

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
31 mai 2001 (31.05.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/38246 A2

(51) Classification internationale des brevets⁷: C03C 17/00

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/03280

(22) Date de dépôt international:
24 novembre 2000 (24.11.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

(30) Données relatives à la priorité:
99/14896 26 novembre 1999 (26.11.1999) FR

(71) Déposants (pour tous les États désignés sauf US): COM-
MISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE [FR/FR];
31-33, rue de la Fédération, F-75752 Paris 15ème (FR).
ALM [FR/FR]; Parc de Limère, Avenue de la Pomme de
Pin, F-45160 Ardon (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): FIRON,

Muriel [FR/FR]; 31, avenue du Dourdan, F-91530 Saint
Cheron (FR). **MONTERRAT, Eric** [FR/FR]; 3, rue
des Cocharnières, F-37230 Fondettes (FR). **MONNOT,
Jérôme** [FR/FR]; 162, route des Moynard, F-45240
Menestreau en Villette (FR).

(74) Mandataire: **DES TERMES, Monique**; Brevatome, 3,
rue du Docteur Lancereaux, F-75008 Paris (FR).

(81) États désignés (national): JP, US.

(84) États désignés (régional): brevet européen (AT, BE, CH,
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE, TR).

Publiée:

— Sans rapport de recherche internationale, sera republiée
dès réception de ce rapport.

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

(54) Title: HEAT-ABSORBING FILTER AND METHOD FOR MAKING SAME

(54) Titre: FILTRE ANTICALORIQUE ET PROCEDE DE FABRICATION DE CE FILTRE

(57) Abstract: The invention concerns a heat-absorbing filter and a method for making same. Said heat-absorbing filter can be used, for instance, for filtering an illumination for surgical operation or therapy consisting of a light source emitting energy, or radiation, in the visible and infrared domains. It enables to filter the light emitted by said source to prevent the infrared radiation from bothering the surgical team or the patient. It comprises a substrate, at least an infrared reflecting material, and a coating forming a barrier filter in the visible domain. The inventive method consists in depositing on the substrate an infrared reflecting material and depositing on said infrared reflecting material a coating acting as barrier filter in the visible domain.

(57) Abrégé: La présente invention se rapporte à un filtre anticalorique et à un procédé de fabrication de ce filtre. Ce filtre anticalorique peut par exemple être utilisé pour filtrer un éclairage opératoire ou de soins composé d'une source lumineuse qui émet de l'énergie, ou rayonnement, dans les domaines visible et infrarouge. Il permet de filtrer la lumière émise par cette source afin d'éviter que le rayonnement infrarouge ne gêne l'équipe chirurgicale ou le patient. Il comprend un substrat, au moins une couche d'un matériau réfléchir infrarouge, et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible. Le procédé de l'invention comprend le dépôt sur un substrat d'une couche d'un matériau réflecteur infrarouge et le dépôt sur cette couche d'un filtre interférentiel dans le domaine visible.



WO 01/38246 A2

**FILTRE ANTICALORIQUE ET PROCEDE DE
FABRICATION DE CE FILTRE**

DESCRIPTION

5

Domaine technique

La présente invention se rapporte à un filtre anticalorique et à un procédé de fabrication de ce filtre.

10 Un filtre anticalorique peut par exemple être utilisé pour filtrer un éclairage opératoire composé d'une source lumineuse qui émet de l'énergie, ou rayonnement, dans les domaines visible et infrarouge. Il doit permettre de filtrer la lumière émise par cette
15 source afin d'éviter que le rayonnement infrarouge ne gêne l'équipe chirurgicale ou le patient.

Ce filtre doit bloquer les plus grandes longueurs d'ondes, tout en restant neutre au sens de la perception des couleurs par l'œil humain dans le
20 domaine visible. Les plus faibles longueurs d'onde peuvent également être absorbées ou réfléchies par le filtre.

Outre l'éclairage médical, un tel filtre peut également être utilisé pour une lampe de soins, une
25 lampe de bureau, un système d'éclairage par fibres optiques, un vitrage, un système de projection optique, une ampoule, etc...

Art antérieur

30 Dans le cadre de l'application éclairage opératoire ou "éclairage chirurgical", ce type de

filtre est fabriqué à partir d'un verre dopé opaque au rayonnement infrarouge.

Le spectre de transmission de ce verre dopé pour une épaisseur de 3 mm est proposé sur la figure 1 en annexe, référencé 1, et comparé avec le spectre de transmission d'un verre ordinaire de 3 mm d'épaisseur, référencé 3. Sur cette figure, l'axe des ordonnées représente la transmission interne T et l'axe des abscisses, la longueur d'onde λ en nm.

Un traitement multicouche de ce verre dopé destiné à déposer des couches de SiO_2 et de Nb_2O_5 permet d'améliorer sa transmission dans le domaine visible pour en faire un filtre anticalorique appelé ci-après filtre verre dopé. Les performances optiques de ce filtre sont données dans le tableau 1 suivant :

Tableau 1

Définition	Filtre verre dopé
Radian énergétique RE ($\text{mW}/\text{m}^2/\text{Lux}$)	4,25
Transmission moyenne visible $T_{\text{vis}}(\%)$	80,4
Température de couleur $T_{\text{coul}}(\text{K})$	3585
Indice de rendu de couleur IRC ou R_A (normes CIE*)	97,3
R_9 (normes CIE*)	84,4

* Compagnie Internationale d'Eclairage

Malgré ces bonnes performances, le filtre verre dopé est un matériau cher et qui ne fonctionne pas bien en milieu humide et chaud. Par exemple dans les pays à climat tropical, il est nécessaire de protéger ce filtre de l'humidité et des UV par une couche

supplémentaire de SiO_2 , ce qui accroît son coût de fabrication.

Exposé de l'invention

5 La présente invention a précisément pour but de pallier les inconvénients précités, en fournissant un filtre anticalorique à faible coût de fabrication ayant les propriétés requises dans le domaine visible ou
10 domaine du spectre visible et dans le domaine infrarouge.

 Ce filtre anticalorique comprend un substrat, au moins une couche d'un matériau réflecteur infrarouge, et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible.

15 En particulier, la présente invention fournit un filtre anticalorique comprenant un substrat, une couche d'un matériau réflecteur infrarouge recouvrant au moins une surface du substrat, et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible
20 recouvrant ladite couche du matériau réflecteur infrarouge.

 Le substrat peut être un substrat de verre, tel que du verre ordinaire transparent, ou de plastique. Le substrat de verre a, par exemple, pour une épaisseur de
25 2 mm, une transparence de 30% à 3 μm environ.

 Lorsque le substrat est en plastique, il peut être nécessaire, dans certains cas, qu'il soit résistant à des températures de 200 à 300°C, notamment lorsque la technique de fabrication du filtre comprend des
30 traitements à ces températures.

Le matériau réflecteur infrarouge peut être un oxyde conducteur transparent, par exemple de l'oxyde d'indium dopé à l'étain (ITO). Ces oxydes métalliques sont bien connus dans l'industrie du bâtiment, par exemple du vitrage, puisqu'ils sont transparents dans le visible et réflecteurs dans l'infrarouge.

En faisant varier la composition chimique de l'oxyde conducteur transparent, il est possible de modifier le niveau de réflexion infrarouge et la longueur d'onde de transition entre un comportement diélectrique, c'est-à-dire transparent et métallique, c'est-à-dire réflecteur. C'est le cas par exemple pour l'ITO.

Selon l'invention, l'oxyde d'indium dopé à l'étain peut présenter un rapport Sn/In allant d'environ 9 à environ 11% en masse, par exemple d'environ 10% en masse. Un rapport d'environ 10% en masse permet d'obtenir un niveau de réflexion maximal.

D'autres matériaux réflecteurs peuvent être utilisés, par exemple des métaux tels que de l'or, de l'argent ou de l'aluminium. Mais ils sont également réflecteurs dans le visible, il est donc nécessaire de les déposer en couches très minces, par exemple de 10 nm environ, pour conserver une transmission suffisante.

Selon l'invention, le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible peut comprendre au moins un groupe d'empilement répété N fois, d'au moins un premier film et d'au moins un deuxième film, dans lequel ledit groupe d'empilement présente une alternance du premier film et du deuxième film, le

premier film ayant une épaisseur L ou multiple de L et étant constitué d'un premier matériau ayant un indice de réfraction n_1 , et le deuxième film ayant une épaisseur H ou multiple de H et étant constitué d'un
5 deuxième matériau ayant un indice de réfraction n_2 , dans lequel N est un nombre entier et H et L sont des épaisseurs géométriques, et dans lequel N , H , L , n_1 et n_2 sont tels que le revêtement formant un filtre interférentiel présente une fenêtre de transmission
10 située entre 400 et 800 nm.

La définition de l'épaisseur géométrique est donnée en considérant un film ou une couche mince déposé(e) sur un substrat quelconque et une longueur d'onde de référence λ_0 . Cette couche d'épaisseur e a un
15 indice de valeur n pour cette longueur d'onde de référence. Si on éclaire la couche avec une source I_0 de longueur d'onde λ_0 , la partie du rayonnement lumineux I_1 réfléchi à la première interface, c'est-à-dire l'interface air-couche, va interférer avec celle
20 I_2 réfléchi à la seconde interface, c'est-à-dire à l'interface couche-substrat comme le montre la figure 16 en annexe.

Le déphasage de l'onde I_2 par rapport à l'onde I_1 provient du passage au travers de la couche et vaut
25 $\frac{4\pi ne}{\lambda_0} \cos \theta$. S'il est égal à $(2p+1)\pi$, avec p entier, et dans la mesure où la valeur de l'indice du substrat est plus faible que celle de l'indice de la couche déposée, les interférences sont destructives et la réflexion est minimale à λ_0 . Pour cette longueur d'onde, la couche
30 est appelée couche quart-d'onde et est notée H si

l'indice est fort, L si l'indice est faible. θ est l'angle que fait le rayon réfracté dans le milieu d'indice n . En général, on travaille à incidence normale, $\cos\theta$ vaut 1.

- 5 Si l'on pose $p=0$, on a ainsi $\frac{4\pi ne}{\lambda_0}\pi$, l'épaisseur d'une lame quart d'onde sera donc :

$$e=\lambda_0/4n$$

Cette épaisseur est notée H si n est un indice fort et L si n est un indice faible.

- 10 L'architecture d'un empilement est, en général, donnée en multiples de films ou couches quart d'onde, c'est ce qu'on appelle l'épaisseur géométrique. L'intérêt d'une telle notation est de pouvoir décaler spectralement les propriétés de l'empilement en ne
15 changeant que la valeur de la longueur d'onde de référence, dans la mesure où l'indice n est constant entre les deux longueurs d'onde.

- Par exemple, dans le revêtement interférentiel, le premier matériau peut être du SiO_2 et le deuxième
20 matériau peut être du TiO_2 . Par exemple, aussi, le premier matériau peut être SiO_2 et le deuxième matériau Si_3N_4 . Tout autre couple de matériaux ayant un comportement diélectrique et des valeurs d'indice différentes est acceptable.

- 25 Lorsqu'il s'agit de SiO_2 et de TiO_2 , le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible peut comprendre un premier groupe d'empilement présentant une alternance de type $0,5L/H/0,5L$ répétée 8 fois. En outre, il peut comprendre un deuxième groupe

d'empilement présentant une alternance de type 0,65L/1,3H/0,65L répétée 8 fois.

Par exemple, dans le filtre anticalorique, le substrat peut être un substrat de verre, la couche
5 d'oxyde conducteur transparent peut être une couche d'oxyde d'indium dopée à l'étain, et le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible peut être un empilement dans lequel alternent des films de SiO₂ et des films de TiO₂, l'empilement
10 commençant par un film de SiO₂ déposé sur la couche d'ITO et se terminant par un film de TiO₂ en contact avec l'atmosphère, ledit empilement comprenant 17 films de SiO₂ et 16 films de TiO₂.

Lorsqu'il s'agit de SiO₂ et de Si₃N₄, le revêtement
15 formant un filtre interférentiel dans le domaine visible comprend un premier groupe d'empilement présentant une alternance de type 0,5L/H/0,5L répétée 6 fois. Il peut comprendre en outre un deuxième groupe d'empilement présentant une alternance de type
20 0,65L/1,3H/0,65L répétée 6 fois.

Le filtre anticalorique peut comprendre en outre une couche antireflet et/ou une couche anti-rayure.

Le filtre de la présente invention peut être utilisé par exemple dans un système optique tel qu'un
25 éclairage opératoire, une lampe de soins, une lampe, une lampe de bureau, un système d'éclairage par fibres optiques, un vitrage, un système de projection optique, une ampoule, etc... La présente invention se rapporte donc aussi à un tel système comprenant un filtre
30 conforme à celui de la présente invention, par exemple

8.

à un éclairage opératoire ou à une lampe de soins, par exemple de soins médicaux, esthétiques, etc...

La source lumineuse peut être par exemple une ampoule à filament, une lampe halogène, une lampe à
5 incandescence, etc...

La présente invention se rapporte également à un procédé de fabrication d'un filtre anticalorique comprenant un substrat, au moins une couche d'un
10 matériau réflecteur infrarouge et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible.

Ce procédé comprend les étapes consistant à :

- a) fournir un substrat,
- b) déposer sur au moins une surface dudit substrat
15 une couche d'un matériau réflecteur infrarouge,
- c) déposer sur ladite couche du matériau infrarouge un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible.

20 Selon l'invention, dans l'exemple selon lequel le matériau réflecteur infrarouge est de l'oxyde d'indium dopé à l'étain (ITO), ce matériau peut être déposé par pulvérisation cathodique magnétron sur le substrat, par exemple à partir d'une cible frittée dont la
25 composition est d'environ 9 à environ 11% en masse, par exemple d'environ 10% en masse d'oxyde d'étain dans In_2O_3 . Dans le cas de l'ITO, le procédé de l'invention peut comprendre en outre une étape a₁) de recuit du matériau réflecteur infrarouge déposé sur le substrat.

30 Lorsque le filtre interférentiel comprend au moins un groupe d'empilement répété N fois tel que défini

précédemment, dans lequel le premier matériau est SiO_2 et dans lequel le deuxième matériau est TiO_2 , l'étape c) de dépôt du filtre interférentiel peut être une étape de dépôt des films réalisée par une technique
5 d'évaporation sous vide ou de pulvérisation cathodique.

Le dépôt de films minces par évaporation sous vide est très employé pour l'élaboration de fonctions optiques complexes. Certains appareils automatisés peuvent être très utiles pour la présente invention car
10 ils permettent de déposer des multicouches de quatre matériaux différents.

L'évaporation sous vide peut être réalisée par exemple au moyen d'un canon à électron. Cet appareil consiste à défléchir un faisceau d'électrons émis par
15 un filament dans un creuset contenant le matériau à déposer. Le matériau cible s'évapore et se condense sur un substrat placé en regard du creuset. Cette méthode permet de déposer des matériaux de nature différente tels que des oxydes et des métaux.

20 Le canon à électron peut être par exemple le modèle EVA 1200 (marque de commerce) de la Société Alliance Concept, FRANCE.

Dans le cas des oxydes, il peut être nécessaire d'ajouter de l'oxygène dans l'enceinte afin d'améliorer
25 la stoechiométrie des couches. La faible pression de travail de l'ordre de 10^{-2} à 10^{-3} Pa permet le dépôt de film mince d'une grande pureté. Cependant, l'énergie des espèces évaporées étant inférieure à 1 eV, c'est-à-dire relativement faible, les couches ont souvent une
30 structure colonnaire et sont peu denses et peu adhérentes.

Pour améliorer cette structure et l'adhérence, on peut irradier par un faisceau d'ions la couche en cours de croissance. Il s'agit alors d'évaporation assistée. Cette assistance ionique peut être réactive par exemple
5 lorsqu'on utilise des ions oxygène, ou non réactive par exemple lorsqu'on utilise des ions argon. Les différents paramètres de dépôt comme l'énergie, la température, les pressions partielles, le flux ou la nature des ions contribuent à optimiser les propriétés
10 optiques des couches déposées.

La pulvérisation cathodique quant à elle consiste à faire une décharge électrique en milieu gazeux avec un gaz rare ou réactif, entre la cathode constituée du matériau à déposer et l'électrode à la masse la plus
15 proche. Les ions du plasma généré bombardent la cible, et les espèces pulvérisées se condensent sur le substrat.

La pulvérisation cathodique magnétron est un procédé de dépôt à forte énergie pour les espèces
20 pulvérisées (quelques eV). L'adhérence des couches déposées est souvent supérieure à celle observée dans le cas de l'évaporation. Cependant, la pression de travail dans l'enceinte est plus élevée, de l'ordre de 0,1 à 1 Pa, ce qui peut générer un certain taux de
25 pollution dans les couches.

La structure des films dépend essentiellement de la pression et de la distance cible-substrat. Par ailleurs, le dépôt d'oxyde nécessite soit de travailler en radiofréquence, c'est-à-dire à environ 13,56 MHz,
30 soit en courant continu DC sur une cible métallique en milieu réactif.

Dans le premier cas, la température de dépôt est plus élevée qu'en DC, de l'ordre de 80°C et la vitesse de dépôt est plus lente.

La pulvérisation cathodique ou pulvérisation cathodique magnétron peut être réalisée par exemple au
5 moyen d'une machine de pulvérisation cathodique magnétron de type BAK 550 (marque de commerce) de la Société Balzers, LICHTENSTEIN.

Selon l'invention, lorsque le filtre
10 interférentiel comprend au moins un groupe d'empilement répété N fois tel que défini précédemment, dans lequel le premier matériau est SiO_2 et dans lequel le deuxième matériau est Si_3N_4 , l'étape de dépôt du filtre interférentiel peut être une étape de dépôt des films
15 réalisée par une technique de dépôt plasma.

La présente invention réside notamment dans l'association d'un filtre infrarouge et d'un filtre UV-Visible, pouvant être déposés sur un substrat de verre
20 ordinaire, ainsi que dans le niveau de performance d'éclairage de ce filtre.

Le filtre de la présente invention permet de filtrer le rayonnement infrarouge d'un éclairage tel qu'une lampe à incandescence sans perturber la vision
25 des couleurs par l'œil humain.

Le filtre offre également une transmission importante dans le domaine spectral visible. Il permet d'éviter l'échauffement de la zone d'observation et de garantir une bonne vision des couleurs et un bon
30 rendement d'éclairage puissance lumineuse/puissance électrique.

En outre, son coût est bien inférieur aux filtres de l'art antérieur car il utilise un substrat qui peut être en verre ordinaire.

5 D'autres caractéristiques et avantages apparaîtront encore à la lecture de la description et des exemples qui suivent, donnés bien entendu à titre illustratif et non limitatif en référence aux figures en annexe.

10

Brève description des figures

- La figure 1 représente un spectre de transmission d'un verre de type verre dopé et un spectre de transmission d'un verre ordinaire.

15

- La figure 2 représente une fenêtre de transmission dans la gamme visible.

20

- La figure 3 représente les spectres de réflexion et de transmission expérimentales et modélisées d'un film d'ITO de 250 nm d'épaisseur déposé sur un substrat de verre.

- La figure 4 représente un spectre de transmission d'un substrat de verre nu de 2 mm d'épaisseur.

25

- Les figures 5 et 6 représentent la variation des indices de réfraction déterminée par ellipsométrie respectivement pour SiO_2 et TiO_2 pour différentes méthodes de dépôt.

30

- La figure 7 représente la variation du coefficient d'extinction k déterminé par

ellipsométrie pour TiO_2 pour différentes méthodes de dépôt.

- 5 - La figure 8 représente la variation de l'indice de réfraction en fonction de la tension du canon à ion pour le dépôt de TiO_2 .
- La figure 9 représente la transmission d'un empilement $N \times (0,5L/H/0,5L)$ pour différentes valeurs de N avec $\lambda_0=880$ nm.
- 10 - La figure 10 représente les spectres de transmission de l'empilement $N \times (0,5L/H/0,5L) + N \times (0,5mL/mH/0,5mL)$ sur un substrat pour différentes valeurs de m.
- La figure 11 illustre l'effet du recuit d'une couche d'ITO sur les propriétés optiques de
15 cette couche.
- La figure 12 illustre une étude paramétrique de différentes spécifications en fonction de l'épaisseur d'ITO avec deux groupes d'empilement répétés 5 fois suivant une
20 architecture
 $5 \times (0,65L/3H/0,65L) + 5 \times (5H/L/5H)/\text{ITO/Verre}$.
- La figure 13 est un graphique illustrant l'amélioration des performances de filtrage de l'architecture avec le nombre d'empilements des
25 films de SiO_2 et de TiO_2 .
- La figure 14 est une illustration d'une étude paramétrique de différentes spécifications en fonction de l'épaisseur d'ITO avec un revêtement formant un filtre interférentiel
30 comprenant deux groupes d'empilement répétés 8 fois suivant une architecture

$8 \times (0,5L/H/0,5L) + 8 \times (0,65L/1,3H/0,65L)/ITO/$
Verre.

- 5 - La figure 15 représente pour comparaison le spectre théorique de transmission du filtre de la présente invention, et le spectre obtenu expérimentalement, pour un revêtement formant un filtre interférentiel SiO_2/TiO_2 .
- 10 - La figure 16 est un schéma illustrant des réflexions multiples de la lumière au travers d'une couche mince et transparente.
- 15 - La figure 17 représente pour comparaison le spectre thermique de transmission du filtre de la présente invention et le spectre obtenu expérimentalement pour un revêtement formant un filtre interférentiel SiO_2/Si_3N_4 .
- 20 - La figure 18 illustre une étude paramétrique des performances de transmission (%) et de température de couleur (K) en fonction de l'épaisseur d'une couche d'ITO sur verre avec un revêtement formant un filtre interférentiel SiO_2/Si_3N_4 comprenant deux groupes d'empilement répétés 8 fois suivant une architecture $8 \times (0,65L/3H/0,65L) + 8 \times (5H/L/5H)/ITO/Verre$.

25

Exemples

A. Introduction

30 Les inventeurs ont dans un premier temps, séparé les deux domaines spectraux. Ils présentent ci-dessous, la démarche qui conduit à définir l'architecture d'un

empilement purement diélectrique pour former le revêtement formant le filtre interférentiel dans le domaine visible.

Ce filtre anticalorique selon l'invention doit par exemple répondre aux spécifications suivantes dans le domaine visible :

- Radiant énergétique (partie infrarouge de l'intensité lumineuse totale transmise) inférieur à 4,5 mW/m².Lux,
- 10 • Transmission visible de la chaîne complète (intensité lumineuse transmise dans le domaine spectral visible) supérieure à 60%,
- Température de couleur de la chaîne optique : entre 3500 et 4000 K,
- 15 • Indice de Rendu de Couleur (IRC) : supérieur à 90,
- Rendu de couleur dans les rouges (R₉) : supérieur à 50.

Ensuite, la partie filtration infrarouge est traitée avec un matériau réflecteur dans ce domaine. Après avoir présenté les propriétés optiques de plusieurs d'entre eux, ils expliquent leur choix.

B. Détermination des composants du filtre interférentiel dans le domaine visible : filtre diélectrique

Pour simplifier le procédé de fabrication, le choix est limité à deux matériaux diélectriques différents de type oxyde : SiO₂ et TiO₂. Ces deux matériaux ont un contraste d'indice fort, $\Delta n=1$ environ, et ne posent pas de problème particulier quant à leur

approvisionnement. Ils sont d'ailleurs utilisés couramment dans l'industrie de l'optique et font l'objet d'une bibliographie importante.

Le choix des différents composants a été fait
5 selon différents critères :

- fort contraste d'indice : les effets interférentiels sont marqués et les performances pourront être atteintes avec moins de films,
- 10 - facilité d'approvisionnement et coût : ces matériaux sont connus du milieu industriel et peu onéreux.

C. Détermination des indices des matériaux

15 Indices de réfraction et choix de la méthode de dépôt

Le tableau 2 ci-dessous récapitule les différentes techniques de dépôt qui ont été testées pour chaque monocouche (SiO_2 et TiO_2).

Tableau 2
Récapitulatif des différentes méthodes
de dépôt étudiées

	Evaporation	Balayage gazeux	Assistance ionique	Nature de l'assistance
1	Simple	non	non	-
2	Réactive	oxygène	non	-
3	Assistée	non	oui	argon
4	Réactive assistée	oxygène	oui	argon
5	Assistée réactive	non	oui	oxygène
6	Réactive assistée réactive	oxygène	oui	oxygène

5 Les propriétés optiques de chaque couche unitaire SiO₂ ou TiO₂ ont été déterminées par ellipsométrie spectroscopique UV-Visible-proche IR.

Pour faciliter cette opération, les couches mesurées ont été déposées sur silicium. Bien que le
 10 silicium ne soit pas optimal dans le domaine visible car il est difficile, aux courtes longueurs d'onde, de séparer l'absorption due à la couche de celle due au substrat, ses propriétés optiques sont bien connues, et son opacité dans le domaine visible permet de ne pas
 15 être gêné par les réflexions sur la face arrière du substrat.

Pour retrouver les caractéristiques des films, le modèle le plus couramment utilisé est le modèle de Cauchy dont l'expression de l'indice réel est la
 20 suivante :

$$n = A_n + B_n \lambda^{-2} + C_n \lambda^{-4}$$

Les propriétés d'un matériau diélectrique sont ainsi retrouvées : une valeur de n constante aux fortes

longueurs d'onde et une augmentation sensible de cette valeur lorsque la longueur d'onde diminue, c'est-à-dire que les fréquences en augmentant se rapprochent de la valeur du "gap", correspondant à l'énergie de bande interdite. Pour des matériaux dont l'absorption est non négligeable et mesurable par ellipsométrie, c'est-à-dire pour des valeurs de k de l'ordre de 10^{-3} ou plus, le modèle de la queue d'Urbach pour k décroissant exponentiellement de l'UV vers les plus grandes longueurs d'onde peut être utilisé.

On pose alors :

$$k = A_k e^{1240 B_k \left(\frac{1}{\lambda} - \frac{1}{\lambda_0} \right)}$$

Le coefficient 1240 vient du fait que les inventeurs ont travaillé en nm alors que le phénomène est physiquement décrit en unité d'énergie (eV).

Ils ont cherché à superposer au mieux spectres expérimentaux et calculés en ajustant numériquement les 5 paramètres : A_n , B_n , C_n , A_k , B_k .

La technique de dépôt choisie est celle qui permet d'obtenir les caractéristiques optiques de chaque matériau se rapprochant de celles des matériaux massifs, avec le plus fort contraste d'indice observable entre les deux oxydes.

Les résultats obtenus sur les différentes couches déposées sont proposés sur les figures 5 et 6 pour n et 7 pour k .

Sur les figures 5 et 6, l'axe des abscisses indique la longueur d'onde λ en nm, l'axe des ordonnées indique l'indice de réfraction n du matériau, et sur la figure 7, il indique le coefficient k . La figure 5 a

été réalisée avec SiO_2 et la figure 6 avec TiO_2 . La légende indiquée sur la figure 5 est également valable pour les figures 6 et 7.

La référence 9 indique une évaporation simple, la
5 référence 11 une évaporation assistée, la référence 13 une évaporation réactive, la référence 15 une évaporation réactive assistée, la référence 17 une évaporation assistée réactive et la référence 19 une évaporation réactive assistée réactive.

10 En ce qui concerne l'oxyde de silicium, il est à noter que la valeur du coefficient d'absorption k de SiO_2 est non mesurable par ellipsométrie car elle est inférieur à 10^{-3} . $k_{\text{SiO}_2} = 0$ a donc été posé. L'indice de réfraction du SiO_2 varie peu en fonction des conditions
15 de dépôt : à 600 nm, il varie de 1,46 à 1,485.

Cependant, les valeurs de n les plus faibles et les plus proches de celles du matériau massif sont obtenues dans le cas de l'évaporation simple, l'évaporation assistée, l'évaporation réactive et
20 l'évaporation réactive assistée réactive.

Dans le cas du TiO_2 , les valeurs de n les plus faibles sont observées dans le cas de l'évaporation simple et de l'évaporation réactive. C'est le plus fort contraste d'indice qu'il faut obtenir ; la méthode
25 choisie est donc soit l'évaporation assistée, soit l'évaporation réactive assistée réactive.

Par ailleurs, l'absorption des couches d'oxyde de titane est la plus faible dans le cas de l'évaporation réactive, l'évaporation réactive assistée et
30 l'évaporation réactive assistée réactive.

Par élimination, la méthode choisie est l'évaporation réactive assistée réactivement. C'est ce qui semble être le meilleur compromis entre un bon contraste d'indice et une faible absorption du TiO_2 .

5 Afin d'optimiser l'indice de ce dernier, l'énergie des ions irradiant le film ou la couche en cours de croissance a été augmentée au moyen d'un canon à ions.

La figure 8 représente la variation d'indice de réfraction en fonction de la tension du canon à ions. Sur cette figure, l'axe des abscisses indique l'indice de réfraction n , et l'axe des ordonnées, la longueur d'onde λ en nm. Sur cette figure, la référence 21 indique la courbe obtenue avec une tension du canon à ions de 100 V et 2 A et la référence 23 : 160 V et 2 A.

15 Lorsque la tension du canon augmente, l'indice augmente. Si l'énergie est encore augmentée, une compétition apparaît entre le dépôt du matériau et son érosion par les ions. Par ailleurs, une plus forte énergie peut générer des défauts, sources d'absorption.

20 Les indices des films ou couches unitaires ont donc été déterminés par ellipsométrie en utilisant le modèle de Cauchy. Les paramètres obtenus sont les suivants :

	A_n	B_n	C_n
SiO_2	1,455	$3,33 \times 10^{-3}$	0
TiO_2	2,262	$1,39 \times 10^{-2}$	$4,1 \times 10^{-3}$

25

A_n , B_n et C_n étant les paramètres de Cauchy pour ces matériaux.

Pour ce qui concerne le coefficient d'absorption k du TiO_2 , les valeurs des paramètres obtenues sont les suivantes :

$$A_k = 4,1 \times 10^{-3}, \quad B_k = 5,7, \quad \lambda_0 = 0,4 \mu\text{m}.$$

5 Ces paramètres donnent une valeur de $k = 4,1 \times 10^{-3}$ à 400 nm.

Une fois que les valeurs d'indice des couches unitaires ont été déterminées, le filtre diélectrique a pu être réalisé.

10

D. Calcul du filtre interférentiel dans le domaine visible

Les inventeurs ont choisi de traiter le problème en deux étapes : la première concernant le domaine
15 visible, la seconde le domaine infrarouge. Les spécifications données ci-dessus dans chacun de ces deux domaines ont été déterminées à partir d'un film idéal sur le spectre complet de 300 à 3000 nm et ont une influence non négligeable les unes sur les autres.

20 Ils ont traité le domaine visible et déterminé les caractéristiques d'un filtre telles qu'elles répondent à certaines spécifications propres à ce domaine spectral (T_{VIS} , T°_{COUL}). Ces caractéristiques ont été revues après la deuxième étape.

25 Les valeurs suivantes ont été utilisées comme point de départ :

$$T \leq 0,1 \text{ pour } \lambda \leq 400 \text{ nm}$$

$$T \geq 0,9 \text{ pour } 440 \leq \lambda \leq 590 \text{ nm}$$

$$T = 0,7 \text{ pour } \lambda = 690 \text{ nm}$$

30 $T \leq 0,03 \text{ pour } \lambda > 770 \text{ nm}$

Cet ensemble de valeurs cibles décrit une fenêtre de transmission qui est schématisée sur la figure 2. Sur cette figure, $T(\%)$ représente la transmission en pourcent, et λ , la longueur d'onde en nm. Ils ont
5 cherché à la retrouver par calcul en superposant des couches minces alternées de SiO_2 et TiO_2 .

Pour toutes les architectures qui vont suivre, les épaisseurs sont données en épaisseur géométrique. Cette convention d'écriture a été expliquée précédemment.

10 Ils ont cherché un empilement ayant une fenêtre de transmission entre 450 et 750 nm environ. Ils sont partis de l'architecture suivante : $\text{Air}/N \times (0,5L/H/0,5L)/\text{substrat}$, qui donne les spectres de transmission représentés sur la figure 9 en fonction
15 de la valeur de N .

Sur cette figure, l'axe des abscisses représente la longueur d'onde en nm et l'axe des ordonnées la transmission en pourcent. La référence 25 indique la courbe obtenue avec $N = 3$, la référence 27 avec $N = 5$
20 et la référence 29 avec $N = 7$.

On constate sur cette figure que l'accroissement du nombre d'empilements, donc de couches permet une transition plus abrupte entre transmission et réflexion. Ce phénomène sera discuté par la suite pour
25 déterminer le meilleur compromis entre performances optiques du filtre et difficultés technologiques de réalisation.

Pour essayer d'élargir la zone de réjection du filtre, ici entre 800 et 1000 nm, il est possible de
30 superposer à ce premier empilement un second, décalé vers les plus fortes longueurs d'onde. Il a donc été

ajouté au premier groupe d'empilement, un deuxième identique centré à une longueur d'onde de référence $\lambda_1 = m\lambda_0$. En d'autres termes, les inventeurs ont multiplié les épaisseurs de ce deuxième groupe par m et considéré
5 l'empilement total suivant à la longueur d'onde de référence λ_0 :

$$N \times (0,5L/H/0,5L) + N \times (0,5mL/mH/0,5mL).$$

Ils ont posé, dans un premier temps $N=5$ et le comportement du filtre en fonction de m a été analysé.

10 Les spectres de transmission calculés sont représentés sur la figure 10 en annexe. Sur cette figure, l'axe des abscisses indique la longueur d'onde en nm et l'axe des ordonnées, la transmission en pourcent. La référence 31 indique la courbe obtenue
15 avec $m = 1,1$, la référence 33 avec $m = 1,2$, la référence 35 avec $m = 1,3$ et la référence 37 avec $m = 1,4$.

$m=1,3$ a ainsi été choisi car cette valeur donne un bon compromis entre zone de réjection dans le proche infrarouge et transmission visible par rapport aux
20 spécifications données.

Ce choix n'est pas primordial car il ne s'agit que d'une architecture de départ dont les épaisseurs de chaque couche seront ensuite modifiées par calcul.

Cette méthode peut être poursuivie en rajoutant un
25 troisième groupe décalé vers les plus hautes longueurs d'onde. Plusieurs calculs ont été effectués dans ce sens mais les résultats n'ont pas été probants. En effet, un élargissement de la zone de réjection est constaté, mais la fenêtre de transmission est
30 considérablement réduite et s'éloigne trop des spécifications de départ. De plus, le nombre de couches

à déposer augmente ce qui ne va pas dans le sens de la réduction des coûts de traitement.

En revanche, il est possible d'augmenter le nombre de couches de chaque groupe pour obtenir une fenêtre de transmission aux pentes plus abruptes.

E. Choix du réflecteur infrarouge

Le matériau réflecteur infrarouge choisi dans cet exemple est de l'oxyde d'indium dopé à l'étain (ITO).
10 Les propriétés optiques des couches d'ITO déposées ont été modélisées. Les inventeurs ont cherché à retrouver les valeurs des indices n et k du matériau et ainsi ont pu calculer les spectres de réflexion et de transmission de l'empilement total filtre
15 visible + filtre IR.

1. Modélisation des propriétés optiques de l'ITO

Les propriétés optiques des couches d'ITO déposées ont été modélisées. Les inventeurs ont cherché à
20 retrouver les valeurs des indices n et k du matériau et ainsi ils ont pu calculer les spectres de réflexion et transmission de l'empilement total, c'est-à-dire filtre visible + filtre IR.

Le modèle de Drude rend compte de la présence de
25 porteurs libres dans les matériaux réflecteurs en particulier des métaux. Couplé avec le modèle de Lorentz qui considère la présence de porteurs liés dans les matériaux diélectriques, il permet de modéliser les propriétés optiques de matériaux comme l'ITO. Les
30 indices n et k du matériau, puis les spectres de

réflexion et de transmission à partir de la fonction diélectrique issue de ce modèle ont été calculés.

La méthode est la suivante : des valeurs de départ des paramètres γ et ω_p du modèle de Drude des équations
5 de la fonction diélectrique, ont été choisies puis n et k de la couche modélisée puis R et T de l'ensemble couche/substrat ont été calculés. Une minimisation numérique par méthode des moindres carrés converge vers les paramètres du modèle tels que spectres calculés et
10 expérimentaux soient superposés au mieux.

L'épaisseur de la couche a également été déterminée par calcul puis comparée à la mesure. Ces paramètres finaux ont donné un spectre de dispersion des valeurs de n et k qui a permis d'extrapoler les
15 propriétés optiques de la couche à une épaisseur quelconque. Plusieurs ITO de nature différente ont ainsi été modélisées.

La figure 3 en annexe montre la superposition entre les spectres expérimentaux en réflexion et
20 transmission et recalculés ou modélisés pour l'un d'entre eux. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente la longueur d'onde λ en nm, l'axe des ordonnées représente la transmission ou la réflexion en pourcent. Sur cette figure, les courbes référencées 5A
25 et 5B représentent respectivement les spectres de transmission et de réflexion calculés par le modèle de Drude et les courbes référencées 7A et 7B représentent respectivement les spectres de transmission et de réflexion obtenus selon l'invention.

Un bon accord entre l'expérience et le calcul notamment dans la partie infrarouge du spectre peut être constaté.

Le domaine des plus courtes longueurs d'onde est
5 moins bien simulé probablement parce que l'absorption du substrat verre est sous-estimée. De plus, le calcul ne prend pas en compte le début de l'absorption du matériau aux plus grandes énergies, proches de son "gap". Cette absorption visible a été, dans un premier
10 temps, négligée pour prédire l'épaisseur de réflecteur nécessaire à la fabrication du filtre. Par la suite, lorsque l'empilement a été déposé, il a été vérifié que cette absorption est négligeable.

15 2. Etude des paramètres de dépôt de la couche d'ITO : influence du recuit

L'oxyde d'indium dopé à l'étain a été déposé par pulvérisation cathodique magnétron sur verre, à partir d'une cible frittée dont la composition est de 10% en
20 masse d'oxyde d'étain dans In_2O_3 . La qualité optique de cet oxyde déposé en couche mince dépend du taux d'oxygène dans le film ainsi que de son état cristallin.

Pour conserver la même stoechiométrie que celle de
25 l'oxyde massif, il est nécessaire d'ajouter un certain pourcentage d'oxygène dans l'enceinte lors du dépôt. La figure 11 en annexe illustre l'effet du recuit d'une couche d'ITO sur les propriétés optiques de réflexion et de transmission de cette couche.

30 Sur cette figure, l'axe des abscisses indique la longueur d'onde λ en nm, et l'axe des ordonnées, la

réflexion ou la transmission en pourcent. Les références 39A et 39B indiquent respectivement les spectres de transmission et de réflexion de l'ITO sans recuit, les références 41A et 41B indiquent
5 respectivement les spectres de transmission et de réflexion de l'ITO avec un recuit à 200°C, et les références 43A et 43B indiquent respectivement les spectres de transmission et de réflexion de l'ITO avec un recuit à 300°C. Ces spectres ont été obtenus après
10 une optimisation de la teneur en oxygène.

Le traitement thermique à 200°C ne suffit pas pour remplir les spécifications du filtre infrarouge. A 300°C, l'oxyde devient réflecteur à 80% dans l'infrarouge et la longueur d'onde de coupure est à
15 1,3 µm. Les propriétés optiques de ce matériau sont alors optimisées.

F. Expression quantitative des spécifications données ci-dessus :

20 Les spécifications relatives aux performances du filtre sont au nombre de 5. Le tableau 3 ci-dessous reprend les valeurs à atteindre ainsi que celles obtenues avec le filtre verre dopé de l'art antérieur.

Tableau 3
Spécifications recherchées comparées aux performances
obtenues par l'ensemble filtre verre dopé

Définition	Spécifications recherchées	Filtre verre dopé
Radian énergétique RE	$\leq 4,5 \text{ mW/m}^2.\text{Lux}$	2,5 à 4
Transmission moyenne visible T_{vis}	≥ 60	61,1
Température de couleur T_{COUL}	entre 3500 et 4000 K	3583
Indice de rendu de couleur IRC ou R_A	≥ 90	96,9
R_9	≥ 50	82,9

5 G. Détermination des différentes couches de l'architecture retenue

Les inventeurs ont étudié les performances de l'empilement en fonction de l'épaisseur de l'ITO. Pour chaque valeur d'épaisseur, la partie diélectrique a été
 10 recalculée afin de s'approcher au mieux des spécifications recherchées et surtout de limiter les effets d'oscillation de la transmission dans la partie visible du spectre.

Les épaisseurs de chaque couche ont ainsi été
 15 recalculées mais restent liées entre elles. En fait, les coefficients multiplicateurs des deux groupes ont été calculés par rapport à la longueur d'onde de référence. Enfin, après cette optimisation, les 5 grandeurs précédentes ont été recalculées.

Les résultats obtenus sont regroupés sur la figure 12 en annexe. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente l'épaisseur d'ITO en nm, l'axe des ordonnées de gauche représente dans la partie inférieure le
5 radian énergétique en $\text{mW/m}^2 \cdot \text{Lux}$, et dans la partie supérieure le pourcentage de transmission et l'axe des ordonnées de droite représente la température de couleur en K.

En fonction de l'épaisseur de la couche d'ITO, la
10 référence 45 indique la courbe de variation du radian énergétique RE, la référence 47 indique la courbe de variation de transmission T dans le visible, la référence 49 indique la variation de la température de couleur Tc, la référence 51 indique la variation de
15 l'indice de rendu de couleur Ra, et la référence 53 indique la variation de l'indice de rendu de couleur dans le rouge R₉.

Les deux grandeurs intéressantes en priorité sont le radian énergétique et la transmission moyenne
20 visible. On constate qu'elles vont en sens inverse. En effet, on diminue la valeur de RE en augmentant l'épaisseur d'ITO ce qui entraîne une réduction de la transmission IR, qui s'accompagne donc d'une diminution de la transmission visible. Ainsi, pour une épaisseur
25 d'ITO de 250 nm, la limite basse de transmission visible, c'est-à-dire 60% est atteinte alors que le radian énergétique est encore largement supérieur à 5.

Les objectifs ne sont pas atteints avec l'empilement multicouche diélectrique + ITO précité, la
30 solution initiale a donc été modifiée.

Comme constaté sur la figure 9 en annexe, en augmentant le nombre de couches de chaque empilement, la frontière entre zone transparente et zone de réjection devient plus abrupte et le filtrage de cette dernière plus efficace. Cette remarque est d'autant plus importante que la source lumineuse est très énergétique dans cette zone.

Le nombre de couches par groupe a donc été augmenté de manière à réduire encore le niveau de transmission entre 750 et 1200 nm et donc le radian énergétique comme le montre la figure 13 en annexe.

Cette figure illustre l'amélioration des performances de filtrage de l'architecture avec le nombre d'empilements. L'axe des abscisses représente la longueur d'onde λ en nm et l'axe des ordonnées la transmission en pourcent. Les références 55, 57, 59 et 61 indiquent respectivement les courbes obtenues avec $N = 5$, $N = 6$, $N = 7$ et $N = 8$. La référence 63 indique le spectre d'émission de la lampe source et les flèches indiquent l'importance du radian énergétique.

Pour améliorer la solution, un degré de liberté supplémentaire a été nécessaire en laissant libres, pendant le calcul, les épaisseurs de chaque couche indépendamment les unes des autres.

Les performances du filtre notamment dans la forme de la fenêtre de transmission visible peuvent être améliorées.

Partant toujours de l'architecture initiale $N \times (0,5L/H/0,5L) + N \times (0,65L/1,3H/0,65L)/ITO/Substrat$, plusieurs études paramétriques en fonction de l'épaisseur d'ITO ont été entreprises avec, à chaque

fois, un nombre de couches différents : $N=6, 7, 8$, etc... et des épaisseurs re-optimisées indépendamment.

Pour atteindre les spécifications ci-dessus, les calculs montrent qu'il faut 33 couches au total, c'est-

5. à-dire $N=8$.

L'étude paramétrique, conduisant à cette solution et donnant l'épaisseur d'ITO nécessaire, est proposée sur la figure 14 en annexe. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente l'épaisseur d'ITO en nm, l'axe des ordonnées de gauche représente dans sa partie inférieure, le radian énergétique en $\text{mW/m}^2\cdot\text{Lux}$, et dans sa partie supérieure, la transmission en pourcent et l'axe des ordonnées de droite représente la température de couleur en K.

15 En fonction de l'épaisseur de la couche d'ITO, la référence 65 indique la courbe de variation du radian énergétique RE, la référence 67 indique la courbe de variation de la transmission T dans le visible, la référence 69 indique la variation de la température de couleur Tc, la référence 71 indique la variation de l'indice de rendu de couleur RA et la référence 73 indique la variation de l'indice de rendu de couleur dans le rouge R_9 .

25 Une épaisseur d'ITO de 250 nm permet d'atteindre un radian énergétique inférieur ou égal à 4,5.

Toutes les spécifications sont alors atteintes puisque l'on a :

$$RE = 4,45, T_{\text{COUL}} = 3514, T_{\text{VIS}} = 65,3, R_A = 97,3, R_9 = 97,0$$

30 Le spectre de transmission théorique est proposé sur la figure 15 en annexe. Cette figure est décrite ci-dessous.

H. Fabrication du filtre de la présente invention

1. Le substrat

Les substrats en forme de trapèze sont en verre standard. Cette découpe permet de tester en grandeur
5 réelle un ensemble de 6 pièces assemblées autour d'une lampe source, dans les conditions opérationnelles.

Ce verre a été caractérisé en ellipsométrie et en transmission. Son épaisseur est de 2 mm et le spectre de transmission d'un échantillon nu est proposé sur la
10 figure 4 en annexe. Sur cette figure, T représente la transmission en pourcent et λ la longueur d'onde en nm.

De ces caractéristiques, les propriétés optiques n et k ont été extraites afin de calculer précisément le spectre de transmission totale du filtre sur ce
15 substrat.

2. Le dépôt

Dans un premier temps, la couche d'ITO est déposée sur le substrat verre par pulvérisation cathodique
20 magnétron réactive. Elle est recuite à 300°C sous atmosphère N_2 pendant 1 heure. Les spectres en transmission et réflexion sont mesurés afin de vérifier que l'ITO possède les bonnes caractéristiques optiques.

L'empilement SiO_2/TiO_2 est ensuite déposé par
25 évaporation comme décrit auparavant. La vitesse de dépôt des couches est contrôlée par une balance à quartz qui pilote les canons à ions et à électrons. Le dépôt des 33 couches diélectriques dure environ 6 heures.

30 L'empilement obtenu est donné dans le tableau 4 suivant :

Tableau 4
Empilement obtenu

<u>Couche</u>	<u>Matériau</u>	<u>Epaisseur (nm)</u>
34	SiO ₂	64
33	TiO ₂	85
32	SiO ₂	155
31	TiO ₂	89
30	SiO ₂	147
29	TiO ₂	87
28	SiO ₂	144
27	TiO ₂	87
26	SiO ₂	153
25	TiO ₂	85
24	SiO ₂	145
23	TiO ₂	91
22	SiO ₂	149
21	TiO ₂	91
20	SiO ₂	157
19	TiO ₂	94
18	SiO ₂	169
17	TiO ₂	112
16	SiO ₂	189
15	TiO ₂	121
14	SiO ₂	191
13	TiO ₂	125
12	SiO ₂	193
11	TiO ₂	123
10	SiO ₂	192
9	TiO ₂	124
8	SiO ₂	199
7	TiO ₂	124
6	SiO ₂	197
5	TiO ₂	128
4	SiO ₂	190
3	TiO ₂	119
2	SiO ₂	172
1	ITO	250
Substrat	Verre	

3. Résultats expérimentaux - calculs des différents paramètres

Le spectre de transmission obtenu sur l'empilement fabriqué est proposé sur la figure 15 en annexe et superposé au spectre théorique. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente la longueur d'onde en nm et l'axe des ordonnées la transmission en pourcent. La référence 75 indique le spectre théorique, et la référence 77 le spectre expérimental obtenu.

Deux choses peuvent être constatées :

- le niveau de transmission visible, $T_{VIS}=51\%$ est inférieur à la valeur attendue de 65%, et
- il existe un léger décalage de 30 nm environ vers les plus faibles longueurs d'onde.

Pour ce qui est de la première remarque, on peut penser que le TiO_2 final est probablement plus absorbant que la valeur déterminée par les mesures ellipsométriques sur couches unitaires. Une modification de quelques 10^{-3} suffit à diminuer la transmission de l'empilement complet de plus de 10%. Les moyens de caractérisation utilisés, en limite de sensibilité, n'ont pas permis de déterminer k avec plus de précision.

Le décalage de la fenêtre de transmission vers les plus faibles longueurs d'onde vient d'une certaine imprécision dans le contrôle des épaisseurs durant la croissance. Cela est confirmé par une mesure mécanique de marche sur le bord du filtre qui indique 4,26 μm au lieu des 4,49 μm prévus.

Un industriel équipé en mesure optique in situ pourra facilement résoudre cette marge d'incertitude.

Le tableau 5 regroupe les valeurs des paramètres calculés avec cet empilement expérimental. On constate, mis à part ce problème de transmission visible, que toutes ces valeurs répondent aux spécifications recherchées.

Tableau 5
Spécifications demandées, résultats théoriques et expérimentaux

	Valeurs théoriques	Valeurs expérimentales
Radian énergétique RE (mW/m ² /Lux)	4,45	3,92
Transmission moyenne visible T _{vis}	65,3%	50,8%
Température de couleur T _{COUL}	3514	3490
Indice de rendu de couleur IRC ou R _A (normes CIE*)	97,3	97,4
R ₉ (normes CIE*)	97,0	89,2

* Compagnie Internationale d'Eclairage

Ces résultats montrent que la réalisation d'un tel filtre est démontrée théoriquement et expérimentalement.

Exemple 2 : Filtre de la présente invention dans lequel le filtre interférentiel est un filtre SiO₂/Si₃N₄

Le filtre SiO₂/Si₃N₄ a été déposé par plasma micro-onde IDECR ("Integrated Distributed Electron Cyclotron Resonance"). L'intérêt d'un tel dispositif est le

dépôt à basse température. En effet, il est possible de déposer une couche de SiO_2 sur un substrat de polycarbonate présentant de bonnes qualités optiques. Par ailleurs, la configuration géométrique de ce type de réacteur autorise le dépôt sur de grandes surfaces.

Comme pour le couple $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, les indices des nitrure et oxyde de silicium en monocouche ont été déterminés. Utilisant leurs spectres de dispersion pour le calcul du spectre de transmission, l'empilement suivant de 25 couches sur verre (L : SiO_2 , H : Si_3N_4) a été réalisé :

$$6 \times (0,5\text{L}/\text{H}/0,5\text{L}) + 6 \times (0,65\text{L}/1,3\text{H}/0,65\text{L})$$

La figure 17 en annexe regroupe les spectres de transmission théorique et expérimentale de l'empilement réalisé. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente la longueur d'onde λ en nm et l'axe des ordonnées représente la transmission dans le visible en pourcent. La référence 79 indique le spectre théorique et la référence 81 indique le spectre expérimental.

On constate de très bons résultats en longueur d'onde, au moins dans la partie visible du spectre. Cette opération permet, d'une part, de valider les calculs prédictifs des spectres de transmission des empilements choisis et, d'autre part, de constater la bonne maîtrise des épaisseurs durant les dépôts. En effet, lorsque l'épaisseur des couches est contrôlée in situ par ellipsométrie, il est possible de réagir sur l'équipement à la moindre dérive.

Dans une autre expérience, la même architecture que pour le couple $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ a été reprise, les performances d'un tel filtre en fonction de l'épaisseur

d'ITO ont été calculées. Les indices mesurées des deux matériaux diélectriques sont les suivants :

$$\text{à } 600 \text{ nm et } k = 0 : \begin{cases} n_{\text{SiO}_2} = 1,458 \\ n_{\text{TiO}_2} = 1,916 \end{cases}$$

L'empilement suivant a été réalisé sur un substrat
5 de verre :

$$8 \times (0,5\text{L}/\text{H}/0,5\text{L}) + 8 \times (0,65\text{L}/1,3\text{H}/0,65\text{L})/\text{ITO}$$

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 18 en annexe. Sur cette figure, l'axe des abscisses représente l'épaisseur d'ITO en nm, l'axe des ordonnées de gauche, dans sa partie inférieure
10 représente le radian énergétique en $\text{mW}/\text{m}^2 \cdot \text{Lux}$ et dans sa partie supérieure la transmission en pourcent, et l'axe des ordonnées de droite représente la température de couleur en K. En fonction, de l'épaisseur de la
15 couche d'ITO, la référence 83 indique la courbe de variation du radian énergétique RE, la référence 85 indique la courbe de variation de la transmission T dans le visible, la référence 87 indique la variation de la température de couleur Tc, la référence 89
20 indique la variation de l'indice de rendu de couleur RA et la référence 91 indique la variation de l'indice de rendu de couleur dans le rouge R₉.

On constate que pour une épaisseur de 400 nm d'ITO, on obtient une transmission visible proche de
25 60% mais un radiant énergétique de 6,12.

Il était prévisible que les performances d'un tel filtre soient inférieures à celle de l'empilement SiO₂/TiO₂ pour le même nombre de couches puisque le contraste d'indice du couple SiO₂/Si₃N₄ est nettement
30 plus faible : Δn environ égal à 0,5 à 600 nm. Les

performances de ce filtre peuvent être améliorées, par exemple en augmentant le nombre de courbes.

Conclusion

5 Les inventeurs ont déterminé un canevas d'architecture permettant de répondre à des spécifications demandées dans le domaine visible. Dans les exemples, ils ont choisi notamment le couple de matériaux diélectriques à fort contraste d'indice
10 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. Après caractérisation de couches unitaires, ils ont défini la méthode de croissance et les paramètres de dépôt.

La deuxième partie de ce travail consistait à définir et déposer un matériau réflecteur infrarouge
15 permettant de filtrer tout rayonnement après $1,5\ \mu\text{m}$ et ne perturbant pas les propriétés optiques du filtre diélectrique. L'ITO répond à ces spécifications. Ils ont déterminé les paramètres de dépôt et appliqué un traitement thermique après dépôt, afin d'optimiser le
20 matériau.

Pour l'autre voie explorée $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ déposés par plasma, les empilements calculés et réalisés ne sont pas suffisamment performants à cause du faible contraste d'indice. L'augmentation du nombre de couches
25 peut permettre d'améliorer les filtres.

Une maquette a été réalisée puis caractérisée. Les résultats obtenus sont peu différents de ceux attendus. En effet, un plus faible niveau de transmission dans le domaine visible et un léger décalage spectral de la
30 réponse du filtre ont été observés. Un industriel possédant des installations équipées d'instruments de

caractérisation in situ lui permettant d'agir sur les paramètres de dépôt en cours de croissance saura atteindre exactement les spécifications demandées.

REVENDEICATIONS

1. Filtre anticalorique comprenant un substrat, au moins une couche d'un matériau réflecteur infrarouge, et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible, dans lequel le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible comprend au moins deux groupes d'empilement différents, dans lequel un premier groupe d'empilement présente une alternance d'un premier film et d'un deuxième film répétée N fois et dans lequel un deuxième groupe d'empilement présente une alternance d'un troisième film et d'un quatrième film répétée N fois, le premier et/ou le deuxième film(s) se différenciant respectivement du troisième et/ou du quatrième films(s) par leur épaisseur, le premier et le troisième films ayant une épaisseur L ou multiple de L et étant constitué d'un premier matériau ayant un indice de réfraction n_1 , et le deuxième et le quatrième films ayant une épaisseur H ou multiple de H et étant constitué d'un deuxième matériau ayant un indice de réfraction n_2 , dans lequel N est un nombre entier ≥ 3 et H et L sont des épaisseurs géométriques, et dans lequel N, H, L, n_1 et n_2 sont tels que le revêtement formant un filtre interférentiel présente une fenêtre de transmission située entre 400 et 800 nm.

2. Filtre anticalorique selon la revendication 1, dans lequel la couche du matériau réflecteur infrarouge recouvre au moins une surface du substrat, et le revêtement formant un filtre interférentiel dans le

domaine visible recouvre ladite couche du matériau réflecteur infrarouge.

3. Filtre selon la revendication 1 ou 2, dans
5 lequel le matériau réflecteur infrarouge est un oxyde conducteur transparent.

4. Filtre selon la revendication 1 ou 2, dans
lequel le matériau réflecteur infrarouge est de l'oxyde
10 d'indium dopé à l'étain.

5. Filtre selon la revendication 4, dans lequel
l'oxyde d'indium dopé à l'étain présente un rapport
Sn/In allant d'environ 9 à environ 11% en masse.

15

6. Filtre selon la revendication 5, dans lequel le
premier matériau est SiO_2 et dans lequel le deuxième
matériau est TiO_2 .

20 7. Filtre selon la revendication 6, dans lequel le
revêtement formant un filtre interférentiel dans le
domaine visible comprend un premier groupe d'empilement
présentant une alternance de type 0,5L/H/0,5L répétée 8
fois.

25

8. Filtre selon la revendication 7, comprenant en
outre un deuxième groupe d'empilement présentant une
alternance de type 0,65L/1,3H/0,65L répétée 8 fois.

9. Filtre selon la revendication 5, dans lequel le premier matériau est SiO_2 et dans lequel le deuxième matériau est Si_3N_4 .

5 10. Filtre selon la revendication 9, dans lequel le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible comprend un premier groupe d'empilement présentant une alternance de type 0,5L/H/0,5L répétée 6 fois.

10

11. Filtre selon la revendication 10 comprenant en outre un deuxième groupe d'empilement présentant une alternance de type 0,65L/1,3H/0,65L répétée 6 fois.

15 12. Filtre anticalorique selon la revendication 2, dans lequel le substrat est un substrat de verre, la couche d'oxyde conducteur transparent est une couche d'oxyde d'indium dopée à l'étain, et le revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine
20 visible est un empilement dans lequel alternent des films de SiO_2 et des films de TiO_2 , l'empilement commençant par un film de SiO_2 déposé sur la couche d'ITO et se terminant par un film de SiO_2 en contact avec l'atmosphère, ledit empilement comprenant 17 films
25 de SiO_2 et 16 films de TiO_2 .

13. Filtre anticalorique selon la revendication 1, dans lequel le substrat est un substrat de verre ou de plastique.

30

14. Filtre anticalorique comprenant un substrat de verre, une couche d'ITO, et un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine du visible comprenant deux groupes d'empilement différents de
5 films de SiO_2 et de films de TiO_2 , dans lequel chaque groupe d'empilement présente une alternance de films de SiO_2 et de films de TiO_2 répétée 8 fois, ledit filtre ayant la structure suivante :

<u>Couche</u>	<u>Matériau</u>	<u>Epaisseur (nm)</u>
34	SiO ₂	64
33	TiO ₂	85
32	SiO ₂	155
31	TiO ₂	89
30	SiO ₂	147
29	TiO ₂	87
28	SiO ₂	144
27	TiO ₂	87
26	SiO ₂	153
25	TiO ₂	85
24	SiO ₂	145
23	TiO ₂	91
22	SiO ₂	149
21	TiO ₂	91
20	SiO ₂	157
19	TiO ₂	94
18	SiO ₂	169
17	TiO ₂	112
16	SiO ₂	189
15	TiO ₂	121
14	SiO ₂	191
13	TiO ₂	125
12	SiO ₂	193
11	TiO ₂	123
10	SiO ₂	192
9	TiO ₂	124
8	SiO ₂	199
7	TiO ₂	124
6	SiO ₂	197
5	TiO ₂	128
4	SiO ₂	190
3	TiO ₂	119
2	SiO ₂	172
1	ITO	250
Substrat	Verre	

15. Système optique choisi dans le groupe comprenant une lampe, une lampe de bureau, un système

d'éclairage par fibres optiques, un vitrage, un système de projection optique et une ampoule, caractérisé en ce qu'il comprend un filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 précédentes.

5

16. Eclairage opératoire ou lampe de soins comprenant un filtre anticalorique selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 précédentes.

10 17. Procédé de fabrication du filtre anticalorique défini dans la revendication 1 précédente, ledit procédé comprenant les étapes consistant à :

a) fournir un substrat,

b) déposer sur au moins une surface dudit substrat

15 une couche d'un matériau réflecteur infrarouge,

c) déposer sur ladite couche du matériau infrarouge un revêtement formant un filtre interférentiel dans le domaine visible.

20 18. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le matériau réflecteur infrarouge étant de l'oxyde d'indium dopé à l'étain, il est déposé par pulvérisation cathodique magnétron sur le substrat.

25 19. Procédé selon la revendication 18, dans lequel la pulvérisation cathodique magnétron est réalisée à partir d'une cible frittée dont la composition est d'environ 9 à environ 11% en masse d'oxyde d'étain, dans In_2O_3 .

30

20. Procédé selon la revendication 18 comprenant en outre une étape a₁) de recuit du matériau réflecteur infrarouge déposé sur le substrat.

5 21. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le filtre interférentiel étant celui défini dans la revendication 7 précédente, l'étape c) de dépôt du filtre interférentiel est une étape de dépôt des films réalisée par une technique d'évaporation sous vide ou
10 de pulvérisation cathodique.

22. Procédé selon la revendication 17, dans lequel l'étape de dépôt des films est réalisée par évaporation réactive assistée réactive.

15

23. Procédé selon la revendication 17, dans lequel le filtre interférentiel étant celui défini dans la revendication 10 précédente, l'étape c) de dépôt du filtre interférentiel est une étape de dépôt des films
20 réalisée par une technique de dépôt plasma.

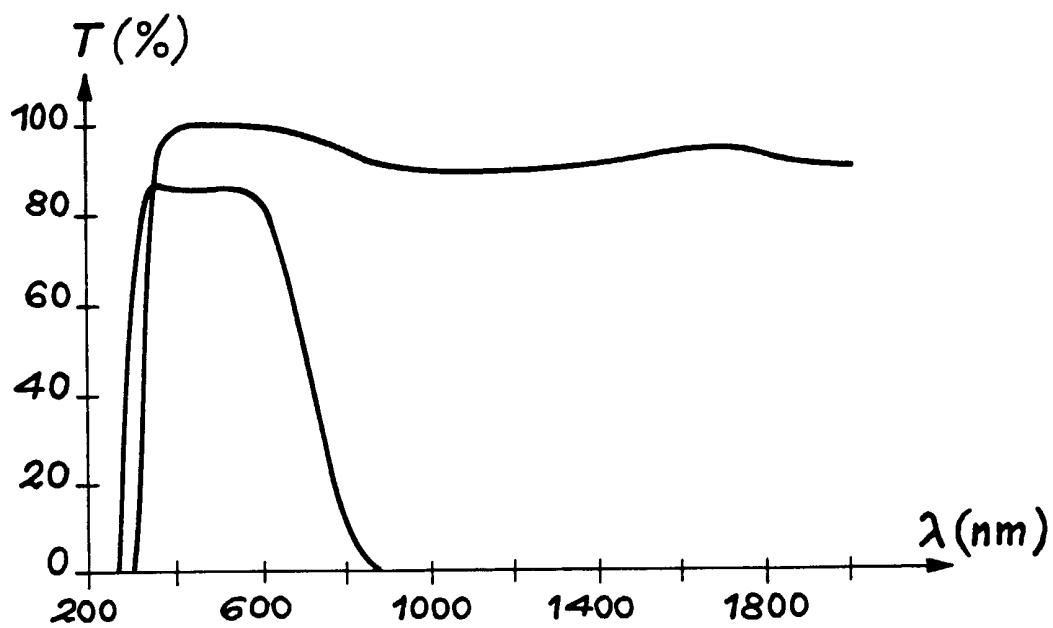


FIG. 1

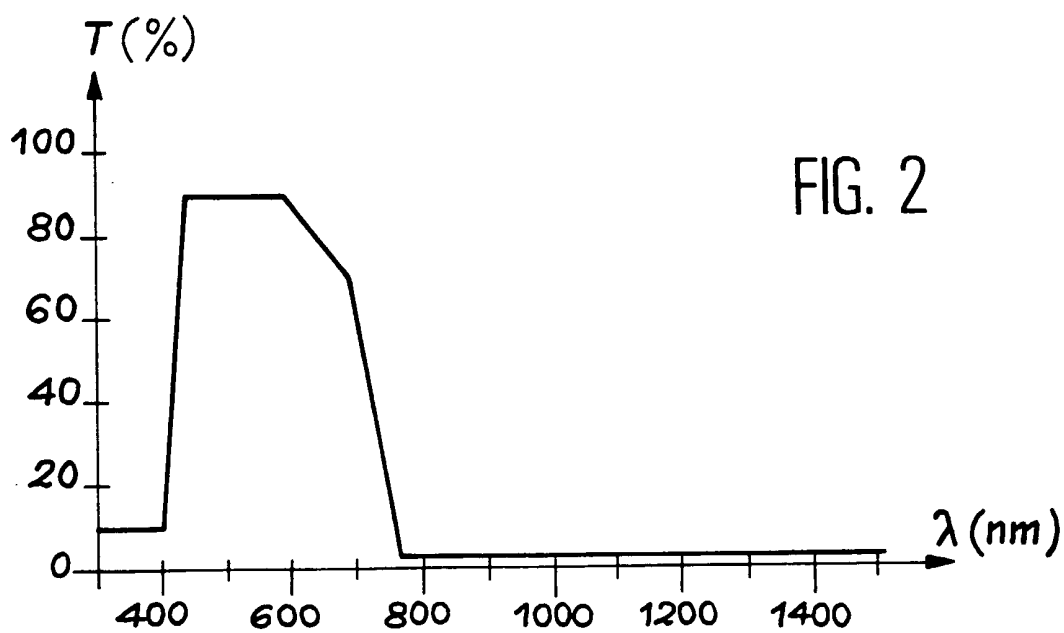
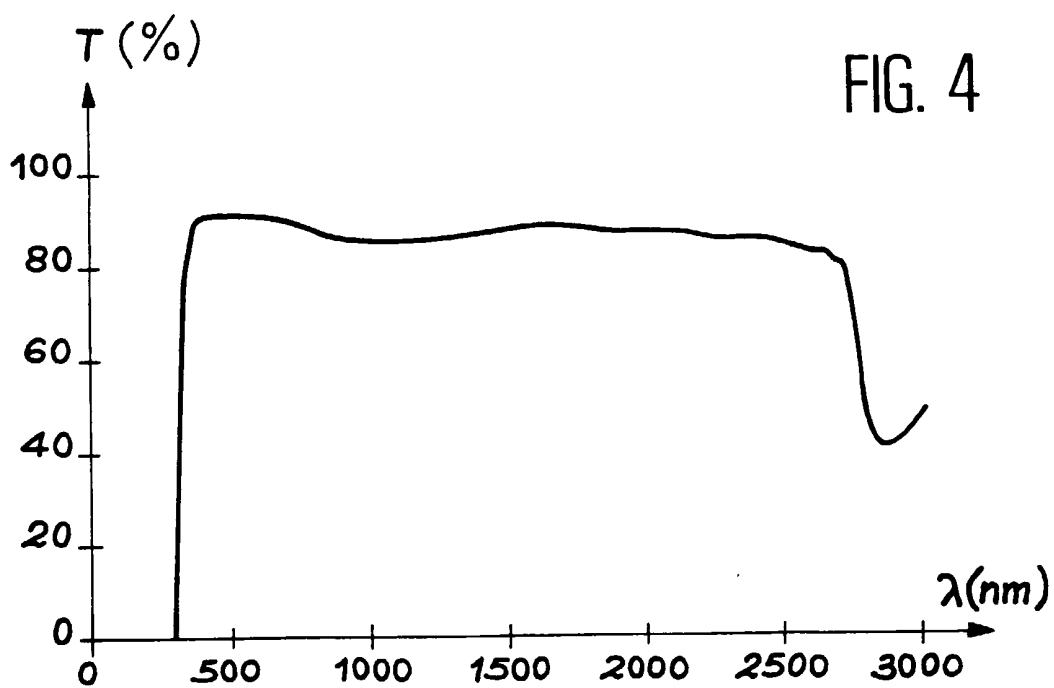
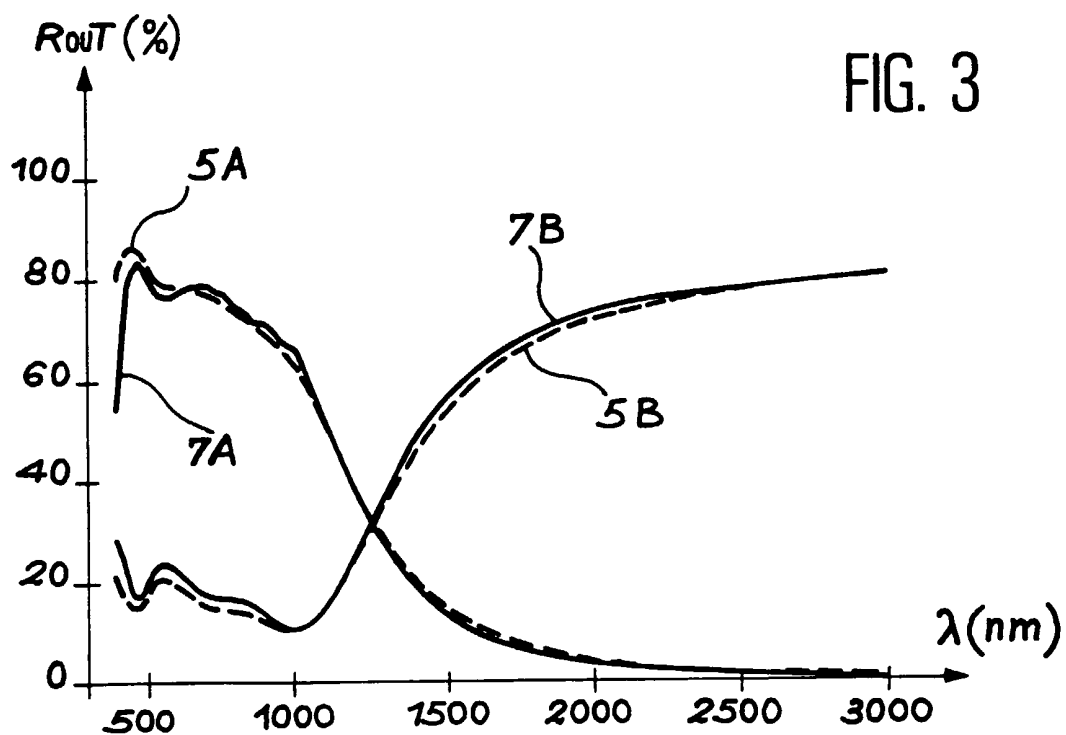
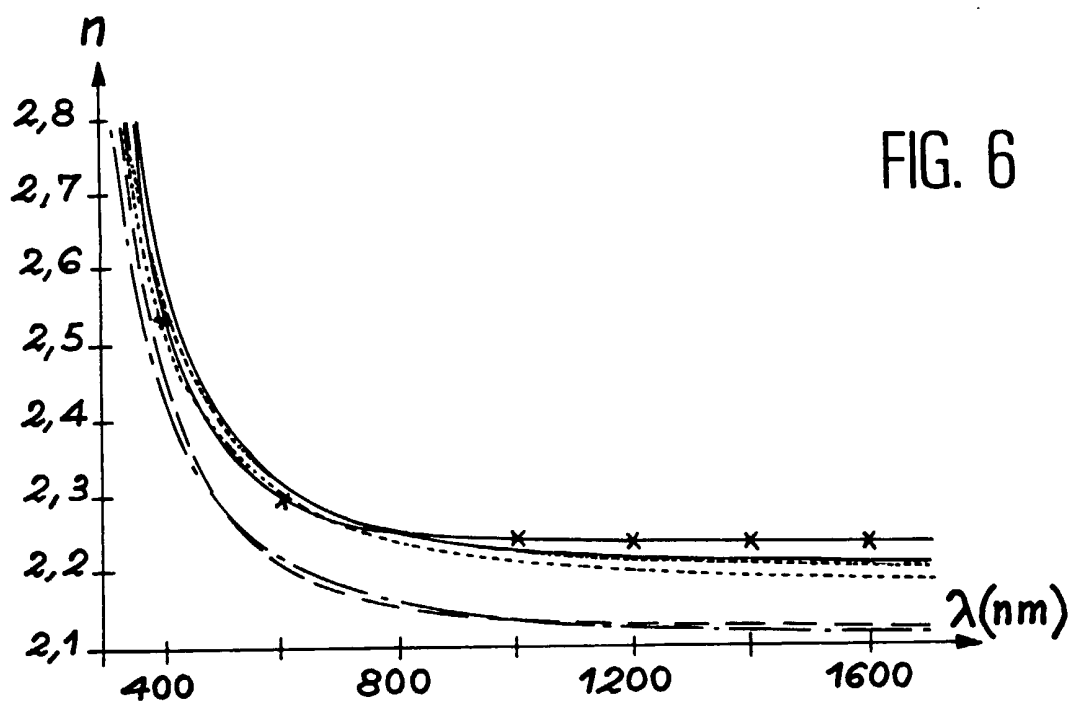
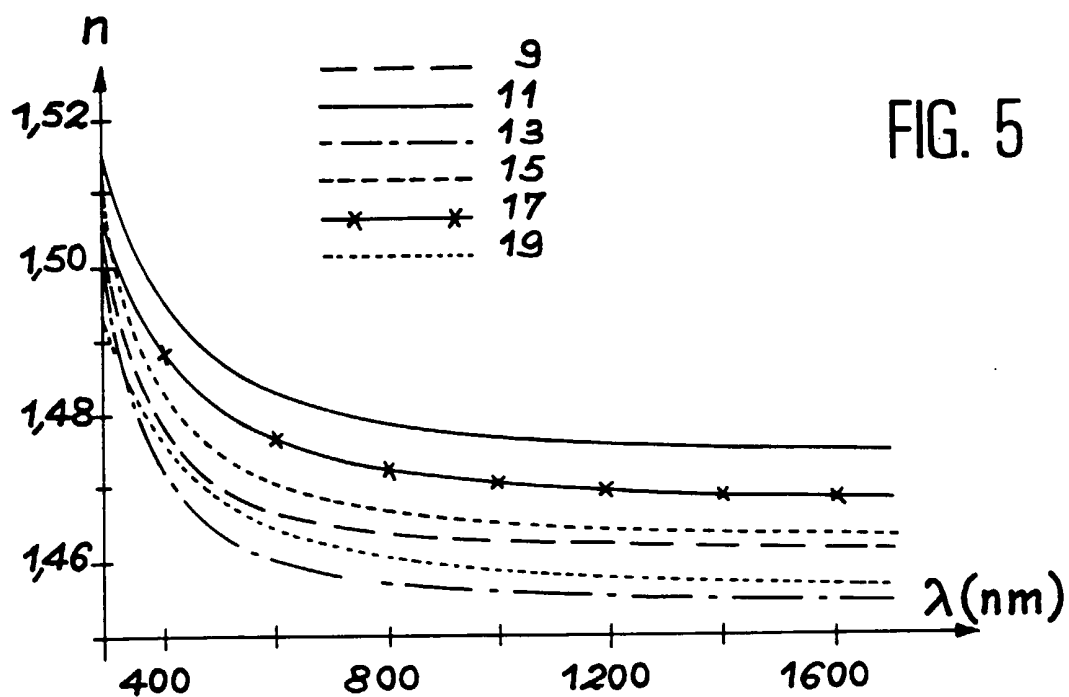
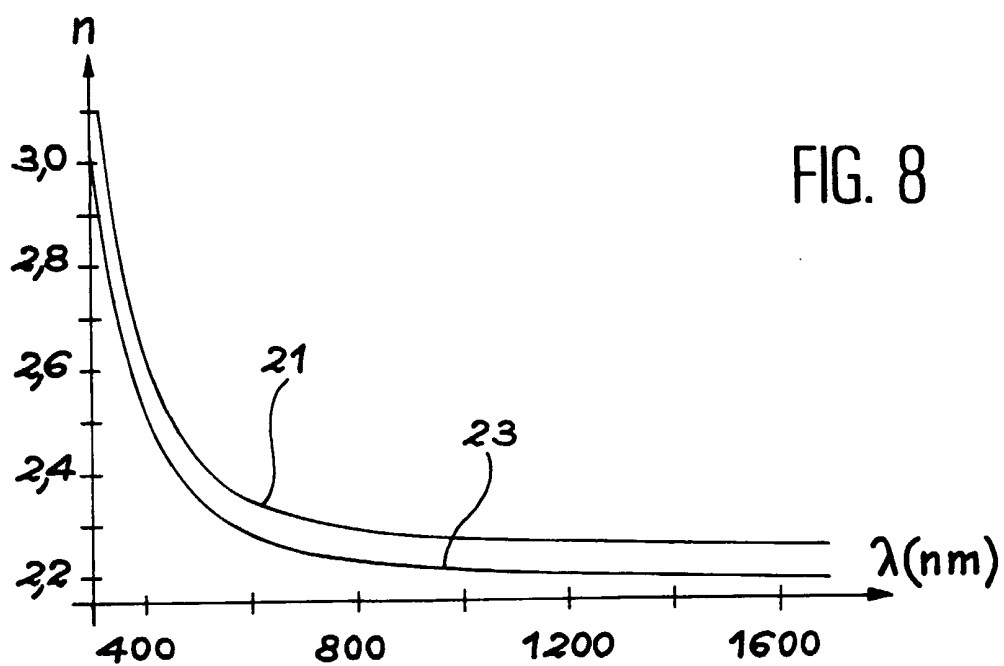
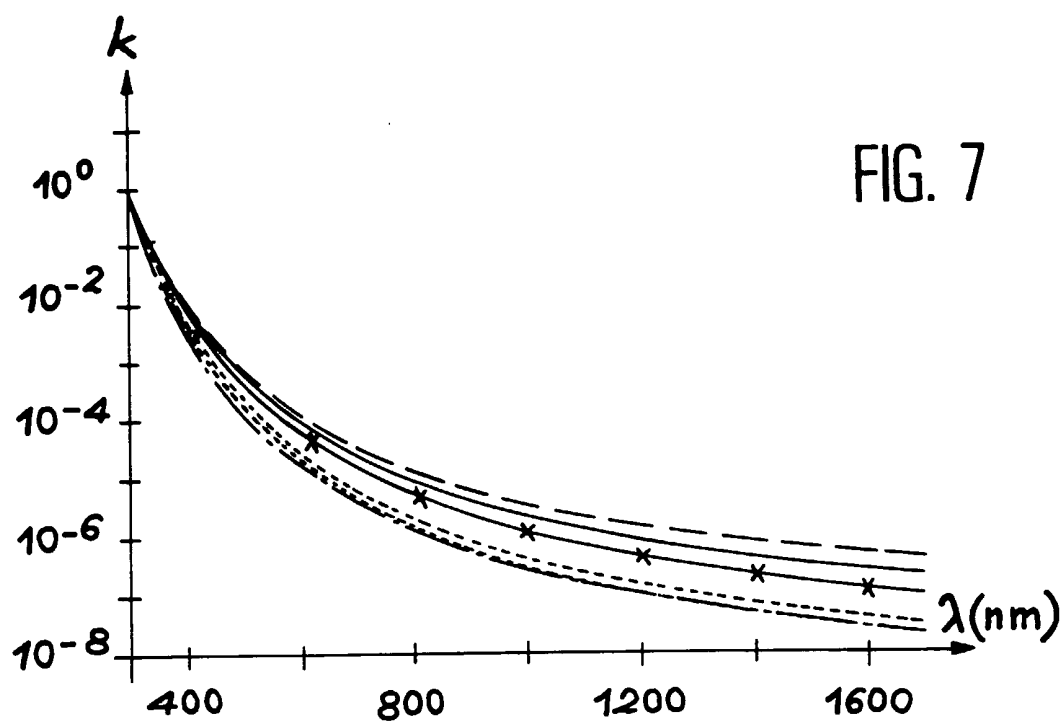


FIG. 2







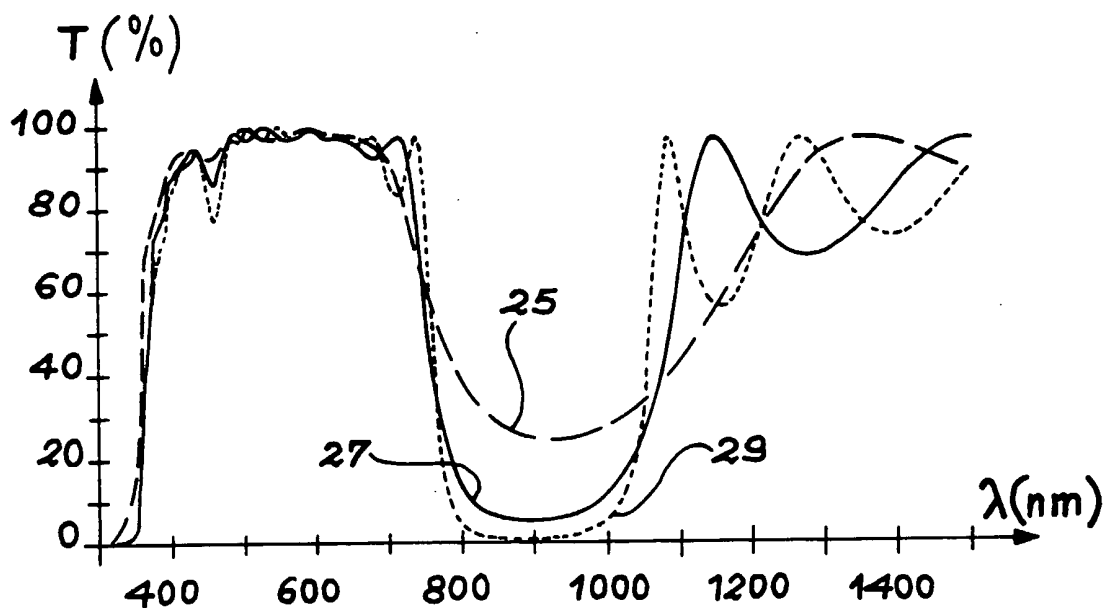


FIG. 9

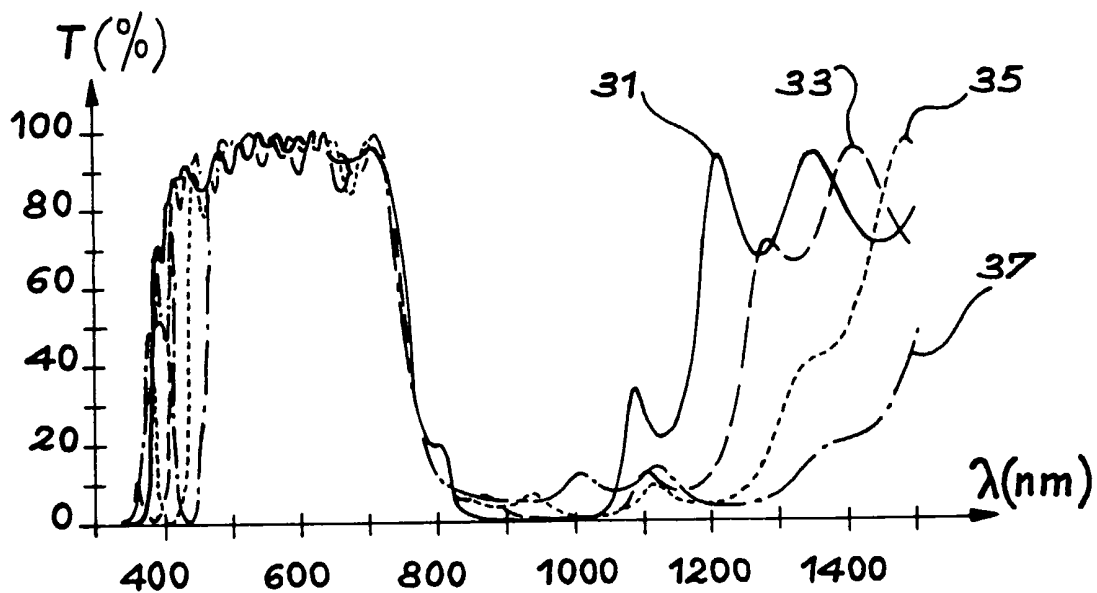
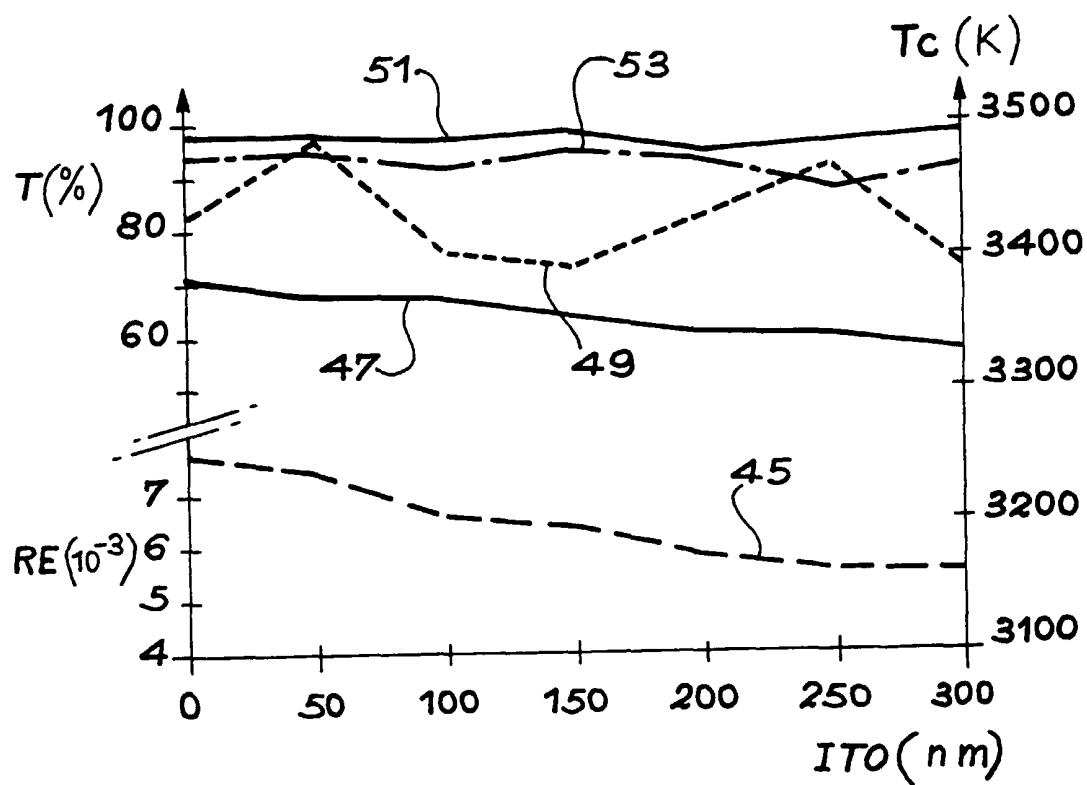
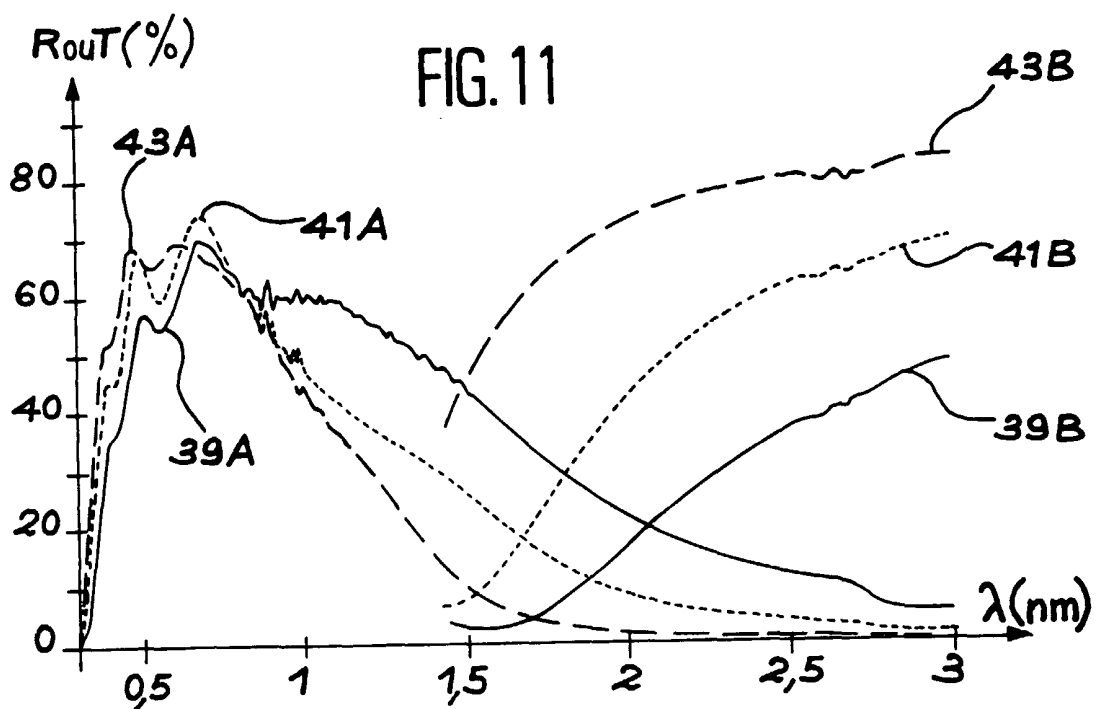


FIG. 10



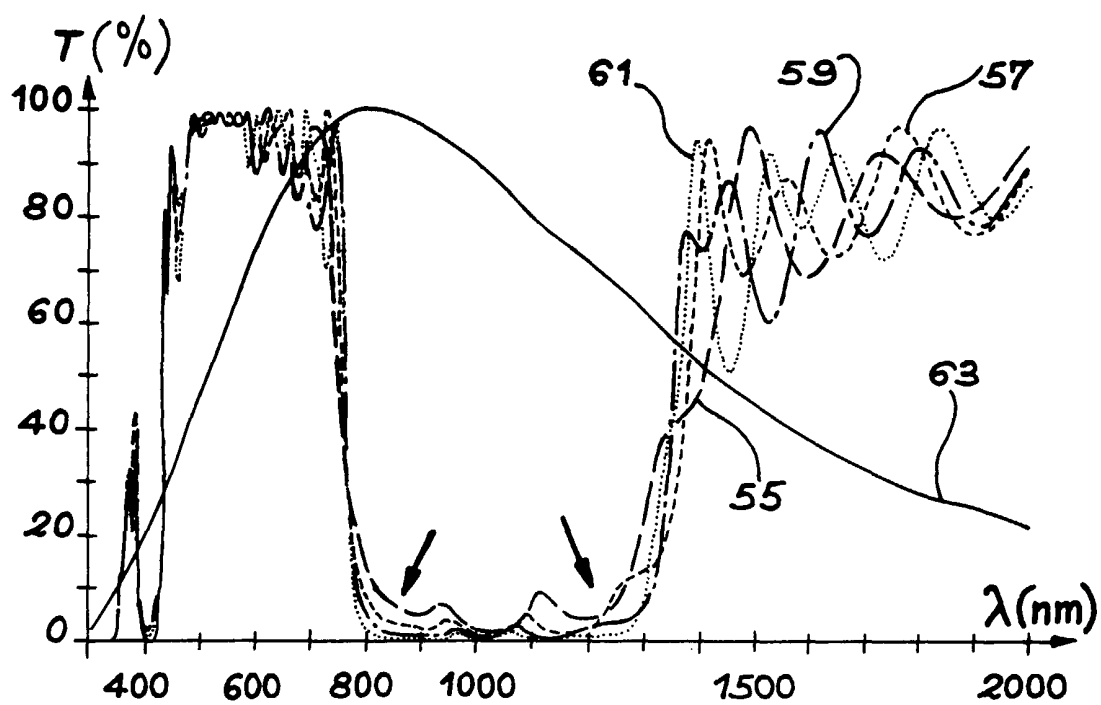


FIG. 13

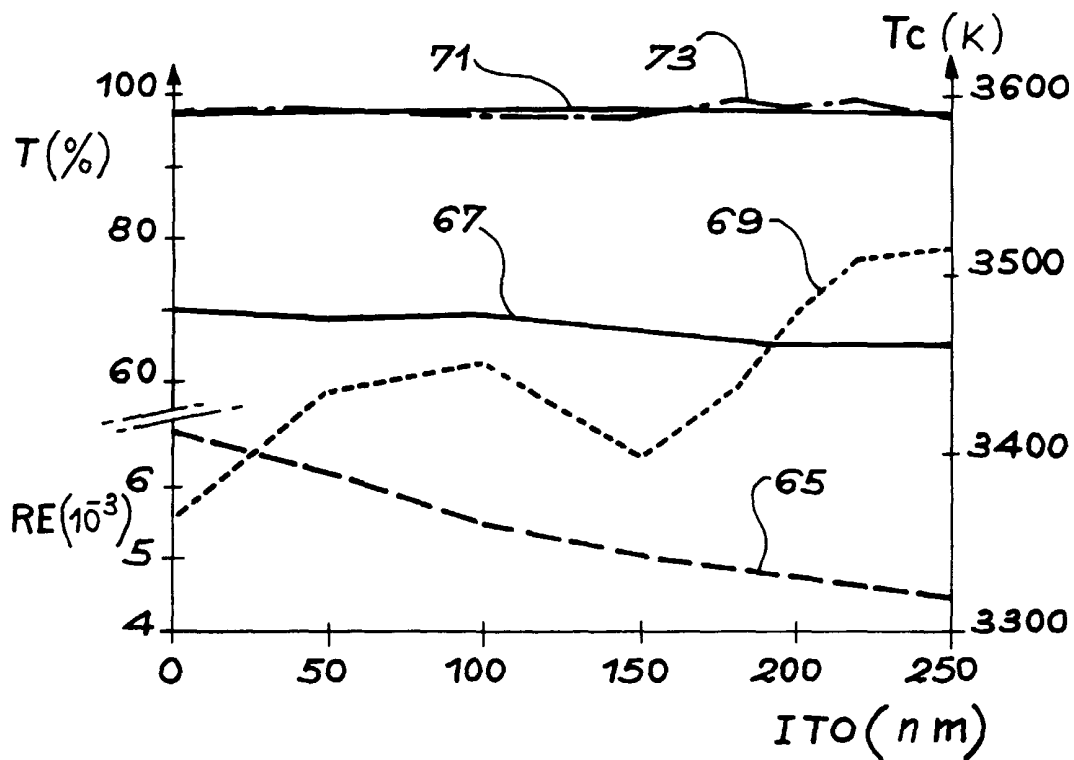


FIG. 14

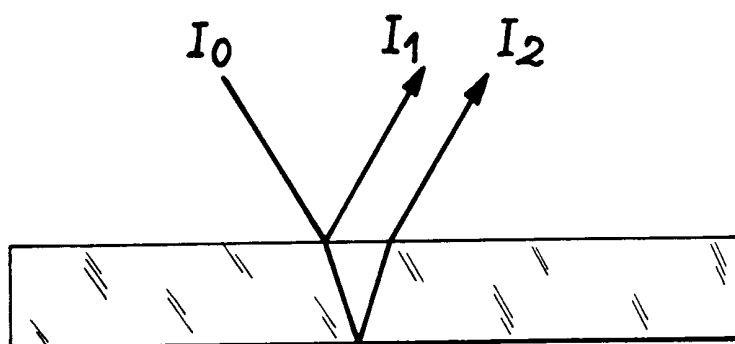
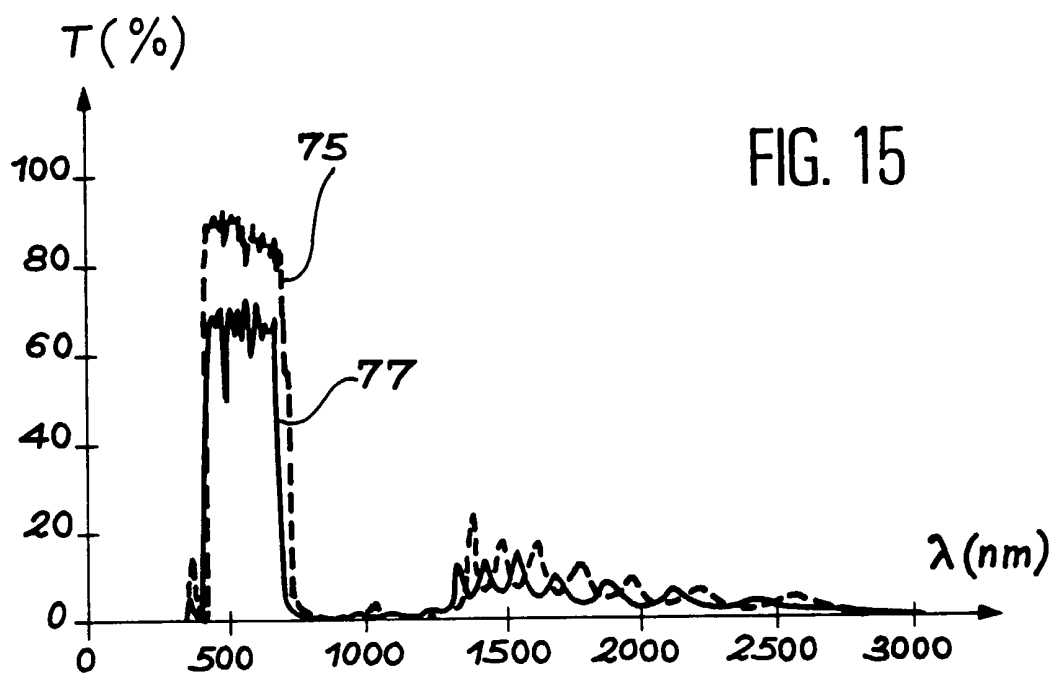


FIG. 16

