1: Indices de réfraction mesurés pour quatre concentrations de chrome en utilisant la sensibilisation après durcissement.

Nous avons mis en évidence l'inhomogénéité qui peut être induite par ce type de sensibilisation. Il convient de noter que ces mesures extrêmes, ont été effectuées en durcissant excessivement les couches dans un bain de durcissement pendant quatre minutes pour mieux qualifier le phénomène.

Afin d'étudier l'effet de durcissement, nous avons réalisé plusieurs couches durcies chimiquement avant la sensibilisation. Le durcissement est réalisé en trempant ces plaques dans une solution de Gluturaldéhyde pure. Les différents taux de durcissement sont obtenus en variant le temps de présence de chaque plaque dans le bain durcisseur.

Nous avons ensuite sensibilisé toutes les couches de la même façon en utilisant un taux de sensibilisation qui correspond à 2 minutes dans le bain sensibilisateur. Le tableau 2 donne les variations des indices de réfraction aux interfaces, l'inhomogénéité est exprimée par n_1-n_2 en fonction du temps de durcissement. Ces résultats sont des résultats moyens effectués sur 12 plaques différentes.

Temps de Durcissement (s)	Indice de l'interface externe n_1	Indice de l'interface interne n_2	Différence d'indice $n_1- n_2$
15	1.5434±0.0007	1.5428±0.0006	0.0006±0.0013
120	1.5453±0.0006	1.5451±0.0006	0.0002±0.0012
240	1.5473±0.0006	1.5454±0.0005	0.0019±0.0011
360	1.5466±0.0008	1.5451±0.0006	0.0015±0.0014

Tableau 2: Indices de réfraction mesurés pour quatre temps de durcissements en utilisant la sensibilisation après durcissement.

Le durcissement excessif d'une couche de photopolypeptides selon ce procédé peut réduire considérablement la diffusion des atomes de l'agent sensibilisateur dans la couche. Ce qui signifie qu'il y aura moins d'agent sensibilisateur sur la couche interne par rapport à la couche externe, entraînant ainsi une réduction de la sensibilité relative des couches internes.

2.2.2 Cas de la sensibilisation en volume

Pour des raisons de facilité, et afin de réduire les étapes de fabrication des couches de photopolypeptides. Nous proposons une méthode de sensibilisation en volume, elle consiste à mélanger en même temps les agents sensibilisateurs et le polypeptide en volume. Après le couchage, une évaporation est effectuée à la température de 20°C. Les couches de photopolypeptides sont alors prêtes pour l'enregistrement optique. Cependant, un délai de conservation maximal de quelques jours doit être respecté dans des conditions de température stabilisée (20°C) et d'humidité contrôlée (inférieure à 40%). Les couches de photopolypeptides doivent être gardées à l'abri de la lumière. Le tableau 3 montre les résultats expérimentaux pour des couches sensibilisées en volume en donnant les deux indices de réfraction au niveau des deux interfaces de la couche en utilisant différents taux de sensibilisation.

Concentration de sensibilisateur	Indice de l'interface externe n_1	Indice de l'interface interne n_2	Différence d'indice $n_1 - n_2$
0%	1.5248±0.0010	1.5251±0.0007	-0.0003±0.0017
5%	1.5334±0.0006	1.5328±0.0006	0.0006±0.0012
20%	1.5493±0.0005	1.5491±0.0005	0.0002±0.0010

Tableau 3: Indices de réfraction mesurés pour trois concentrations de chrome pour une sensibilisation en volume de la couche de photopolypeptides.

Avec les différents taux de sensibilisation, les indices de réfraction mesurés pour les deux interfaces sont très proches, ce qui signifie une très bonne homogénéité des couches obtenues. Cependant, l'enregistrement diffractif optimal dans des couches de photopolypeptides nécessite encore quelques études complémentaires. L'addition de bichromate à une solution de polypeptide pendant la préparation contribue à la formation d'agrégats. La nature et la taille de ces agrégats peuvent affecter la sensibilité photonique des couches réalisées. Malgré sa bonne homogénéité. Nous avons remarqué que la reproductibilité des résultats par ce type de sensibilisation dépend fortement la température de mélange. La réponse d'une couche sensibilisée en volume est meilleure que celle d'une couche sensibilisée après durcissement pour des faibles taux de sensibilisateur (inférieur à 5%), alors que pour des grands taux de sensibilisation (supérieur à 5%) on observe l'inverse.

Une inhomogénéité est obtenue dans le cas d'une sensibilisation après durcissement. Elle augmente rapidement si le temps de durcissement est supérieur à deux minutes. Avec une sensibilisation en volume l'inhomogénéité est faible ou quasiment nulle par un mélange de l'ensemble (polypeptides-chrome) avant le couchage dans les conditions convenable de température, d'humidité, et de rayonnement. Elle est variable pour une sensibilisation après durcissement, elle dépend de la dureté de la couche qui augmente en fonction du temps de durcissement empêchant ainsi la diffusion du dopant dans la couche.

Dans toute la suite, nous utiliserons la méthode de sensibilisation après durcissement, en optimisant le temps de durcissement à deux minutes. Cela favorisera la sensibilisation des couches internes et minimisera l'inhomogénéité.

2.3 Contrôle de l'épaisseur de la couche de polypeptide

L'efficacité de diffraction ainsi que la capacité de stockage des mémoires diffractives sur photopolypeptide dépendent de la modulation de l'indice de réfraction et de l'épaisseur de la couche (voir chapitre 2). L'exploitabilité d'une mémoire diffractive nécessite donc un contrôle rigoureux de l'épaisseur de la couche. Plus l'épaisseur est grande plus la densité de données stockées augmente. Cependant, il existe une épaisseur maximale utilisable au-delà de laquelle la dispersion devient gênante.

Nous utilisons pour le couchage une méthode connue sous le nom 'gravity-settling'. Elle consiste à déposer un volume de solution sur le substrat par rotation de ce dernier. Il y aura un étalement uniforme de la solution sur le substrat.

Afin de vérifier l'uniformité de l'épaisseur des couches réalisées, nous mesurons l'épaisseur en cinq positions différentes sur une plaque de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ avec différentes méthodes.

Méthode interférométrique :

Les mesures interférométriques ont été effectuées au sein du laboratoire PHASE à Strasbourg dans l'équipe de P.C. Montgomery en utilisant la microscopie à saut de phase PSM. La microscopie à saut de phase est une technique optique fonctionnant en lumière monochromatique ou quasi-monochromatique. Le concept principal de la PSM^{3,4} consiste à déterminer, grâce aux équations de l'interférométrie, les caractéristiques optiques (n,d) d'un échantillon par l'intermédiaire de la phase d'un signal lumineux. Ceci peut être réalisé en introduisant des décalages de phases connus entre les deux faisceaux provenant respectivement de l'échantillon et d'un miroir de référence. Nous utilisons pour l'analyse des couches de photopolypeptides un mode discret pour introduire les décalages de phase avec un algorithme basé sur 5 sauts de phase de $\pi/2$. Cette approche permet un bon rapport précision-temps de calcul, elle est également peu sensible aux erreurs de sauts de phase.

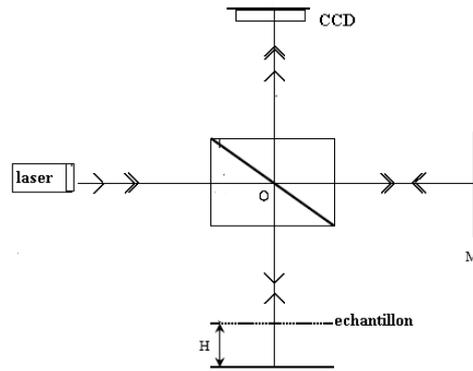


Figure 6 : Principe de base d'un interféromètre PSM

La couche de polypeptide est éclairée par une source monochromatique cohérente à travers un dispositif interférentiel. Le détecteur est une caméra CCD. Un support piézoélectrique permet de déplacer verticalement l'échantillon dans des positions correspondant à des sous-multiples de la longueur d'onde. La phase du front d'onde réfléchi est calculée pour chaque pixel.

L'intensité en un point de coordonnées (x,y) dans la figure d'interférence obtenue peut être exprimée par :

$$I_i(x,y) = I_0(x,y) [1 + \gamma_0 \cos(\phi(x,y) + \alpha)] \quad (4-2)$$

Avec α_i le décalage de phase introduit, $I(x,y)$ le carré de l'amplitude incidente, γ_i le facteur de visibilité des franges et, $\phi(x,y)$ la phase du signal qu'on cherche à calculer.

L'équation précédente comporte trois inconnues dont la phase $\phi(x,y)$ est à déterminer car elle contient l'information recherchée à savoir l'indice de réfraction et l'épaisseur de la couche.

Par l'acquisition de cinq interférogrammes avec des déphasages contrôlés de $\pi/2$ on peut exprimer la phase en un point (x,y) de la couche en fonction des intensités acquises en ce point (x,y) selon :

$$\phi(x,y) = \arctan\left(\frac{2 \cdot (I_2(x,y) - I_4(x,y))}{2 \cdot I_3(x,y) - I_5(x,y) - I_1(x,y)}\right) \quad (4-3)$$

$$\phi(x,y) = \frac{4\pi}{\lambda} n(x,y) \cdot d(x,y) \quad (4-4)$$

En connaissant l'indice de réfraction de la couche on peut déterminer son épaisseur. Cette méthode a été ensuite utilisée sur des couches de polypeptides non dopés. Les incertitudes sont dans ce cas plus grandes à cause d'un faible contraste des interférogrammes résultant d'une faible différence des indices de réfraction substrat – couche. Les méthodes interférométriques sont difficilement applicables pour mesurer les paramètres optiques pour des couches ayant des indices proches de celui du substrat.

Méthode utilisant un palpeur mécanique:

Nous avons utilisé un palpeur type (Tesa modul) équipé d' une pointe standard de rayon de courbure de 12,5 μm . Il permet de mesurer la différence d'épaisseur entre deux niveaux (substrat-surface de la couche supérieure). Parmi les inconvénients de ce système, en plus du caractère destructif de la mesure, on note la précision du palpeur que est de l'ordre de 10 % à cause de la valeur très élevée de la force de contact et le caractère "élastique " des couches de photopolypeptides.

Malgré cet inconvénient, le palpeur à base de stylet reste une technique de référence qui a montré son utilité depuis des dizaines d'années. Cette technique a été efficace pour la mesure des hauteurs de marches de micro composants diffractifs numériques sur du Silicium. En utilisant cette technique, nous avons effectué des mesures des épaisseurs sur différentes positions.

	Centre	Position1	Position2	Position3	Position4
d (μm) méthode proposée	22.43 \pm 0.08	21.76 \pm 0.08	22.04 \pm 0.08	21.98 \pm 0.08	22.10 \pm 0.08
d (μm) PSM	22.2 \pm 0.6	21.4 \pm 0.6	22.2 \pm 0.6	21.8 \pm 0.6	22.6 \pm 0.6
d (μm) palpeur TESA MODUL	22.7	22.3 \pm 1.0	23.2 \pm 1.0	22 \pm 1.0	20.4 \pm 1.0

Tableau 4: Comparaison des résultats expérimentaux de trois méthodes que nous avons utilisées pour déterminer l'épaisseur avec cinq positions de mesure sur une couche de polypeptides.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent la bonne uniformité de la couche réalisée. Les variations de l'épaisseur entre les différentes positions sont inférieures à un micromètre. Pour des couches non dopées la méthode interférométrique montre sa limite. En revanche la méthode proposée est efficace.

Nous sommes donc en mesure de préparer d'une façon contrôlée des couches de photopolypeptides en fixant le volume de solution versée et la vitesse de rotation pendant le couchage, en vu de les utiliser pour l'enregistrement d'information en mode diffractif. L'ensemble des étapes que nous avons pu voir et mesurer expérimentalement, la sélection des matériaux, la sensibilisation, le couchage, etc.. permettent de maîtriser les photopolypeptides pour une exploitation efficace dans la production de mémoires diffractives.

3 Caractérisation des couches de photopolypeptides exposées

Dans toute la suite nous opérons sur des couches de photopolypeptides élaborés selon le procédé suivant : après la dissolution du polypeptide dans de l'eau distillé à 40°C, la solution est versée avec une quantité bien définie sur une plaque en verre. Après évaporation pendant 24 heures à 20°C avec une humidité 40%, il se forme un film adsorbé sur la plaque. Dans ces conditions le film est cristallin². Un chauffage d'une heure à 150°C produit une déshydratation partielle et rend le film insoluble. La photosensibilisation se fait à l'abri de la lumière pour éviter une réduction photoinduite de l'agent dopant.

Après l'exposition, la plaque est traitée à l'aide d'un durcisseur chimique (Gluthéraldéhyde, Formaldéhyde) qui va rendre la couche de photopolypeptides totalement insoluble. Enfin, les constituants qui n'ont pas réagi sont lavés pendant le développement dans des bains d'eau distillée à concentration en alcool croissante.

Un vernissage final de la surface de la couche est utile pour une bonne préservation vis-à-vis de l'humidité qui est susceptible d'altérer les enregistrements diffractifs.

3.1 Exposition à un seul faisceau

Avant de traiter le cas des couches diffractives correspondant à l'exposition à deux faisceaux, nous allons tout d'abord présenter quelques résultats provenant de l'exposition d'une couche de photopolypeptides à un seul faisceau. Après l'exposition de la couche sensibilisée, nous avons observé, selon l'intensité de l'énergie, un 'noircissement' des zones exposées, ce qui peut s'expliquer par un changement local de l'indice de réfraction (pour un milieu diélectrique), permettant ainsi un enregistrement optique des données. La plupart des matériaux photosensibles sont fortement non linéaires pour de hautes expositions. On peut définir une énergie seuil au-delà de laquelle l'indice de réfraction ne change plus même si on augmente davantage l'énergie d'exposition. Ce seuil est appelé habituellement, l'énergie de saturation. Dans ce paragraphe nous allons déterminer expérimentalement cette énergie de saturation ainsi que l'allure de l'indice de réfraction (n) en fonction de variation de l'énergie d'exposition pour les photopolypeptides que nous avons considérés.

On trouve dans la littérature^{5,6}, une expression simple traduisant cette non-linéarité pour les fortes expositions de matériaux photosensibles :

$$n(E)=n(E_0)+\Delta n(E_S)(1-\exp(-A\cdot E)) \quad (4-5)$$

$n(E)$ est l'indice de réfraction qui correspond à une énergie d'exposition E , $n(E_0)$ est l'indice de réfraction avant l'exposition ($E_0=0$), $\Delta n(E_S)=n(E \geq E_S)-n(E_0)$ est la modulation maximale de l'indice de réfraction, A est une constante positive qui dépend des caractéristiques physico-chimiques de la couche.

Nous avons préparé plusieurs plaques revêtues de couches de photopolypeptides en utilisant trois concentrations en chrome 5%, 15% et 20%. Nous avons ensuite mesuré l'indice de réfraction après le développement, pour des énergies d'exposition variant de 0 à 2000 mJ/cm² pour chaque cas de concentration.

Les résultats expérimentaux sont présentés par les courbes de la **Figure 7**.

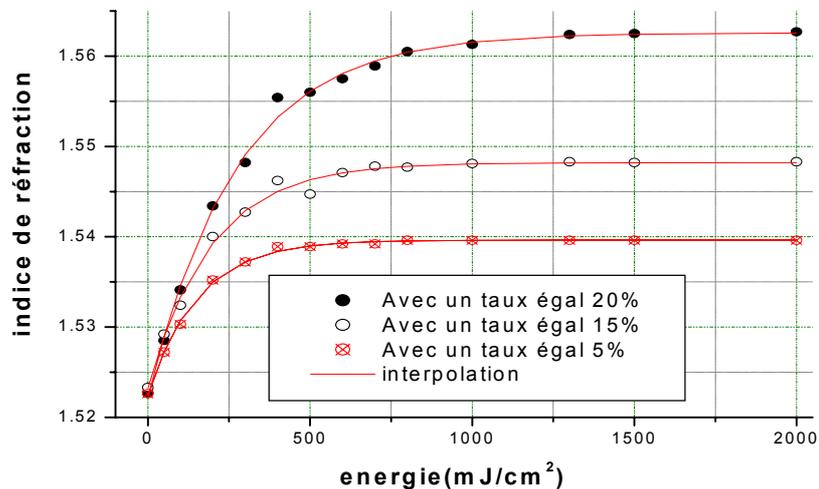


Figure 7: Approche théorique des indices de réfraction mesurés après le développement en fonction de l'énergie d'exposition en utilisant l'expression (4-5) pour trois concentrations de sensibilisateurs.

Nous avons ensuite, interpolé l'ensemble des points mesurés en utilisant l'expression (4-5) (voir figure 7). Les équations obtenues pour les différents taux de sensibilisation sont présentées par les relations ci-dessous :

$$\text{Pour un taux de 20\%} \quad n(E)=1.5227+0.04(1-\exp(-0.0034\cdot E)) \quad (4-6)$$

$$\text{Pour un taux de 15\%} \quad n(E)=1.5233+0.025(1-\exp(-0.005\cdot E)) \quad (4-7)$$

$$\text{Pour un taux de 5\%} \quad n(E)=1.5226+0.017(1-\exp(-0.0065\cdot E)) \quad (4-8)$$

A partir de ces relations nous pouvons prédire l'indice de réfraction obtenu avec un taux de sensibilisation donné et une énergie d'exposition donnée. On note que $\Delta n(E_S)$, les énergies de saturation.

La sensibilité photonique est définie comme la dérivée de l'indice de réfraction en fonction de l'énergie. Ces deux dernières augmentent avec l'augmentation du taux de sensibilisation.

Dans le cas de l'enregistrement de composant diffractif, compte tenu de la non-linéarité de la réponse des photopolypeptides, le profil de l'indice enregistré, ne peut pas être un transfert exact de modulation sinusoïdale des franges d'interférence. Une sur-exposition peut alors se traduire par une saturation de l'indice de réfraction dans les parties exposées, alors qu'une sous-exposition conduit à un « aplatissement » de l'indice de réfraction dans les parties non exposées. Les parties linéaires sont souvent les zones les plus utiles pour réaliser des composants diffractifs avec une bonne efficacité de diffraction. La qualité de l'enregistrement d'un profil d'interférence dépend à la fois, du taux de sensibilisation et de l'énergie d'exposition. Plus le taux de sensibilisation augmente plus la sensibilité photonique croît, plus l'énergie nécessaire pour obtenir l'enregistrement d'un profil correspondant à une sur-exposition augmente.

Nous allons analyser, dans le paragraphe suivant, l'effet de différentes valeurs de l'exposition sur les composants diffractifs réalisés.

3.2 Caractérisation des composants diffractifs de transmission

Les photopolypeptides, sont fortement non linéaire dans leur réponse à des énergies d'expositions élevées, comme cela a été montré au paragraphe précédent. L'influence de la forme effective du profil de modulation de l'indice de réfraction dans un composant diffractif revêt une grande importance pour l'optimisation des composants diffractifs en général et des mémoires diffractives en particulier.

3.2.1 Etude numérique du profil de modulation de l'indice de réfraction dans les composants diffractifs.

Dans le cas de l'enregistrement d'un hologramme de phase, la figure d'interférence est inscrite dans la couche de photopolypeptides sous la forme d'une modulation de l'indice de réfraction. Dans le but de déterminer l'influence du profil de cette modulation sur l'efficacité de diffraction ainsi que sur la bande passante angulaire (BP) dans le cas des réseaux diffractifs de volume, nous avons considéré trois profils correspondant à trois cas d'exposition (sous-exposition, sur-exposition ou exposition optimale). Ce profil dans ces trois cas est une fonction linéaire périodique. Il peut être décomposé en série de Fourier :

$$n = \sum_{p=0}^N A_p \cos(p\theta) + B_p \sin(p\theta) \quad (4-8)$$

Où $A_p = \Delta n a_p$ et $B_p = \Delta n b_p$, Δn étant la modulation de l'indice de réfraction, et a_p et b_p sont respectivement les coefficients de Fourier des composantes cosinusoïdales, et sinusoïdales.

- Pour un profil d'indice qui correspond à une sous-exposition **Figure 8a** on considère une décomposition de troisième ordre tel que : $a_1=1, b_1=1, a_2=0, b_2=0.7, a_3=-0.13$ et $b_3=0.13$
- Pour une exposition optimale le profil d'indice est parfaitement sinusoïdale **Figure 8b** on considère une décomposition de troisième ordre tel que : $a_1=1, b_1=1, a_2=0, b_2=0, a_3=0$ et $b_3=0$
- Pour un profil d'indice qui correspond à une sur- exposition **Figure 8c** on considère une décomposition de troisième ordre avec : $a_1=1, b_1=1, a_2=0, b_2=-0.7, a_3=-0.13$ et $b_3=0.13$

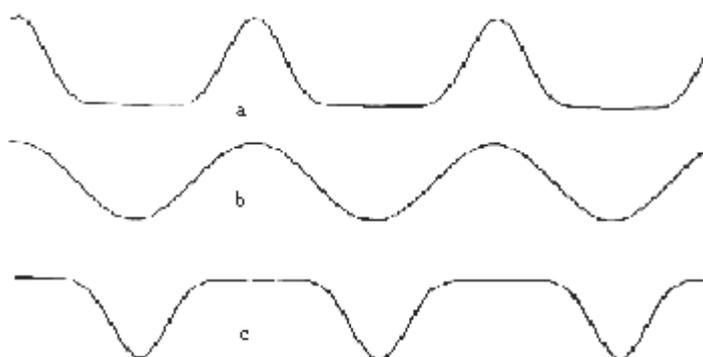


Figure 8 : Allure de certains profils de modulation de l'indice de réfraction enregistrés en fonction de l'énergie d'exposition (a :faible, b :optimale, c :forte).

Il existe également des profils intermédiaires correspondant à des énergies d'exposition intermédiaires.

Dans cadre de ses travaux, Mechahougui⁷ a utilisé 'la théorie alternative pour l'analyse de la diffraction dans les milieux modulés' (voir chapitre 2) en considérant les différents profils (a, b et c), il a pu montrer leur influence, d'une part sur l'efficacité de diffraction et d'autre part sur la bande passante angulaire (BP). Nous présentons dans la figure ci-dessous (**Figure 9**) les résultats numériques obtenus concernant les variations de l'efficacité de diffraction dans les cas des trois profils a, b, et c.

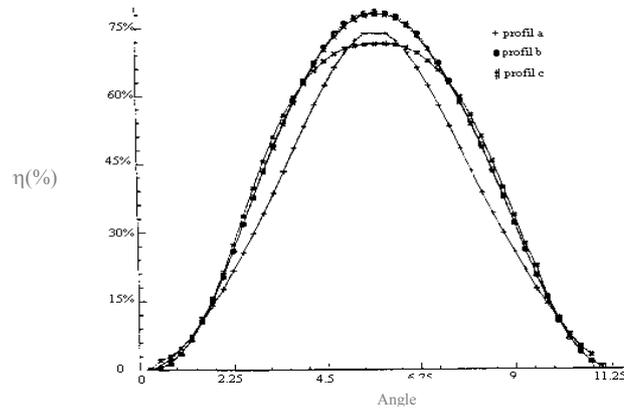


Figure 9: Courbes théoriques de l'efficacité de diffraction de l'ordre +1 en fonction de l'angle d'incidence pour les trois profils (a, b et c) on considère le cas où $\xi=0.2$; $kd=130$ et $\varepsilon=0.02$

Les courbes de diffraction présentées montrent que la bande passante associée à la modulation de l'indice augmente avec l'exposition photonique. On note 'une faible' bande passante (BP) dans le cas des sous-expositions. Dans le cas du multiplexage angulaire ce calcul s'avère particulièrement intéressant. En effet, on cherche, dans ce cas, que tous les paquets enregistrés aient une faible BP, afin d'augmenter le nombre de paquets multiplexés tout en réduisant leur "chevauchement" pendant la lecture. L'efficacité de diffraction atteindra sa valeur maximale uniquement si le profil de modulation de l'indice est purement sinusoïdal. Ces résultats ont été validés expérimentalement, par A.Mejahed ⁸

En considérant les trois profils a, b et c, nous avons essayé de déterminer théoriquement les valeurs optimales de n_1d (n_1 : amplitude de modulation de l'indice, d : épaisseur) pour que chaque profil permette d'obtenir une grande efficacité de diffraction et une bonne sélectivité angulaire. D'après la théorie des ondes couplées, l'efficacité de diffraction dépend du produit n_1d . Nous avons constaté que pour un profil d'indice qui correspond à une sous-exposition le maximum d'efficacité de diffraction est obtenu uniquement si $n_1d < \lambda/\pi$. Pour un profil sinusoïdal, le maximum de l'efficacité de diffraction est obtenu pour $1.15\lambda/\pi < n_1d < 1.25\lambda/\pi$. alors que, pour un profil d'indice obtenu par sur-exposition, le maximum de l'efficacité est atteint si $1.25\lambda/\pi < n_1d < 2\lambda/\pi$ **Figure 10.**

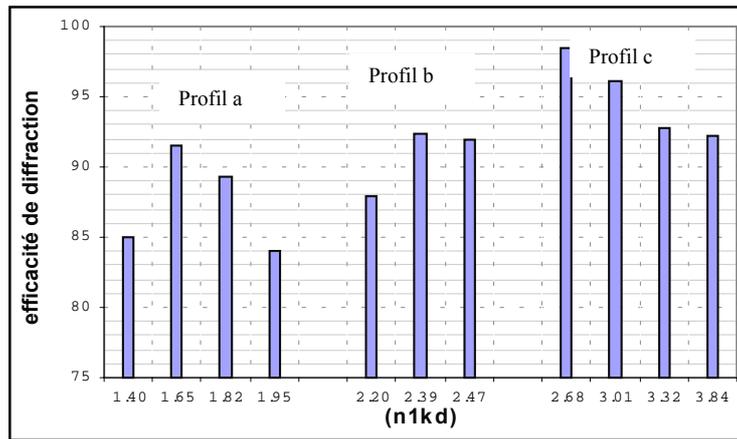


Figure 10: Résultats numériques des efficacités de diffraction optimales, pour les trois profils a, b et c. selon les valeurs (n_1kd)

Ces résultats ont été également vérifiés par les tracés de l'efficacité de diffraction en fonction de la quantité (kd) pour une valeur fixée de l'amplitude de modulation de l'indice de réfraction ⁷.

Cette étude numérique valide l'influence du profil modulation de l'indice de réfraction sur les courbes d'efficacité de diffraction en fonction de l'angle d'incidence (à l'angle de Bragg).

3.2.2 Principe de la caractérisation

Pendant l'enregistrement d'un composant diffractif, selon l'énergie d'exposition, trois cas sont possibles: sur- exposition, sous- exposition ou exposition optimale. Pour la caractérisation des composants diffractifs de transmission, nous allons utiliser la méthode de résonance des couches minces que nous proposons et qui est décrite au chapitre3, pour évaluer le profil d'indice de réfraction. Nous opérons par la mesure de l'indice de réfraction moyen de l'interface air-couche exposée **Figure 11**. Cette approche convient bien à des structures diffractives enregistrées par deux faisceaux symétriques. De bons résultats sont obtenus aussi avec des structures diffractives enregistrées par des faisceaux non symétriques (typiquement(0°-30°)).

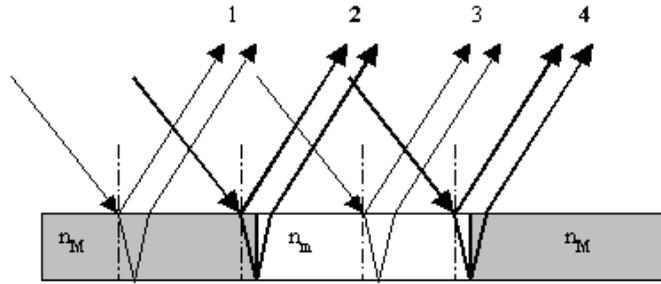


Figure 11: Réflexions utiles générées par un composant diffractif de transmission

L'utilisation de la méthode de résonance des couches minces pour la caractérisation des composants diffractifs a déjà fait l'objet de plusieurs travaux⁸.

Rappelons que cette méthode de mesure n'est pas rigoureuse de façon globale. Cependant les résultats obtenus permettent de tirer quelques conclusions utiles sur le profil de modulation de l'indice de réfraction inscrit dans la couche photosensible. Les résultats obtenus ont été confirmés par d'autres méthodes plus rigoureuses, comme la théorie des ondes couplées, la méthode décrite A.Mejahed(page 47)⁸, ou également des méthodes destructives incontestables comme l'utilisation d'un palpeur standard de type (Tesa-Modul)pour mesurer les épaisseurs des hologrammes. La simplicité du modèle que nous proposons et le fait que l'écriture, la lecture et la caractérisation de la mémoire diffractive peuvent se faire à partir du même dispositif expérimental sont des atouts de notre méthode.

Nous écrivons l'expression de l'intensité réfléchie par l'interface air-couche diffractive en fonction des coefficients de réflexion de Fresnel correspondant à chaque zone (exposée, non exposée) par:

$$R_{interf} = \left(p \left(\frac{n(x,y)}{n_M} \right) \cdot r_0(n_M) + q \left(\frac{n(x,y)}{n_M} \right) \cdot r_0(n_m) \right)^2 \quad (4-9)$$

Avec, $0 \leq q \leq 1$ et $p + q = 1$; $p = 1$ si la couche est uniformément exposée avec un seul faisceau, aucun profil d'interférence n'est enregistré.

Les deux coefficients p et q dépendent uniquement de la réponse du matériau aux énergies d'exposition. L'allure de $p = p(E)$ est identique à celle donnée par l'équation (4-5), alors que celle de q est donnée à partir $1 - p(E)$.

Cas d'une très forte exposition : p tend vers 1 donc $R_{interf} \Rightarrow R_{interf}(n_M)$

Cas d'une très faible exposition : q tend vers 1 donc $R_{interf} \Rightarrow R_{interf}(n_m)$

Cas d'une exposition optimale : $p=q=0.5$ donc $R_{interf} \Rightarrow R_{interf}((n_M+n_m)/2)$

Pour valider ce principe de caractérisation, nous avons réalisé deux séries de mesure : dans la première série, des couches de photopolypeptides, sensibilisés avec 20% de chrome, sont exposées uniformément avec un seul faisceau dont l'énergie varie entre 0 et 2000mJ/cm². Dans la deuxième série, des couches identiques sont exposées à deux faisceaux, ce qui correspond à l'enregistrement d'un composant diffractif de type hologramme de transmission avec un rapport égal à 1, c'est-à-dire que les faisceaux objet et référence ont les mêmes énergies. Cette énergie varie également entre 0 et 2000mJ/cm². Nous avons ensuite mesuré pour chaque énergie l'indice de réfraction de l'interface externe (air-couche) dans le cas des composants diffractifs et l'indice moyen dans le cas des couches uniformément exposées. Dans un premier temps, nous avons effectué les mesures sur des couches exposées et non développées afin d'éviter la non-linéarité qui peut être introduite par le développement.

Le courbe de la **Figure 12** donne des résultats expérimentaux exprimant les variations de l'indice de réfraction en fonction de l'énergie d'exposition dans le cas d'un composant diffractif ainsi que dans le cas d'une couche uniformément exposée avec un seul faisceau.

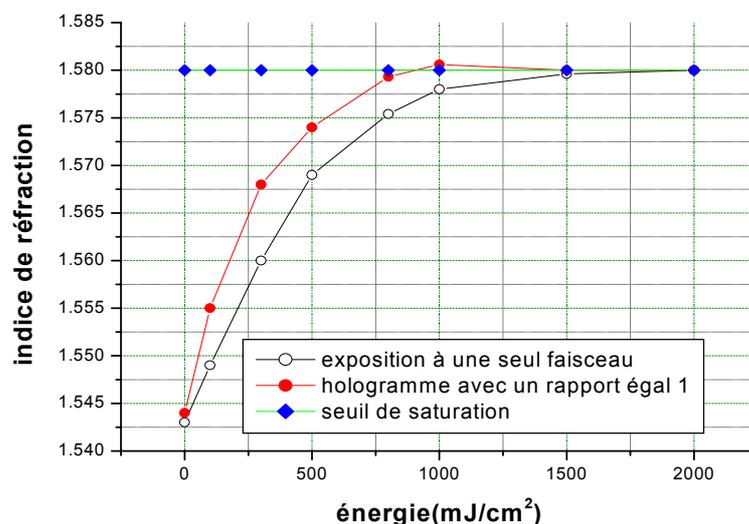


Figure 12: Mesure de l'indice de réfraction pour les différentes énergies d'exposition Pour une plaque sensibilisée à 20%, les faisceaux objet et référence ont la même énergie

Ces deux courbes ont la même allure: il existe une zone linéaire et une limite de saturation. En revanche la sensibilité photonique dans le cas d'un composant diffractif est plus grande que dans le cas d'une couche exposée avec un seul faisceau. On note également que l'indice de réfraction de saturation est pratiquement identique dans les deux cas. Cependant, à ce stade on ne peut pas encore donner une conclusion définitive concernant l'amplitude des modulations de l'indice de réfraction.

3.2.3 Caractérisation des couches diffractives pour différentes expositions

3.2.3.1 Mesure des paramètres optiques et géométriques d'une couche diffractive de transmission

Nous présentons dans la **Figure 13** à titre d'exemple, les mesures des paramètres optiques (n, d) pour un composant diffractif de transmission de phase réalisé en utilisant l'interférence de deux ondes planes avec un angle d'enregistrement référence-objet égale à 45, avant et après le développement, avec une énergie d'exposition égale à 500 mJ/cm²

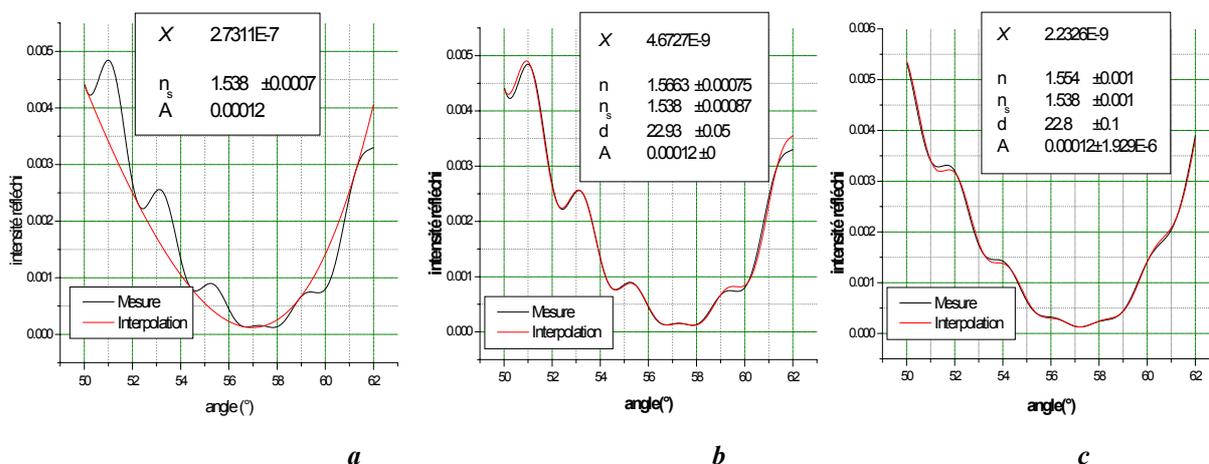


Figure 13: Exemple de mesure des paramètres (n, n_s, d) pour un hologramme enregistré avec 500mJ/cm² avant et après le développement en utilisant la méthode développée au chapitre 3, a : mesure de n_s , b : mesure (n, d) avant le développement, c : mesure (n, d) après le développement.

La correspondance entre les courbes théorique et expérimentale n'est pas parfaite mais elle est satisfaisante (la fonction χ est de l'ordre $4.7e^{-9}$ avant le développement et de l'ordre $2.2e^{-9}$ après développement). L'indice de réfraction du substrat correspond à celui mesuré avant le couchage $n_s=1.5385\pm 0.00056$. Nous avons ensuite mesuré les épaisseurs au cours des trois étapes de réalisation de l'hologramme en comparant les résultats de la méthode que nous

proposons avec d'autres méthodes comme la méthode interférométrique à saut de phase PSM, et une technique autre utilisant un palpeur standard de type (Tesa-modul).

	Méthode proposée	PSM	Palpeur
d(μm) avant l'exposition	22.3±0.08	22.53±0.6	22.5±1.0
d(μm) après l'exposition	22.93±0.1	22.64±0.6	23.3±1.0
d(μm) après développement	22.81±0.1 ?	20.5±0.6 ?	23.1±1.0

Tableau 5 : Mesure de l'épaisseur d'un composant diffractif au cours des trois étapes de sa réalisation en utilisant trois méthodes

Sur des couches sensibilisées avec une solution 20% de sel de chrome, nous avons réalisé plusieurs composants diffractifs enregistrés en sur-exposition, en sous-exposition, et en exposition optimale, dans chaque cas, nous avons effectué des comparaisons des indices de réfraction de l'interface air- composant mesurés dans le cas de la saturation, dans le cas correspondant à la non-exposition et, dans le cas une exposition moyenne. Nous avons effectué les mesures dans chaque cas sur plusieurs plaques afin d'obtenir une mesure moyennée et réduire les erreurs qui peuvent être introduite pendant les processus de développement et d'enregistrement, ainsi que les caractéristiques intrinsèques qui peuvent être différentes d'une couche à une autre.

3.2.3.2 Cas des fortes expositions

Nous avons enregistré trois éléments diffractifs de transmission par exposition de la couche de photopolypeptides à deux ondes planes ayant des densités d'énergies égales à 900, 1200 puis 1500mJ/cm². L'angle entre le faisceau objet et le faisceau référence est fixé à 45°.

Les mesures sont effectuées sur des plaques justes après l'exposition puis après le développement **Figure 14** en utilisant le protocole cité dans le chapitre3. Nous éliminons totalement les réflexions qui proviennent de l'interface arrière du substrat pendant l'enregistrement. Le processus de développement est normalisé d'une plaque à une autre.

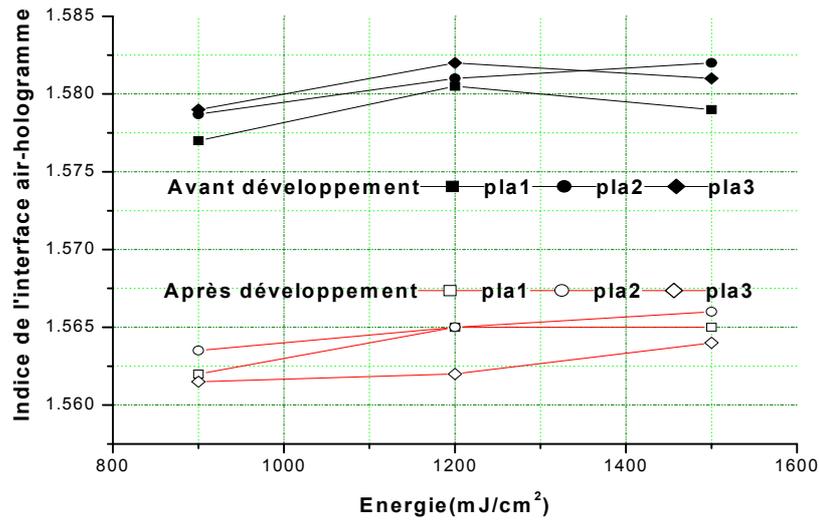


Figure 14: Résultats expérimentaux donnant l'indice de réfraction de l'interface air-couche de photopolymères mesuré en fonction de l'énergie appliquée avant et après le développement

		900 mJ/cm ²	1200 mJ/cm ²	1500 mJ/cm ²
Exposition Avant Développement	n	1.5785±0.0008	1.5793±0.0008	1.5806±0.0008
	n _{saturation}	1.5807±0.0006	1.5807±0.0006	1.5807±0.0006
Exposition Après Développement	n	1.5631±0.0008	1.5638±0.0008	1.5652±0.0008
	n _{saturation}	1.5656±0.0006	1.5656±0.0006	1.5656±0.0006

Tableau 6: Mesures de l'indice de réfraction moyen sur 3 plaques de photopolymères en fonction de l'exposition avant et après le développement

Pour les composants diffractifs réalisés avec des énergies proches de celle de la saturation (égale à environ 1300mJ/cm²) les indices de réfraction de l'interface air-couche sont de plus en plus proche à celui de la saturation. C'est dire que le coefficient p de l'équation (4-9) tend vers 1.

3.2.3.3 Cas des faibles expositions

Dans cadre de l'étude du comportement photonique (détermination de la sensibilité énergétique, de la saturation dans le cas du multiplexage angulaire,.....) de couches de photopolymères pour une exposition à des faibles énergies, nous évaluons les changements de l'indice de réfraction de l'interface air-couche pour des faibles énergies d'exposition.

Avec des énergies d'exposition inférieure de 50 mJ/cm^2 , nous avons mesuré l'indice de réfraction de l'interface externe de la couche diffractive pour chaque énergie en comparant celui-ci avec celui d'une couche non exposée (n_0)

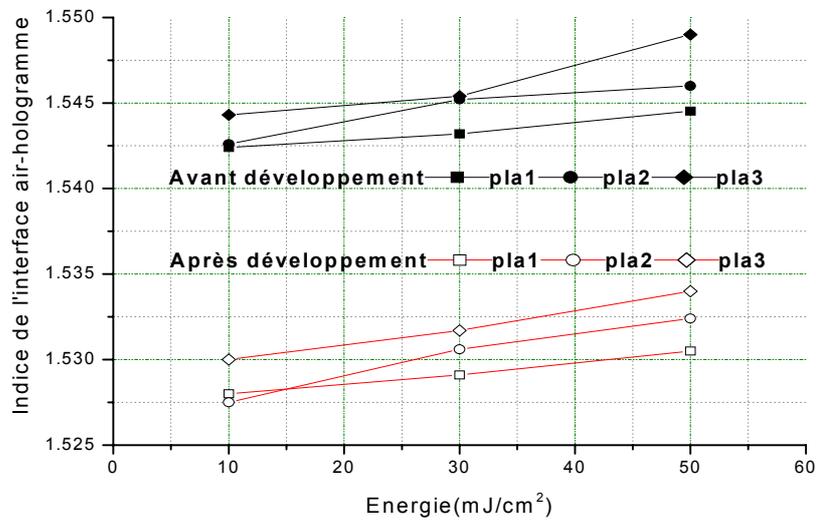


Figure 15: Résultats expérimentaux des mesures de l'indice de réfraction en fonction de l'énergie pour trois couches diffractives différentes

		10 mJ/cm^2	30 mJ/cm^2	50 mJ/cm^2
Exposition Avant Développement	n	1.5426 ± 0.0008	1.5436 ± 0.0008	1.5457 ± 0.0008
	n_0	1.5420 ± 0.0007	1.5420 ± 0.0007	1.5420 ± 0.0007
Exposition Après Développement	n	1.5267 ± 0.0008	1.5288 ± 0.0008	1.532 ± 0.0008
	n_0	1.5274 ± 0.0007	1.5274 ± 0.0007	1.5274 ± 0.0007

Tableau 7: Mesures de l'indice de réfraction moyen sur 3 plaques en fonction de l'énergie d'exposition avant et après le développement

Pour des faibles expositions (inférieures de 10 mJ/cm^2) les indices de réfraction mesurés que ce soit juste après l'exposition ou après le développement sont très proches de ceux correspondant à une couche non exposée. Ceci peut s'expliquer par la faible sensibilité de la couche de photopolypeptides en réponse à cette plage d'énergie et par un profil modulation de l'indice de réfraction de type (a) pour des énergies les plus élevées.

3.2.3.4 Cas des expositions optimales

D'après la courbe de caractéristiques des variations de l'indice de réfraction en fonction de l'énergie d'exposition, nous pouvons identifier la zone linéaire de variation de l'indice de réfraction pour des énergies d'exposition variant entre 100 mJ/cm² et 700mJ/cm². Pour cela nous avons réalisé une série de composants diffractifs avec différentes énergies d'exposition en comparant l'indice de réfraction mesuré dans chaque cas avec l'indice de réfraction qui correspond à la moitié de la partie linéaire de la courbe $n=f(E)$ pour une couche de polypeptides sensibilisée avec 20% de chrome.

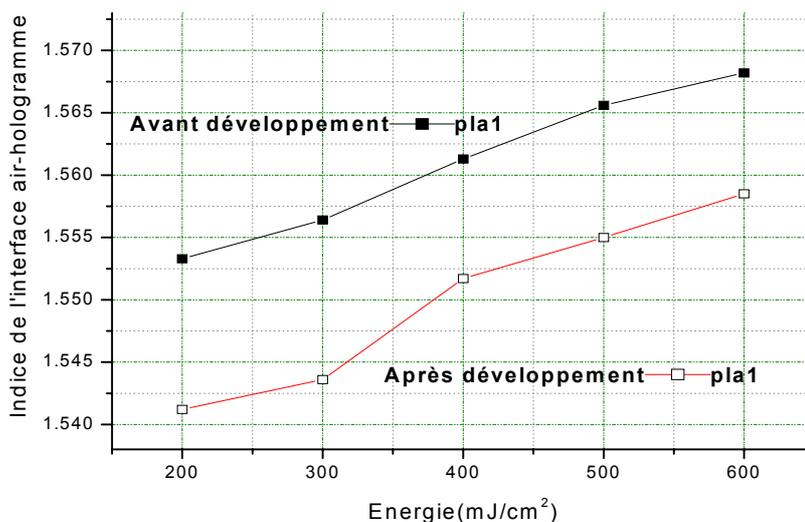


Figure 16: Résultats expérimentaux donnant les variations de l'indice de réfraction de l'interface externe de la structure diffractive en fonction de l'énergie d'exposition avant et après développement

		200 mJ/cm ²	300 mJ/cm ²	400 mJ/cm ²	500 mJ/cm ²	600 mJ/cm ²
Exposition Avant Développement	n	1.5533±0.0008	1.5564±0.0008	1.5613±0.0008	1.565±0.00086	1.5682±0.0008
	n _{moy}	1.5610±0.0008	1.5610±0.0008	1.5610±0.0008	1.5610±0.0008	1.5610±0.0008
Exposition Après Développement	n	1.5412±0.0008	1.5436±0.0008	1.5517±0.0008	1.555±0.0008	1.5589±0.0008
	n _{moy}	1.5465±0.0008	1.5465±0.0008	1.5465±0.0008	1.5465±0.0008	1.5465±0.0008

Tableau 8: Mesures de l'indice de réfraction pour des composants diffractifs de transmission réalisée sur une plaque en verre en fonction de l'énergie d'exposition avant et après le développement

Nous constatons que l'évolution de l'indice de réfraction de l'interface air- hologramme en fonction des énergies d'exposition se traduit par une courbe ayant une allure identique à celle obtenue à partir de l'équation (4-5). Le profil de cet indice varie peu pour une faible énergie d'exposition (selon le taux de sensibilisation) jusqu'au niveau de la saturation (profil c).

L'enregistrement est supposé avoir un profil quasi- sinusoïdal pour une énergie d'exposition égale à 400 mJ/cm^2 . Les efficacités de diffraction ont été mesurées pour les hologrammes enregistrés avec les énergies 200, 400, 500 ,900 mJ/cm^2 .

3.2.3.5 Mesure de l'efficacité de diffraction

Pour ces différents domaines d'exposition nous avons mesuré pour quelques composants diffractifs leur efficacité de diffraction dans les conditions de Bragg. Cette analyse du premier ordre de diffraction permet de vérifier si le profil de modulation correspond bien à nos résultats antérieurs. On observe une efficacité de diffraction maximale (proche de 90%) pour une énergie d'exposition de 400 mJ/cm^2 . Pour des énergies d'exposition légèrement supérieures (500mJ/cm^2) cette efficacité de diffraction commence à diminuer mais reste toujours importante ($>70\%$). Pour des énergies plus faibles l'efficacité de diffraction diminue également. Pour une énergie très faible (30mJ/cm^2) il n'y a quasiment pas de diffraction notable. Alors que pour des énergies supérieures 900mJ/cm^2 , l'efficacité de diffraction chute (de l'ordre de 30% pour 900mJ/cm^2) la bande passante s'élargit, et les lobes secondaires deviennent plus grands.

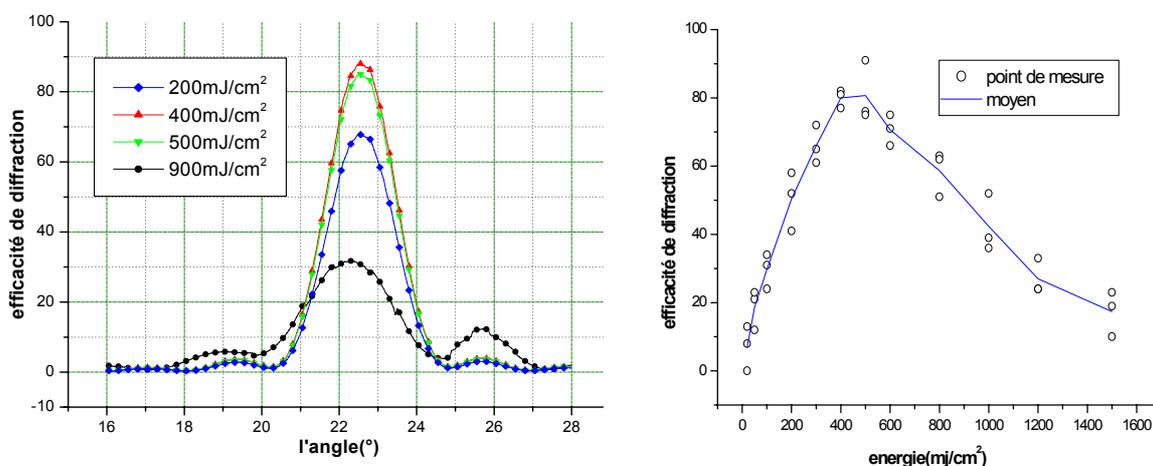


Figure 17: (à gauche) Efficacité de diffraction mesurée pour des hologrammes réalisés avec des énergies 200,400,500,900 mJ/cm^2 , (à droite) l'efficacité de diffraction en fonction de l'énergie d'enregistrement pour plusieurs couches de polypeptides.

D'après la théorie de Harthong ¹², en considérant les profils a, b, et c, ainsi que les résultats cités auparavant **Figure 9** nous pouvons conclure que l'efficacité de diffraction est maximale pour un profil sinusoïdal. Nous pouvons aussi conclure que l'efficacité de diffraction mesurée pour les différents composants diffractifs atteint un maximum pour une énergie d'exposition

égale à $400\text{mJ}/\text{cm}^2$, ceci est en accord avec ce que nous avons pu déterminer auparavant avec la méthode proposée.

4 Optimisation d'une mémoire diffractive multiplexée

4.1 Système d'enregistrement

Afin de disposer de référence "normalisée" pour les mémoires diffractives à base de photopolypeptides, nous avons considéré une couche de polypeptides obtenue avec un taux de sensibilisation en chrome égale à 20%.

- Nous enregistrons les hologrammes au voisinage du plan focal d'une lentille. Ceci permet d'écrire plusieurs hologrammes de Fourier de faibles dimensions qui seront côte à côte sur le même support, on parle alors d'un multiplexage spatial.
- Nous enregistrons sur chacun des « points » de Fourier plusieurs pages (paquets), pour lesquels l'angle du faisceau de référence avec la normale varie, on parle alors d'un multiplexage angulaire.

Le montage expérimental est décrit par la **Figure 18**. Ce montage comprend un laser à argon 514.5nm, un cube séparateur, deux filtres spatiaux, deux systèmes de focalisation, un miroir rotatif et un système multiangulaire de miroirs références, un goniomètre sur lequel on a fixé le support de la plaque de photopolypeptides.

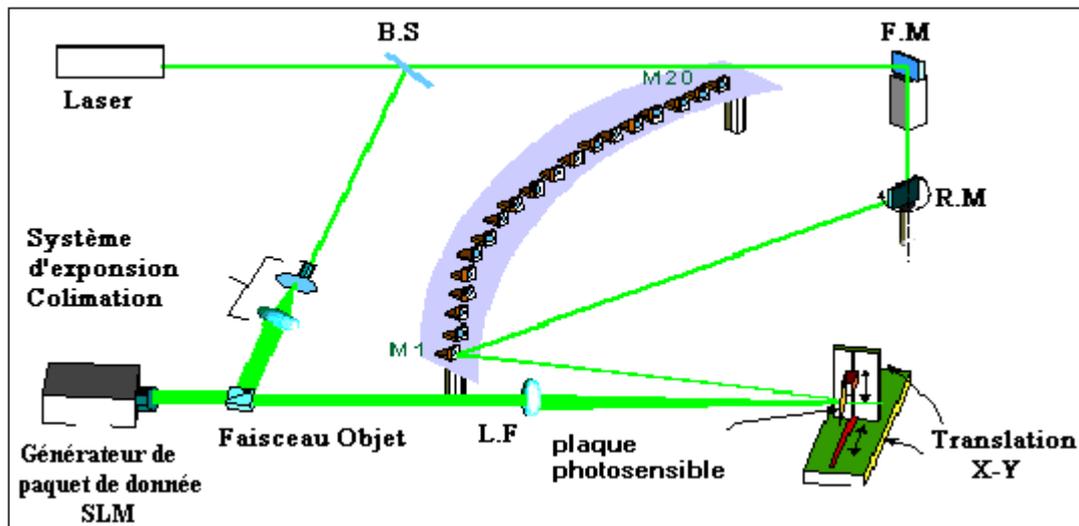


Figure 18: Dispositif expérimental pour le double multiplexage de mémoire diffractive

Un processus d'exploitation d'une mémoire diffractive typique, comporte deux étapes : l'enregistrement de la mémoire et sa lecture.

L'information est généralement amenée, pendant l'enregistrement, par une valve optique (afficheur à cristaux liquides adressé par un ordinateur). Le faisceau objet transporte alors l'information à enregistrer. Ce faisceau est ensuite focalisé par une lentille au voisinage de la plaque photosensible. Le faisceau référence illumine cette plaque avec un angle d'incidence qui peut être contrôlé par un ordinateur, ce qui permet d'effectuer un multiplexage angulaire adapté.

Une fois les enregistrements multiplexés angulairement effectués, on peut déplacer légèrement cette plaque pour effectuer un multiplexage spatial et enregistrer à nouveau une série de paquets sous différents angles.

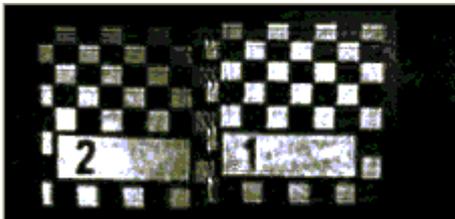
Le processus de lecture s'effectue de la même manière. Il faut adresser chacun des différents points sous différents angles pour extraire les paquets de données.

4.2 Utilisation de la méthode proposée pour déterminer les conditions d'enregistrement

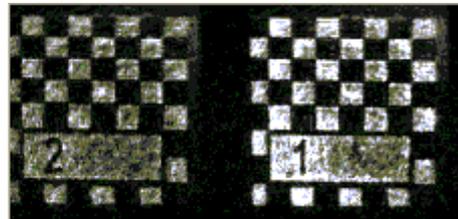
4.2.1 Sélectivité angulaire du matériau photosensible

La sélectivité angulaire d'un matériau photosensible exploité dans ce procédé peut être définie comme l'angle minimal d'enregistrement de deux images successives (paquets d'informations) qui permet une restitution de ces images spatialement séparées (sans 'Crosstalk'). C'est l'angle entre deux faisceaux référence successifs convenablement choisis

qui permet d'enregistrer, à titre d'exemple des images, sans chevauchement spatial. Nous avons enregistré deux images avec deux angles : $\theta_{ref1}=40^\circ$ et $\theta_{ref1}-\theta_{ref2}$ (égale à 1° figure à gauche) et (égale à 1.6° figure à droite). A la restitution, on obtient dans le premier cas des images spatialement non séparées et dans un deuxième cas séparées **Figure 19**.



Les paquets enregistrés sont spatialement non séparés



Les paquets enregistrés sont spatialement séparés

Figure 19: Restitution des deux pages (paquets) successive multiplexés angulairement pour deux angles $\delta=\theta_{ref2}-\theta_{ref1}$ différentes, à gauche $\delta = 1^\circ$ à droite $\delta = 1.6^\circ$

Pour optimiser le choix des angles il nous aura fallu calculer analytiquement à partir de données expérimentales la sélectivité angulaire de la couche de photopolypeptides. Elle est définie comme la largeur à mi-hauteur de la courbe d'efficacité de diffraction. L'efficacité de diffraction du paquet (p) est nulle si on se trouve dans les conditions de restitution des pages adjacentes ($p\pm 1$). En prenant en compte que $n_1 \ll \lambda/d$, et après une décomposition en série de Taylor puis la dérivation de l'expression on a :
$$\delta = \frac{\lambda}{nd \sin(\theta)} \quad (4-10)$$

Où d est l'épaisseur de la couche, n son indice de réfraction, λ est la longueur d'onde dans le milieu.

Nous avons comparé la valeur théorique de la séparation angulaire en utilisant l'équation (4-10) en tenant compte des paramètres optiques de la couche mesurés par notre méthode $n(\lambda=0.628) = 1.5285$, $d = 20.7 \mu m$ et les résultats expérimentales de la **Figure 19**

La longueur d'enregistrement étant égale $\lambda = 0.514 \mu m$ et l'angle référence d'enregistrement est égale $\theta = 40^\circ$

- La séparation théorique $\delta_{th} = 0.025 \text{ rad} = 1.45^\circ$
- La séparation expérimentale $1^\circ < \delta_{exp} < 1.6^\circ$

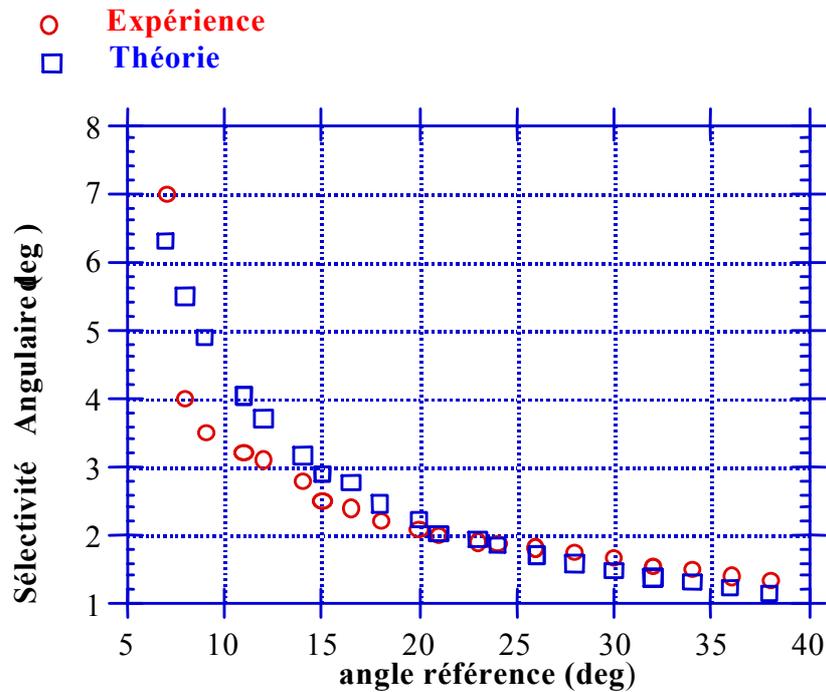


Figure 20: Courbes théorique et expérimentale de la sélectivité angulaire $d=20.7\mu m$ $n=1.5285$.

Pour éviter l'effet de recouvrement, il conviendra de choisir la séparation angulaire minimale entre le paquet p et $p+1$ tel que $\theta_{p+1}=\theta_p+\delta$.

Le décalage entre les résultats expérimentaux et théoriques est présenté dans la **Figure 20**. Il peut avoir plusieurs origines: les variations des épaisseurs et de l'indice de réfraction d'une plaque à une autre, la non-linéarité du processus de développement, ou les erreurs sur la mesure de l'indice de réfraction.

Il existe cependant d'autres origines de recouvrement. Il peut être généré par des phénomènes de rediffraction des ordres fondamentaux par d'autres réseaux ¹⁰. Cette influence est cependant négligeable dans notre cas, à cause des grandes efficacité de diffraction que nous obtenons: nous n'en tiendrons donc pas compte. Un autre paramètre lié au matériau est le phénomène de 'shrinkage' ou abaissement de l'épaisseur lié au développement qui augmente avec l'angle d'enregistrement.

4.2.2 Notion sur la saturation de la mémoire

Le choix d'une forte énergie d'enregistrement pour une page (un paquet) peut masquer totalement ou partiellement les autres paquets multiplexés angulairement. Nous allons essayer dans ce paragraphe de montrer l'effet des énergies d'enregistrement pour que les paquets restitués le soient avec des efficacités de diffraction identique ou proche.

Nous avons effectué plusieurs séries de mesures. Nous enregistrons successivement sur une couche vierge, un, deux, trois puis quatre paquets avec la même énergie en observant les variations de l'indice de réfraction de l'interface air-couche puis en enregistrant une autre série avec des énergies deux fois plus grandes. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 8**. Les indices de réfraction sont ainsi mesurés sur des couches non développées.

Pages multiplexées	Energies d'enregistrement	Indice de réfraction mesuré	Efficacité de diffraction normalisée
Couche vierge	----	1.5427	-----
1 paquet	200	1.5531	0.79
2 paquets	200+200	1.5611	0.77-0.53
3 paquets	200+200+200	1.5690	0.76-0.61-0.53
4 paquets	200+200+200+200	1.5814	0.76-0.59-0.54-0.39
1 paquet	400	1.5612	1
2 paquets	200+400	1.5686	0.63-0.91

Tableau 9: Mesure des indices de réfraction par la méthode proposée en fonction du nombre de paquets multiplexés pour différentes énergies d'enregistrement.

Nous avons essayé de trouver une relation entre le nombre de paquets multiplexés et les variations de l'indice de réfraction de l'interface de la mémoire, pour cela nous avons procédé avec une énergie égale (200 mJ/cm^2) pour chaque exposition. D'autre part pour déterminer la relation entre les énergies de multiplexage et l'indice de réfraction, nous avons choisi d'enregistrer un paquet avec une énergie de 400 mJ/cm^2

On note une augmentation quasi linéaire de l'indice de réfraction en fonction du nombre de paquets multiplexés ayant la même énergie. Des indices de réfraction relativement proches sont obtenus dans le cas d'un multiplexage de trois paquets avec la même énergie égale à 200 mJ/cm^2 . Il en est de même pour un multiplexage de deux paquets enregistrés ayant les énergies de 200 mJ/cm^2 et 400 mJ/cm^2 .

On peut ainsi estimer l'énergie totale utilisée pour l'écriture de la mémoire.

Ces résultats s'avèrent particulièrement intéressants pour la caractérisation des mémoires diffractives. Le choix de l'énergie d'enregistrement peut modifier la capacité de stockage de la mémoire. Il faut donc enregistrer chaque paquet de données avec l'énergie la plus faible possible, ce qui permet d'obtenir une bonne efficacité de diffraction et un faible rapport signal bruit. Cependant, il est difficile de déterminer précisément le taux de saturation d'une mémoire ainsi que l'énergie minimale pour enregistrer un paquet.

5 Conclusion

Nous avons montré au cours de ce chapitre la possibilité qu'offre la méthode que nous avons développée pour la caractérisation à la fois des couches de photopolypeptides vierges et exposées. Nous avons étudié quelques paramètres intervenant sur leur qualité (homogénéité, sensibilisation, les conditions de conservation...). Pour les couches uniformément exposées nous avons étudié les réponses pour différentes expositions en fonction des taux de sensibilisation. En mesurant l'indice de réfraction air-couche nous avons pu déterminer la nature de l'exposition optimale.

Le processus d'enregistrement sur des matériaux de type photopolypeptides est relativement complexe. Il est sensible à de nombreux paramètres extérieurs qu'il faut contrôler. Cependant ce matériau est l'un des meilleurs pour ce type d'optique diffractive, si l'on exclut la propriété d'auto-développement. La pérennité du stockage peut être assurée pendant de nombreuses années. La sensibilité énergétique de ce matériau est très bonne, sa résolution est l'une des meilleures qui existe, elle permet, de plus d'atteindre des efficacités de diffraction élevées.

D'autres matériaux seraient susceptibles d'être des concurrents des photopolypeptides, mais ils présentent des performances bien inférieures. Pour des applications de type mémoire, il s'avère nécessaire de posséder un matériau homogène aussi bon marché que les photopolypeptides dont il est possible de contrôler les interactions avec les agents extérieurs (sensibilisateurs, durcisseurs,...etc).

Références

- 1 J.Blyth, **Methylene Blue sensitized dichromated gelatine holograms: a new electron donor for their improved photosensitivity** Appl. Optics 30, 1589-1602 (1991)
- 2 R.Grzymala, **contribution à l'emploi de la gélatine bichromatée en holographie**, mémoire de DES, université louis Pasteur, 1979.
- 3 D. D. Benhaddou, **Microscopie à saut de phase : défauts dans les semi-conducteurs et les couches transparentes**, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1995.
- 4 J.P. Fillard, **Near Field optics and nanoscopy**, ch. 4.5, Word Scientific, Singapore, pp.197-214, 1996.
- 5 L.T.Blair,L.Solymar,T.Tackas , **Nonlinear recording in dichromated gelatin**, Proc SPIE.Vol 1136.13-19,1989.
- 6 P.Markovski, T.Todorov, N. Koleva, **Influence of the characteristic curve of the material on diffraction efficiency of holographic volume phase gratings**, Opt.Quantum Electronis, Vol 16, 19-24, 1984
- 7 S. Mechahougui, **étude numérique et expérimentale des profils de modulation des réseaux holographiques à modulation de phase**, Thèse de doctorat es-science physique université Louis Pasteur Strasbourg 1993
- 8 A. Medjahed, Thèse de doctorat es-science physique université Louis Pasteur Strasbourg 1990
- 9 H.D.Tholl,M.Dohmen,C.G.Stojanoff, **Determination of the mean refractive index and thickness of dichromated gelatin holographic films using the thin fim resonance method**, SPIE,2405,76-87,1995
- 10 M.G.Moharam, **Cross-talk and cross coupling in multiplexed holographic gratings**, SPIE Practical Holography III, 1051, 143-147, 1989.
- 11 H.Ramenah, **Multiplexage en volume de modulations physiques opérant comme réseaux diffractants de phase dans les couches épaisses de polypeptides, applications à des mémoires numériques** thèse de doctorat es-science physique université Louis Pasteur Strasbourg1996
- 12 J.Harthong, **Alternative theory of diffraction by modulated media**, Journal of Optical Society of America :A,8,3-10,1991

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Le processus d'enregistrement photonique de données dans des matériaux photopolypeptides est relativement complexe. Ce matériau est sensible à de nombreux paramètres extérieurs difficilement contrôlables. L'aspect « artisanal » de la fabrication et du développement n'arrange pas non plus la répétitivité des résultats. Une grande partie de notre travail a consisté à contrôler les performances par une gestion optimale de toutes les étapes de la production des couches de photopolypeptides en allant du mélange jusqu'au développement.

Pour optimiser la production de mémoires diffractives à base de photopolypeptides, nous avons élaboré une méthode reposant sur un concept nouveau qui nous permet de déterminer théoriquement et expérimentalement les paramètres optiques associés à la formation de structure diffractive porteuse de données numériques dans des photopolypeptides et d'en assurer le contrôle.

La méthode que nous proposons permet d'analyser les caractéristiques optiques de la couche photosensible pendant toutes les étapes de la réalisation d'une mémoire diffractive. Elle repose sur la mesure des éclairissements réfléchis en polarisation TM, en exploitant la résonance des couches minces. Nous avons mis au point un montage complètement automatisé pour effectuer ces mesures. Nous avons ensuite élaboré un protocole de mesure. Nous avons enfin réalisé tout l'environnement informatique permettant la caractérisation des couches selon les objectifs pris en compte en exploitant les dispositifs mis en place. Nous avons développé également un programme de contrôle sous Labview permettant de réduire dans le dispositif expérimental les erreurs angulaires de positionnement de l'ordre d' $1/500$ degré de la plaque de photopolypeptide sur le support. Nous avons validé notre approche à la fois sur des étalons en verre et sur des couches standards. La comparaison des résultats obtenus par la méthode proposée avec d'autres méthodes montre l'efficacité de celle-ci aussi bien dans ses aspects algorithmiques que techniques.

Pour répondre aux exigences du cahier des charges, la méthode proposée est capable de caractériser des couches photosensibles déposées sur des substrats ayant des indices de réfraction proches, ceci pose souvent des problèmes avec les méthodes optiques traditionnelles. Grâce à l'algorithme que nous avons développé, nous avons démontré que la méthode proposée est aussi adaptée à la caractérisation de couches ayant un indice proche du

substrat. Ceci est l'un des avantages par rapport notamment aux méthodes interférentielles et spectroscopiques.

Rappelons que l'utilisation de la méthode proposée pour la caractérisation des couches diffractives n'est pas rigoureuse de façon globale. Cependant, nous avons pu caractériser efficacement des composants diffractifs sur photopolypeptide. Les mesures d'épaisseur ont été validées en exploitant les travaux de Medjahed⁹ basés sur la mesure de l'efficacité de diffraction pour des enregistrements fait à 400 mJ/cm².

La méthode proposée permet d'évaluer expérimentalement chaque profil de modulation de l'indice de réfraction d'une couche diffractive à partir de la mesure de l'indice de réfraction de l'interface air-matériau. Nous pouvons donc déterminer la nature optimale de l'exposition en mesurant l'indice de réfraction local. Le profil sinusoïdal a été obtenu par la méthode pour des couches de photopolypeptides pour une énergie d'exposition égale à 400 mJ/cm², ce résultat est confirmé par la théorie alternative d'Harthong.

L'analyse des mémoires diffractives à base de photopolypeptide nous a permis de déterminer les valeurs des énergies optimales pour enregistrer chaque paquet de données, ceci pour augmenter à la fois la capacité de stockage et le rapport signal bruit. Les mémoires ainsi obtenues peuvent être classées dans la catégorie des mémoires mortes. Il existe cependant des biomatériaux qui permettent d'envisager la création de mémoires vives, par leur propriété d'auto-développement et d'effaçabilité. Ces matériaux ne sont pas compétitifs en terme de vitesse. C'est pourquoi les mémoires holographiques sont actuellement envisagées simplement pour des applications de stockage de données à long terme.

Nous avons pu contribuer à rendre exploitable, le stockage diffractif de données sur photopolypeptide pouvant atteindre jusqu'au téraoctet par cm² de densité de stockage. La méthode que nous proposons et la technique que nous avons développée pour l'exploiter sont opérationnelles. Nous pensons aussi avoir levé un des obstacles permettant la mise en œuvre industrielle des photopolypeptides pour la production et duplication de mémoire diffractive de type ROM.

Cependant, nos travaux pourraient avoir d'autres applications là où interviennent des couches photomodulées: comme par exemple dans l'élaboration de certains bio-chips photoniques

exploitant la nature biologique du matériau extrêmement performant pour l'optique diffractive que nous avons considérée.
