

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Saad Dahleb Blida 1



Faculté des sciences
Département de physique

Mémoire de fin d'étude
Pour l'obtention du diplôme de Master en Physique

Option : PHYSIQUE DES RAYONNEMENTS

Thème :

Préparation et caractérisation de cibles autoportées de composés ioniques, destinées aux mesures de pertes d'énergies des ions légers dans la région du MeV/u.

Présenté par :

Billel Fantazi
&
Nassiba Zerfa

Soutenu le 19 / 11 / 2020 devant le jury composé de :

A. Mouzali,	Maitre de conférences B,	à l'USDB1	Président
S. Damache,	Directeur de recherche,	au CRNA	Encadreur
D. Moussa,	Maitre de conférences B,	à l'USTHB	Examineur

Blida 1-2019/2020-

Remerciements

Ce Modeste travail a été réalisé à la Division des Techniques Nucléaires (DTN) du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA).

Tout d'abord, nous remercions Allah, notre créateur de nous avoir donné toutes les bénédictions et qui nous aide dans tous les états et dans tous les conditions et les obstacles.

Nous remercions la direction du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA) pour tous les moyens et les facilités dont nous' avons bénéficiés pour l'accomplissement avec succès de cet mémoire.

Nous tenons à remercier vivement notre directeur du mémoire, Monsieur Smail Damache, pour avoir assuré gérance de cette thèse, et pour nous avoir apportés la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement. Il a dirigé notre travail avec beaucoup de patience et de compétence. Ses qualités humaines et ses remarques nous ont été précieuses.

Nous voulons aussi lui exprimer notre sincère gratitude pour ses orientations et pour son aide dans la rédaction du mémoire et l'interprétation des résultats.

Nous adressons nos sincères remerciements à Monsieur Menari Hamid, Ingénieur au Centre de Recherches en Technologie des semi-conducteurs pour l'Energétique CRTSE), qui nous a aidé dans les préparations des cibles par évaporation thermique.

Nous remercions les membres de jury : Monsieur A.Mozali et D.Moussa qui nous ont fait l'honneur d'accepter de juger ce travail.

Nous adressons nos salutations les plus sincères à tous nos enseignants durant les années d'études au sein de l'université Saad Dahleb Blida.

Résumé

Notre travail s'agit de déposer, par évaporation thermique, de mince couches de composés ioniques (CaF_2 , LiF , KBr ,...) sur des supports autoportés d'aluminium (Al) de façon à pouvoir mesurer simultanément les pertes d'énergies des ions légers énergétiques dans le support de Al tout seul et dans l'ensemble "support de Al+ dépôt du composé". De même que les dépôts de composés, les supports d'Al seront préparés par évaporation thermique suivie d'une procédure délicate de relèvement de films. Les cibles préparées seront, par la suite, caractérisées en vue de déterminer leurs épaisseurs et leurs stœchiométrie atomiques. A cet effet, les techniques d'analyse par faisceaux d'ions (IBA Analysis) sont principalement sollicitées.

ملخص

هذا العمل هو عبارة عن ترسيب طبقات رقيقة من المركبات الأيونية (فلوريد الليثيوم، فلوريد الكالسيوم، بروميد البوتاسيوم، ...) عن طريق التبخر الحراري على دعائم ألومنيوم ذاتية الدعم، وهذا لغرض قياس فقد طاقة الأيونات الخفيفة النشطة في دعم الألومنيوم لوحده وفي المجموعة "ألومنيوم+مركب أيوني"، خلال وقت واحد. يتم تحضير المركبات الأيونية و دعائم الألومنيوم عن طريق التبخر الحراري، ثم يتبع ذلك إجراء جد دقيق لإزالة الأغشية. سيتم فيما بعد توصيف الأهداف التي تم إعدادها من أجل تحديد سمكها وقياساتها الكيميائية الذرية. تحقيقا لهذه الغاية، يتم استخدام طريقة تحليل شعاع الأيونات.

Table des matières

Introduction Générale.....	6
CHAPITRE 1- Techniques et préparation de dépôts de couches minces	
1. Introduction	9
2. Généralité sur les méthodes d'élaboration de couches minces.....	9
2.1. Couches minces.....	9
2.2. Applications des couches minces.....	10
3. Méthodes de dépôt de couches minces.....	10
3.1. Méthode chimique CVD.....	11
3.2. Méthode physique PVD.....	12
3.2.1. Dépôt par évaporation	12
4. Préparation de cibles de LiF et de CaF ₂	15
4.1. Dispositif expérimental pour l'élaboration de cibles.....	16
4.2. Les différentes étapes de préparation de cibles.....	19
4.2.1. Préparation des dépôts de KBr sur des lames de verre.....	20
4.2.2. Préparation de supports autoportés d'Al	20
4.2.3. Préparation de cibles de LiF supportées par Al (LiF/Al).....	21
4.2.4. Préparation de cibles de CaF ₂ supportées par Al (CaF ₂ /Al)....	22
5. Conclusion.....	23

CHAPITRE 2- Caractérisation des cibles

1. Introduction.....	25
2. Estimation des épaisseurs des cibles préparées.....	25
2.1.Description du dispositif expérimental.....	25
2.2.Calibration en énergie de la chaîne de détection.....	27
2.3.Mesure de la perte d'énergie et détermination des épaisseurs de cibles...	28
2.3.1. Cibles CaF ₂ /Al.....	29
2.3.2. Cibles LiF/Al	31
3. Analyse d'une cible de LiF/Al par un faisceau d'ions.....	32
3.1 Description succincte du dispositif expérimental et prise de données....	32
3.2 Simulation de spectre et résultats.....	36
4. Conclusion.....	39
Conclusion Générale.....	40
BIBLIOGRAPHIE.....	42

Introduction Générale

Le ralentissement des particules chargées dans la matière est un thème de recherche en physique moderne qui a toujours reçu un intérêt considérable aussi bien du point de vue théorique qu'expérimental. En effet, vu toutes les informations importantes découlant des processus de la perte d'énergie, cette physique, outre ses divers aspects de recherche fondamentale, est largement exploitée dans de nombreuses applications faisant appel à l'interaction faisceau d'ions-matière comme, par exemple, la radiothérapie, la technologie de l'implantation ionique, l'analyse des matériaux et l'engineering. Actuellement, des bases de données et des tabulations d'intérêts pratiques du pouvoir d'arrêt et du straggling sont disponibles pour une large gamme de couples projectile-cible. Le recours aux modèles théoriques est non seulement nécessaire dans des situations particulières de non disponibilité de données expérimentales mais il est aussi primordial pour la compréhension des processus fondamentaux d'interaction ions-matière. Les mesures des pouvoirs d'arrêt et du straggling des ions légers dans des matériaux composés tels que les composés ioniques (LiF, CaF₂,...) sont très demandées pour aussi bien l'enrichissement de la base de données expérimentale, que la validation des différentes approches théoriques du processus de la perte d'énergie des ions dans la matière.

Le travail présenté dans ce mémoire de Master entre dans le cadre d'un projet de recherche projet domicilié à la Division des Techniques Nucléaires (DTN) du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (CRNA) et qui est dédié, entre autres, à l'étude expérimentale du pouvoir d'arrêt et du straggling des protons et des particules alpha dans des cibles de composés ioniques. Dans une première étape de ce mémoire, il est question de la préparation, par évaporation thermique, de cibles de composés ioniques supportées par de minces feuilles d'aluminium (LiF/Al et CaF₂/Al). Ces cibles doivent impérativement permettre les mesures simultanées des pertes d'énergies dans le support d'Al seul et dans l'ensemble support Al + dépôt de composé ionique (LiF ou CaF₂). Dans la deuxième étape, les cibles ainsi préparées seront caractérisées en vue de déterminer leurs épaisseurs et leurs stœchiométries atomiques. Les épaisseurs de cibles seront estimées par des mesures de pertes d'énergies des particules alpha émises par des sources radioactives de ²⁴¹Am, ²³⁹Pu et ²³³U, alors que les stœchiométries des dépôts réalisés seront sondées en utilisant les techniques d'analyse par faisceaux d'ions (IBA Analysis).

Notre mémoire s'articulera autour de deux chapitres :

- le premier chapitre sera consacré à la présentation de quelques notions sur les couches minces ainsi que quelques méthodes permettant leurs élaborations, notamment, celle d'évaporation sous vide utilisée dans ce travail. Par la suite, nous décrivons, de façon détaillée, la procédure expérimentale utilisée pour préparer les cibles de LiF/Al et CaF₂/Al.
 - Le deuxième chapitre sera dédié à la détermination des épaisseurs des cibles préparées et la caractérisation d'une ancienne cible de LiF/Al, préparée précédemment par une équipe de recherche du CRNA et sondée au moyen d'un faisceau de protons de 1300 keV délivré par l'accélérateur Van de Graaff-3,75 MV du CRNA.
- Enfin, nous terminerons par une conclusion générale.

Chapitre 1

Techniques et préparation de dépôts de couches minces

1. Introduction

Les méthodes techniques permettant d'élaborer des matériaux sous la forme de films ou couches minces sont très nombreuses. Les dispositifs et la technologie de dépôt de matériaux en couches minces ne cessent de se développer depuis les premiers dépôts réalisés par réaction chimique (voie humide). Ce développement dans les procédés de déposition est soutenu par une demande industrielle croissante en matériaux élaborés en couches de plus en plus minces.

Dans ce chapitre nous présenterons d'abord une description générale de quelques méthodes importantes de dépôt de couches minces, notamment la technique d'évaporation sous vide que nous avons utilisée dans le présent travail. Par la suite, nous présenterons la partie expérimentale où le dispositif expérimental utilisé ainsi que les différentes étapes de préparation de cibles seront détaillés.

2. Généralité sur les méthodes d'élaboration de couches minces

2.1. Couches minces

Une couche mince d'un matériau donné est un revêtement par une fine pellicule de ce matériau, dont l'épaisseur peut varier de quelques couches atomiques à une dizaine de micromètres. Plus l'épaisseur de la couche mince est faible, plus les effets liés aux surfaces limites de ce matériau sont importants et entraîne ainsi une perturbation voir même une modification de la majorité de ses propriétés physiques. Pour des épaisseurs importantes, ces effets de surface seront, en revanche, négligeables et le matériau retrouve les propriétés bien connus du matériau massif. Une des caractéristiques essentielles d'une couche mince est que les propriétés structurales dépendent directement du support sur lequel elle est déposée. Une même épaisseur pourra avoir des propriétés physiques sensiblement différentes selon qu'elle est déposée sur un substrat isolant, amorphe tel que le verre ou sur un substrat monocristallin de silicium par exemple [1].

2.2. Applications des couches minces

Les propriétés diverses et intéressantes des couches minces ouvrent la voie à plusieurs champs d'applications dans les domaines aussi variés que [2] :

- L'optique (filtres optiques, réflecteurs, couches antireflets, etc.)
- L'électrique (contacts, conductivité, composants électroniques, etc.).
- Le magnétique (stockage d'information, dispositifs de sécurité, etc.).
- La mécanique (revêtements pour durcissement, tribologiques, etc.).
- Chimique (couches protectrices, résistance à la corrosion, revêtement catalytiques, etc.).
- La décorative (bijoux, montres, lunettes, etc.).
- Le nucléaire (détecteurs nucléaires, perte d'énergie, etc.).
- Le photovoltaïque (fabrication des cellules solaires, etc.).

Une grande variété de matériaux est utilisée pour élaborer ces couches superficielles, appelées plus généralement couches minces. Nous pouvons citer les métaux alliages, composés réfractaires (oxydes, nitrures, carbures), les composés intermétalliques (Ga, Ag), et les polymères.

3. Méthodes de dépôt de couches minces

Le dépôt sous vide est une technique de fabrication de couches de dimension micro ou nanométrique d'un matériau recouvrant un autre matériau support appelé substrat qui peut être de différente nature (métal, céramique, verre, etc.). Ces couches minces ont pour but de modifier les propriétés mécaniques, électriques et optiques tout en conservant ses propriétés

massives. Le dépôt sous vide est une technologie utilisée dans des domaines aussi variés que la microélectronique, l'aéronautique, l'automobile, le spécial, etc. Cette technique font appel à différents procédés dont le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) et le dépôt physique en phase vapeur (PVD).

3.1. Méthode chimique CVD

Les méthodes chimiques sont plus intéressantes pour la fabrication en série de composants industriels [3].

A/ Croissance en phase liquide

L'électrodéposition et/ou anodisation, largement utilisées dans l'industrie, sont maintenant aussi utilisées pour l'élaboration de multicouches métalliques. Elles nécessitent l'utilisation d'un électrolyte et de séquences de polarisation alternative des électrodes adaptées à chaque type de matériaux. Récemment, de gros progrès ont été obtenus pour la réalisation de multicouches par le procédé de croissance en phase liquide [3]. L'intérêt de cette technique réside principalement dans la simplicité de sa mise en œuvre par rapport aux techniques usuelles qui sont restées relativement lourdes.

B/ Croissance en phase vapeur

Cette technique est largement utilisée et elle nécessite un vecteur de transport adapté à chaque matériau à déposer. Par exemple, on peut obtenir un dépôt de nickel ou de platine à partir des réactions suivantes [3] :

- $\text{Ni}(\text{CO})_4 \longrightarrow \text{Ni} + 4\text{CO}$ (de 100 à 300 °C).
- $\text{Pt}(\text{CO})_2\text{Cl}_2 \longrightarrow \text{Pt} + 2\text{CO} + \text{Cl}_2$ (250 °C).

L'étude de l'homogénéité et des caractéristiques des dépôts dans un réacteur CVD est complexe et conduit à une modélisation numérique couplant la mécanique des fluides, la

thermique et la cinétique des réactions chimiques. Contrairement aux méthodes physiques d'évaporation ou de pulvérisation (qui sont plus directionnelles), les méthodes chimiques permettent d'obtenir un dépôt sur toutes les surfaces d'un objet et elles présentent donc un intérêt pour certaines applications.

3.2. Méthode physique PVD

Les techniques de base de déposition en phase vapeur, généralement connues par les méthodes PVD (Physical Vapor Deposition), sont l'évaporation, la pulvérisation (Sputtering) et l'ion Plating. Depuis quelques années, de nouvelles variantes de ces méthodes PVD de base sont apparues telles que l'évaporation réactive activée, sputtering réactif, etc. Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à la technique de dépôt par évaporation.

3.2.1. Dépôt par évaporation

Cette technique consiste à évaporer le matériau à déposer en le portant à une température suffisante. Dès que la température du matériau à évaporer dépasse sa température de liquéfaction, il se trouve que la pression de vapeur du matériau est sensiblement supérieure à celle résiduelle dans l'enceinte. On assiste alors à un arrachement de constituants du matériau (atomes, molécules ou agrégats) qui se propagent en ligne droite jusqu'à ce qu'ils rencontrent un obstacle. Ce dernier peut être une surface solide (substrat, paroi de l'enceinte) qui sera, dans le cas sa température est sensiblement plus froide que l'évaporant (échange d'énergie), le siège de la condensation définitive de la matière évaporée. La rencontre des molécules résiduelle dans l'enceinte de l'évaporateur se traduit généralement par une déviation vers les parois de l'enceinte des constituants évaporés. Pour cette raison, il est primordial de maintenir la pression dans l'enceinte de l'évaporateur à des valeurs suffisamment basses (vide de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-7} Torr) pour que la probabilité de rencontre d'un atome ou molécule résiduel soit quasi nulle. Cette

condition est généralement satisfaite dès que la pression dans l'enceinte est de l'ordre de 10^{-5} mbar. En effet, le libre parcours moyen d'un atome dans une enceinte avec un vide meilleur à 10^{-5} mbar, est statiquement supérieur aux dimensions de celle-ci [4]. La procédure de chauffage du la substance à évaporer peut être réalisée de plusieurs manières. Elle dépend en général du critère de qualité des dépôts. Les différentes procédures de chauffage souvent utilisées sont :

- Le chauffage par faisceau d'électron qui consiste à bombarder le matériau à évaporer par un faisceau d'électrons (e-beam evaporation).
- Le chauffage par faisceau laser et qui donne lieu à ce que l'on appelle évaporation par ablation laser.
- Le chauffage résistif qui consiste à chauffer en moyen d'un courant électrique traversant une nacelle résistive (le creuset) : c'est évaporation par effet Joule.

A/ Evaporation par bombardement électronique

Cette technique consiste à porter un filament, généralement en tungstène ou en tantale, à des températures élevées. Une fois suffisamment chauffé, ce filament émet des électrons qui seront par la suite accélérés et focalisés vers la cible à évaporer au moyen de champs électrique et magnétique. L'énergie cinétique des électrons est convertie en énergie thermique conduisant à la fusion de la substance à déposer puis son évaporation. Cette méthode est très utilisée pour le dépôt des métaux de transition et particulières, les métaux réfractaires.

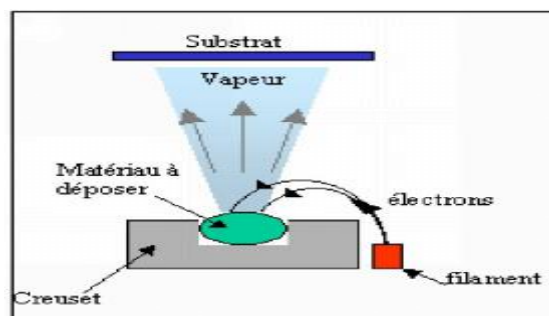


Figure 1 : Dépôt par bombardement électronique [5].

B/ Dépôt par ablation Laser

Cette technique consiste à focaliser, à travers le hublot d'une enceinte à vide, un rayonnement Laser intense sur la surface d'une cible massive où le faisceau est partiellement absorbé. À partir d'une certaine densité de puissance fournie à la cible, une quantité de matière est arrachée de la cible sous la forme qui rappelle celle d'une plume. Les espèces de cette plume d'ablation viennent se condensés à la surface du substrat situé à quelques centimètres face à la cible. Le seuil d'ablation est de l'ordre de 10 à 50 MW/cm² pour les lasers de type UV [6].

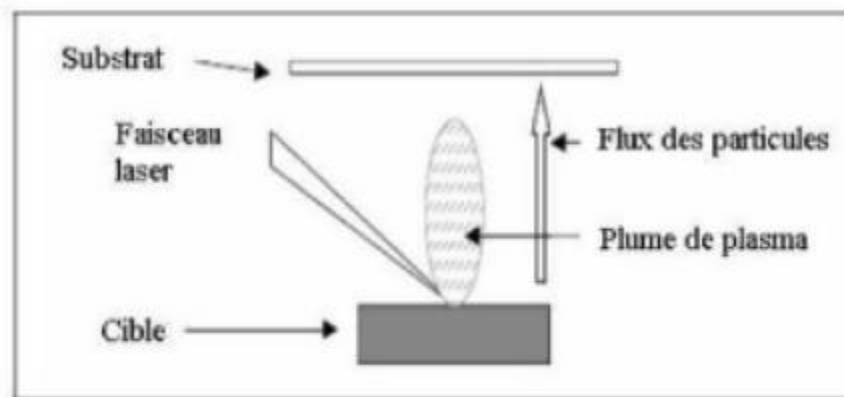


Figure 2 : Evaporation par ablation Laser [7].

C/ Evaporation par effet Joule

L'effet Joule est un effet de production de chaleur qui se produit lors du passage du courant électrique dans un conducteur présentant une résistance. Il se manifeste par une augmentation de l'énergie thermique du conducteur et de sa température. L'effet porte le nom du physicien anglais James Prescott Joule qui l'a étudié vers 1860. Ce type d'évaporation consiste à déposer le matériau désiré sur un filament, nacelle ou creuset, généralement fabriqué à base de métaux réfractaires (tungstène, tantale, molybdène ou en alumine) dans une chambre à vide

de l'ordre de 10^{-6} à 10^{-7} mbar [8]. La nacelle est ensuite portée à haute température par effet Joule. Les grains fondent puis le métal s'évapore (voir figure 3). La vitesse de dépôt dépend de la température de la source, de la distance entre le creuset et le substrat et du coefficient de collage des espèces évaporées sur le substrat. Elle varie de 1 nanomètre par minute à 10 micromètre par minute [9]. Les avantages de cette technique sont entre autres :

- La vitesse de dépôt élevée.
- La méthode simple d'utilisation.
- La haute pureté des matériaux.
- Son Adaptation aux applications électriques et optiques.
- Son bon pouvoir de recouvrement.

Quant à ses inconvénients, on peut citer :

- L'impossibilité d'évaporer des métaux à haute température de fusion.
- La limite de l'épaisseur de la couche déposée (limite de quantité de métal pouvant être déposée dans la nacelle).

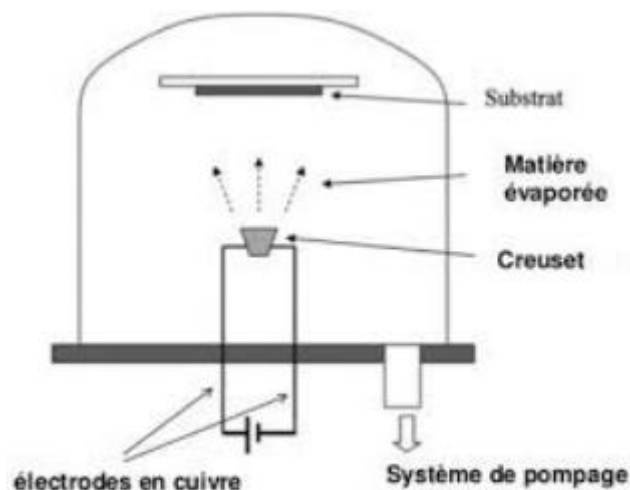


Figure 3 : Evaporation par effet Joule [10].

4. Préparation de cibles de LiF et de CaF₂

Dans cette partie, il est question de la description détaillée de la procédure de préparation de cibles de composés ioniques de LiF et de CaF₂ déposées sur des supports autoportés et minces d'aluminium, ci-après désignées par LiF/Al et CaF₂/Al. Nous rappelons que ces cibles sont destinées aux mesures précises, dans la gamme du MeV/u, de la perte d'énergie des ions légers (protons et particules alpha) en vue de l'étude expérimentale du pouvoir d'arrêt et du straggling des particules chargées dans ces composé ioniques. Ces mesures vont être effectuées auprès de l'accélérateur V.d.G.-3.75 MV du CRNA en utilisant la méthode dite de transmission directe. De ce fait, une attention particulière devrait être prise lors de la préparation de ces cibles afin de pouvoir mesurer simultanément la perte d'énergie aussi bien dans le support d'aluminium seul que dans l'ensemble formé du support avec le dépôt de LiF ou CaF₂. Par ailleurs, la pureté et les épaisseurs des dépôts sont d'autres critères importants de ces cibles.

Les différentes étapes successives de préparation de ces cibles peuvent se résumer en :

- La préparation d'un premier dépôt de bromure de potassium (KBr) sur des lames de verre bien polies.
- L'évaporation d'une couche mince d'aluminium sur les lames revêtues de KBr.
- Le relèvement du film autoporté d'aluminium sur des porte-échantillons en cuivre.
- L'évaporation du composé ionique (LiF et CaF₂) sur une partie des supports d'aluminium élaborés.

Avant de décrire toutes ces étapes de préparation de cibles de LiF/Al et CaF₂/Al, nous allons d'abord présenter, de façon détaillée, l'appareillage utilisé.

4.1. Dispositif expérimental pour l'élaboration de cibles

Les cibles de composés ioniques LiF/Al et CaF₂/Al, ont été préparées par évaporation thermique au niveau de la salle de dépôts physique du Centre de Recherches en Technologie des Semi-conducteurs pour l'Énergétique (CRTSE). Pour cela, nous avons utilisé l'évaporateur sous vide du CRTSE de type Alcatel BEL 310. La figure 4 montre le schéma et la photographie de cet équipement où ses différentes parties sont bien légendées. Cette machine d'évaporation, à commande manuelle [11], est composée :

- D'une cloche en verre de pyrex de diamètre 300 mm. Elle est protégée contre des éventuelles implosions au moyen d'une grille métallique.
- D'un ensemble porte-substrat /chauffage coulissant sur une colonne.
- D'une platine inférieure contenant un creuset (nacelle) et un cache creuset rotatif.
- D'un système de pompage permettant d'atteindre un vide de l'ordre de 10⁻⁶ Torr.

Système de pompage de l'évaporateur BEL 310

Le groupe de pompage de l'évaporateur BEL 310 est composé d'un pompage primaire et d'un autre secondaire assurés respectivement par une pompe mécanique et une pompe à diffusion d'huile. Il est à noter que l'efficacité du pompage secondaire est optimal qu'une fois le vide primaire est atteint (pression de $\sim 10^{-3}$ Torr). La lecture des pressions primaires et secondaires à l'intérieur de la cloche de l'évaporateur est assurée par des gauges de pression du type PIRANI PA101 (pour le primaire) et du type PENNING FA 101 (pour le secondaire).

Un ensemble de vannes est utilisé afin d'assurer un bon contrôle et une bonne gestion des différents opérations intervenant lors de l'évaporation : Ainsi par exemple, la vanne micrométrique, de type manuelle (VS1) reliant la pompe à diffusion de l'enceinte de l'évaporateur, permet aussi de contrôler le débit lors des opérations de dépôts. De même, la

vanne manuelle de remise à l'atmosphère (VH1) est utilisée pour la rentrée graduelle de l'air à l'intérieur de l'enceinte de l'évaporateur. Enfin un séparateur de brouillard d'huile et un piège à azote sont utilisés. Le premier élément permet de séparer les gouttelettes d'huile et les particules de dépôt contenues dans les gaz d'échappement émis par les pompes primaires et le second élément, qui est utilisé en amont de la pompe à diffusion d'huile, permet de piéger les particules condensables et agressives éventuellement transportées par les flux des gaz pompés.

Il est important de noter que le pompage est assuré par un tableau de commande électrique en respectant scrupuleusement le protocole suivant :

- Mettre en marche la pompe primaire puis ouvrir la vanne la reliant à l'enceinte de l'évaporateur et enfin attendre que le vide primaire ($\sim 10^{-3}$ à 10^{-2} Torr) soit atteint.
- Relier la pompe primaire à la pompe à diffusion d'huile (PAD) en ouvrant la vanne séparant ces deux pompes.
- Démarrer la pompe à diffusion pendant environ 30 mn (chauffage) en faisant attention d'ouvrir le circuit de son refroidissement à eau.
- Une fois la pompe PAD suffisamment chauffé, on ouvre la vanne secondaire VS1 et le pompage secondaire démarre au niveau de la cloche.
- La pression de travail peut être sélectionnée en réglant le débit de la vanne micrométrique VS1.
- En fin on termine par le remplissage du piège à azote liquide.

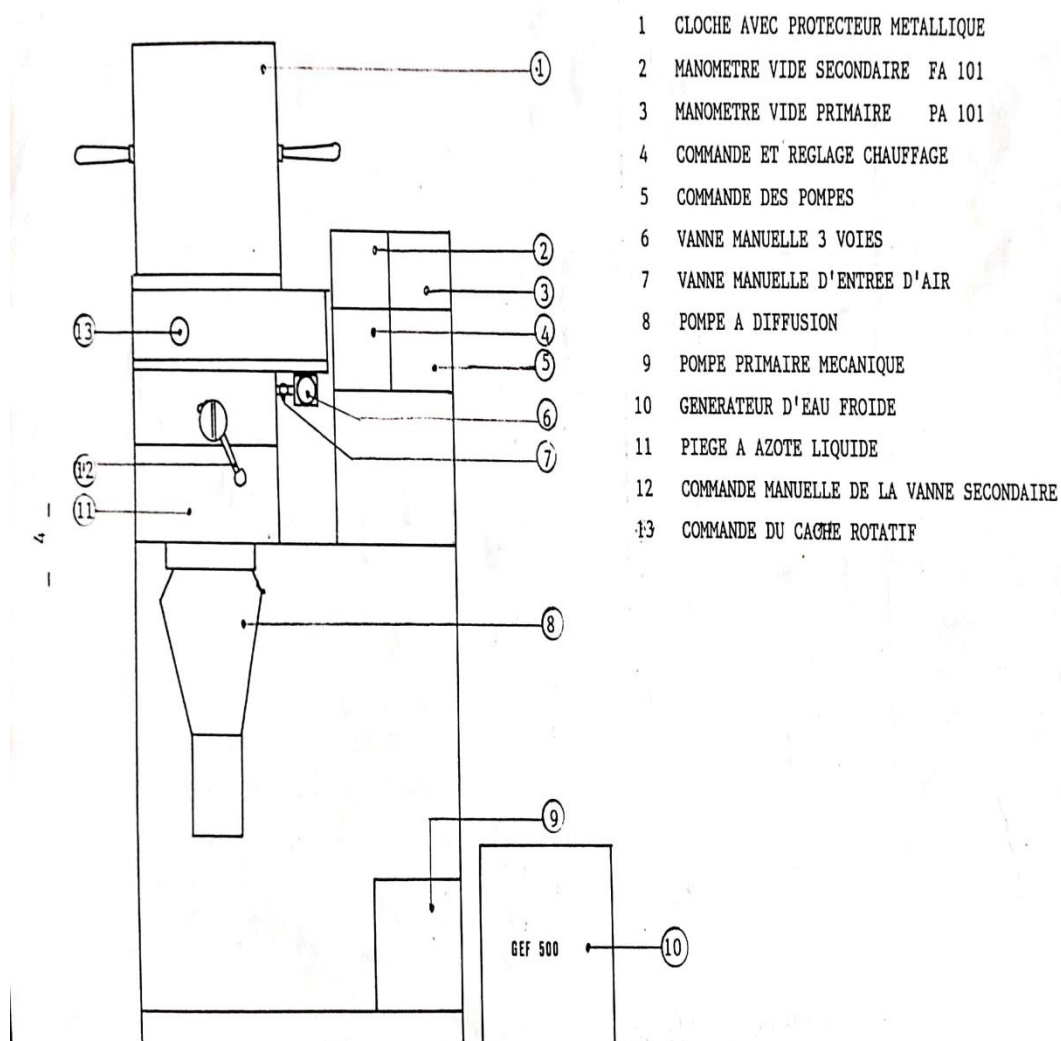


Figure 4: schéma de l'évaporateur BEL 310 de CRTSE montrant ses différentes parties [11].

4.2. Les différentes étapes de préparation de cibles

Il est primordial de rappeler un certain nombre de précautions à respecter avant d'entamer toute opération d'évaporation. Elles consistent en :

- i) un nettoyage minutieux de la platine et de la cloche de l'évaporateur.
- ii) un choix du creuset, son nettoyage à l'éthanol et sa fixation entre les deux électrodes.
- iii) une manipulation de la substance à déposer avec des pincettes et des gants pour éviter toute contamination.

iv) la fixation des substrats sur des porte-échantillons convenables.

4.2.1. Préparation des dépôts de KBr sur des lames de verre

Ces dépôts sont réalisés sur des substrats en verre (lames) préalablement bien nettoyés de toute saleté (graisses et poussières). Pour cela, ces lames ont soigneusement subies un lavage au savon de Marseille, suivi d'un bon rinçage à l'eau chaude afin de s'assurer de l'élimination de toutes saleté notamment les graisses et autres traces de manipulation de ces lames. Après cette première opération de lavage, les lames subissent un second rinçage à l'eau dés-ionisée avant d'être enfin sécher à l'azote sec.

Par la suite, nous avons procéder à l'évaporation, sous un vide de $\sim 10^{-5}$ mbar, de quelques milligrammes de bromure de potassium (KBr) dont le point de fusion est de 1435°C [12]. On a utilisé un creuset en Tantale (Ta), dont le point de fusion est de 5429°C [12], compatible avec ce matériau. Des couches de KBr de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ ont pu être déposées sur plusieurs lames de verre qui seront utilisées comme substrats pour les dépôts d'aluminium.

4.2.2. Préparation de supports autoportés d'Al

Dans cette étape, nous avons procédé à l'évaporation de l'aluminium de pureté nucléaire (99.999%) sur les lames de verre recouvertes de KBr avec objectif d'obtenir des couches très minces de Al de sorte que la perte d'énergie relative des protons et des particules alpha dans ces support de Al est au plus de 5%. Pour des raisons de panne de la microbalance à quartz qui permet de contrôler in situ et en temps réel des épaisseurs de dépôts, nous avons préparé plusieurs dépôts d'Al d'épaisseurs différentes en procédant à l'évaporation totale de différentes masses du matériau d'Al. Les quatre meilleurs dépôts d'Al obtenus correspondent aux masses de 22,7 mg, 33,6 mg, 48,6 mg et 57,0 mg. Ces dernière ont été pesées au moyen

d'une microbalance du type analytique "KERN ABS 120-4N" dont la précision se situe entre 0,01 et 0.1 mg [13]. Il est à noter que tous les dépôts de Al ont été préparés sous un vide de l'ordre de $2 \cdot 10^{-6}$ mbar et que les substrats (KBr sur des lames de verre) sont positionnés à ~ 12 cm du creuset de tungstène (W) dont le point de fusion (5900°C [12]) est nettement supérieur à celui d'Al (2518°C [12]). Lors du processus d'évaporation, nous avons relevé que la pression à l'intérieur de l'enceinte de l'évaporateur est $\sim 10^{-5}$ mbar. A la fin de l'évaporation, nous avons pu obtenir de minces dépôts d'Al de très bonne qualité, recouvrant les premiers dépôts de KBr déposés sur des substrats en verre. Immédiatement après cette étape, les lames de verre ainsi recouvertes de deux couches superposées d'Al et de KBr seront délicatement immergées dans de l'eau dés-ionisée (l'eau dés-ionisée est une eau ultra pure, un grade supérieur à l'eau distillée) à 25°C en vue du décollage des films d'Al. En effet, suite à la dissolution du KBr dans l'eau, la feuille d'Al se détache facilement du verre. Lors de cette opération, il est important d'introduire les lames de façon progressive et oblique pour éviter l'éclatement des films d'Al. On laisse les feuilles décollées quelques minutes dans l'eau pour que le KBr soit totalement dissous dans l'eau avant d'être enfin récupérées sur des supports en cuivre munis de trous de 6 mm. De même, cette opération doit être effectuée soigneusement pour éviter la déchirure des feuilles d'Al. Les films ainsi obtenus sont laissés au séchage dans des boîtes.

4.2.3. Préparation de cibles de LiF supportées par Al (LiF/Al)

Les dépôts du matériau LiF sont réalisés avec le même évaporateur (BEL 310) que les précédentes dépositions de KBr et d'Al. Etant donné que ces cibles seront utilisées pour les mesures simultanées de la perte d'énergie dans le support seul et dans les deux dépôts (LiF+Al), nous avons pris la précaution de déposer le LiF que sur une partie du support d'Al. Pour cela, nous avons positionné un écran devant la feuille autoportée d'Al de sorte que le

dépôt de LiF ne s'effectue que sur une partie du support Al (pratiquement la moitié). La Figure 4 montre la photographie de deux supports d'Al, montés sur le porte-échantillon de l'évaporateur, où on peut aisément voir les écrans utilisés cacher des parties des supports Al. Nous avons effectué deux dépôts avec deux masses différentes de cristaux de composé LiF : 28,5 mg et 85.6 mg.



Figure 5: Une photo du support Al équipé pour recevoir l'évaporation LiF sur seulement une partie de la surface

Les dépôts de LiF, dont le point de fusion est de 1681°C [12], sont réalisés sous un vide de 2. 10⁻⁵ mbar en utilisant un creuset en Ta dont le point de fusion est nettement supérieur à celui de LiF. Il est à noter que la pression lue juste avant l'évaporation de LiF a atteint la valeur de 5. 10⁻⁶ mbar.

4.2.4. Préparation de cibles de CaF₂ supportées par Al (CaF₂/Al)

De la même façon que pour le composé LiF, nous avons procédé à l'évaporation de cristaux de CaF₂ (point de fusion : 2533 °C [12]) sur les feuilles d'Al préparées précédemment avec le Ta comme creuset. Ces dépôts ont été préparés sous les mêmes conditions que celles de LiF. Deux cibles de CaF₂/Al ont été réélaborées. Elles correspondent à deux masses différentes de cristaux de CaF₂ : 53,3 mg et 91,6 mg. Il est à noter que, contrairement au LiF, le CaF₂ a nécessité un courant de chauffage beaucoup plus important.

5. Conclusion

Nous avons pu préparer des cibles de composés ioniques de LiF et de CaF₂ supportées par de minces feuilles d'Al (LiF/Al et CaF₂/Al). Ces cibles sont destinées aux mesures de pouvoir d'arrêt et du straggling des protons et des particules alpha dans les composés LiF et CaF₂ pour les énergies de l'ordre du MeV/uma. Les supports d'Al ainsi que les dépôts de LiF et de CaF₂ ont été élaborés par le procédé d'évaporation thermique. Pour chaque composé, nous avons évaporé deux masses différentes pour pouvoir disposer de deux épaisseurs différentes. Pour chacune des évaporations, plusieurs dépôts de composés ont été préparés en disposant à la fois de plusieurs substrats d'Al. Enfin, les cibles bien réussies (bon état de surface, uniformité, etc.) sont conservées dans des boîtes en vue de leurs caractérisation (prochain chapitre) et leurs utilisation dans des expériences de mesure de perte d'énergie.

Chapitre 2

Caractérisation des cibles

1. Introduction

Les cibles LiF/Al et CaF₂/Al préparées doivent être caractérisées avant d'être utilisées dans les expériences de perte d'énergie des protons et des particules alpha. Pour cela, nous allons, dans un premier étape, procéder à l'estimation des épaisseurs de ces cibles en effectuant des mesures systématiques de pertes d'énergies des particules alpha issues de sources radioactives. Pour la deuxième étape, il est prévu que nous analysons les mêmes cibles avec un faisceau de protons délivré par l'accélérateur Van de Graaff 3,75 MV du CRNA pour la détermination de la stœchiométrie. Cette partie n'a pas pu être réalisée en raison de la situation sanitaire due à la pandémie de la Covid-19. Nous nous sommes alors contentés d'analyser d'anciens spectres mesurés par un groupe de recherche du CRNA, en utilisant des cibles plus épaisses de LiF/Al, préparées par le même procédé d'évaporation thermique que celles que nous avons préparées.

Dans ce chapitre, il est question de décrire, de façon détaillée, la procédure expérimentale utilisée pour déterminer les épaisseurs des cibles préparées et de présenter les résultats des ces mesures. Par la suite, le spectre de l'ancienne cible LiF/Al sera simulé par le programme SIMNRA en vue de la caractérisation de celle-ci. Enfin, nous terminerons par une conclusion.

2. Estimation des épaisseurs des cibles préparées

Les épaisseurs des cibles LiF/Al et CaF₂/Al préparées, ont été déterminées en exploitant les mesures des pertes d'énergies des particules alpha délivrées par une source radioactive unique de ²⁴¹Am et les valeurs du pouvoir d'arrêt des particules alpha générées par le code SRIM. Préalablement, nous avons calibré le système de détection en utilisant une source radioactive mixte composée de trois radioéléments ²³³U, ²³⁹Pu ²⁴¹Am.

2.1 Description du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental utilisé pour effectuer les mesures de pertes des particules alpha est schématisé sur la figure 1. Il est composé :

- D'une petite chambre à réaction où sont installés le détecteur, la cible à étudier et la source radioactive. Un vide primaire l'ordre de 10⁻² Torr est maintenu à l'intérieur de cette chambre grâce à une pompe mécanique. Il est à noter que la source et le détecteur sont séparés par une distance d'environ 5 cm et que la cible est montée sur un porte-cible que l'on positionne entre le détecteur et la source radioactive. Le détecteur du

type "Ortec U-011-025-300" utilisé dans ce travail est une jonction semi-conductrice en silicium du type "implantée". Il possède une surface active de 25 mm² et une épaisseur de 300 µm avec une fenêtre d'entrée de l'ordre de 50 nm en équivalent Si. La résolution en énergie de ce détecteur est de 11 keV pour les particules alpha de 5.48 MeV [1]. Afin de réduire le bruit électronique effectif du préamplificateur (réduction de la capacité de charge du préamplificateur), nous avons polarisé le détecteur par la tension maximale de 30 volts (détecteur totalement déplété) au moyen d'une alimentation haute tension du type "ORTEC modèle 459 BIAS 0-5kV. Enfin, les caractéristiques de ce détecteur sont résumées dans le tableau 1.

- D'une chaîne électronique associée au détecteur composé d'un préamplificateur de charge du type "Ortec A142" dont la sensibilité nominale est d'environ 45 mV/MeV, d'un amplificateur linéaire du type "Ortec 572" et d'une carte d'acquisition MCB (Multichannel Buffer Card) du type "Ortec TRUMPPCI-8K", reliée à un micro-ordinateur via son port PCI. La carte MCB est équipée d'un Convertisseur Analogique-Digital (ADC) permettant le codage numérique des impulsions délivrées par l'amplificateur sur un maximum de 4096 canaux. Le contrôle de cette carte se fait par le micro-ordinateur grâce au programme "MAESTRO-32 MCA Emulation" [2] qui permet aussi d'enregistrer les spectres mesurés.

Les caractéristiques des sources radioactives utilisées sont données sur le tableau 2. Ces sources sont très fines de sorte que les particules alpha émises ne subissent que des pertes d'énergie négligeables au niveau des parois de ces sources. Enfin un oscilloscope numérique à 2 voies, de marque Tektronix "TDS320" de 100 MHz a été utilisé pour la visualisation et le réglage des signaux qui ne devraient pas dépasser un maximum de 9 volts afin d'éviter leurs saturation.

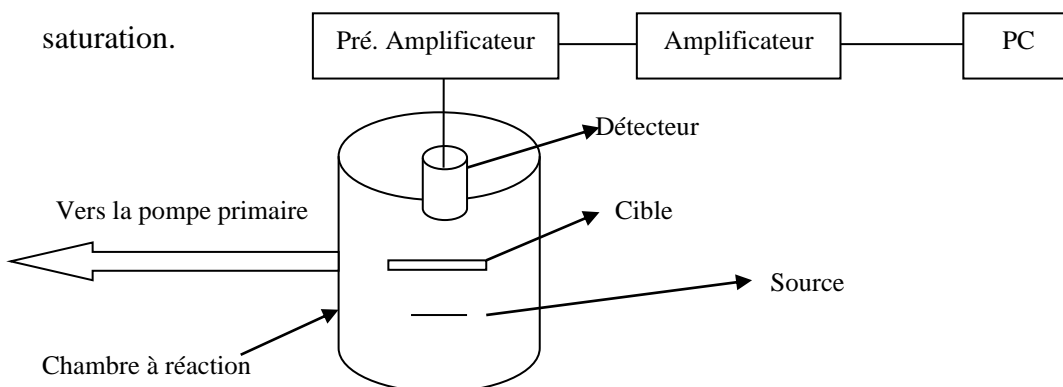


Figure 1 : Schéma du dispositif.

Fenêtre d'entrée	Surface active	Zone de déplétion	Courant de fuite	Résolution en énergie	Tension de polarisation
500Å Si	25 mm ²	300 μm	qqes nA	11 keV	30 V

Tableau 1 : Caractéristiques de détecteur « ORTEC ultra BU-011-025-300 » utilisé [3].

²³³U		²³⁹Pu		²⁴¹Am	
Energie (keV)	Taux d'émission (%)	Energie (keV)	Taux d'émission (%)	Energie (keV)	Taux d'émission (%)
4729	1.8	5105.1	11.7	5388	1.4
4783.5	14.9	5143.1	15.1	5442.90	12.8
4824.2	82.7	5155.8	73.0	5485.6	85.2

Tableau 2 : les caractéristiques de la source mixte (²⁴¹Am, ²³⁹Pu, ²³³U) et la source unique (²⁴¹Am) de particules alpha utilisées [4].

2.2. Calibration en énergie de la chaîne de détection

Pour effectuer la calibration en énergie de la chaîne de détection, nous avons enregistré un spectre sans cible en utilisant deux sources radioactives très fines et bien diaphragmée : une mixte composée de 03 radioéléments (²⁴¹Am, ²³⁹Pu, ²³³U) et l'autre unique de ²⁴¹Am. La figure 2 montre les spectres mesurés (a) avec la source mixte et (b) avec la source unique et leurs ajustements obtenus par des fonctions multi-gaussiennes qui permettent la détermination plus précise des positions des pics. La calibration en énergie consiste à déterminer la relation linéaire qui existe entre l'énergie des particules émises et le numéro du canal correspondant en utilisant une régression linéaire sur tous les points (canal, énergie) mesurés (voir la figure 2 (c)). La droite de calibration obtenue est donnée par :

$$E = a \times C + b \quad (2.2)$$

avec E l'énergie exprimée en keV, C est le numéro du canal, $a = 2.32$ keV/canal est la pente de la droite de calibration et $b = -8.40$ keV.

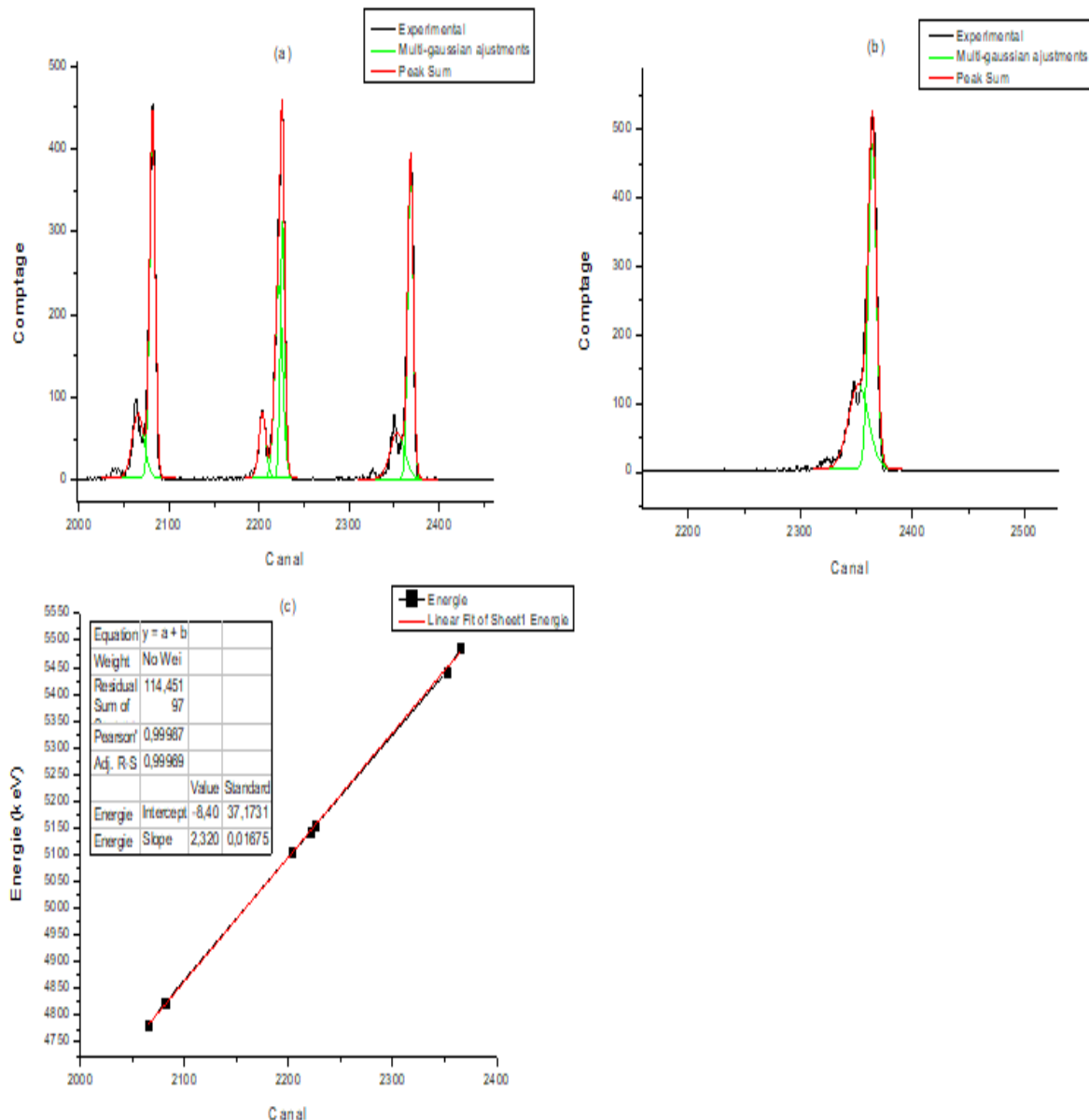


Figure 2 : (a) spectre enregistré sans cible pour la source radioactive mixte (^{241}Am , ^{239}Pu , ^{233}U) et son ajustement multi-gaussien obtenu à l'aide du logiciel OriginPro version 8.1 [5]. (b) spectre mesuré avec la source radioactive (^{241}Am) et son ajustement par une fonction multi-gaussienne. (c) droite de calibration obtenue en exploitant 2 points d'énergie de la source (^{241}Am) et 5 points de la source (^{241}Am , ^{239}Pu , ^{233}U).

2.3. Mesure de la perte d'énergie et détermination des épaisseurs de cibles

Les épaisseurs des cibles (LiF/Al et CaF_2/Al) ont été déterminées en effectuant des mesures des pertes d'énergie dans les cibles d'intérêt pour des particules alpha issues de la source radioactive unique de ^{241}Am . Pour cela, nous avons enregistré des spectres de particules alpha émises par ^{241}Am sans et avec cibles. Les valeurs des épaisseurs de cibles étudiées ont simplement été déduites des combinaisons de ces mesures de pertes d'énergies et des valeurs des pouvoirs d'arrêts générées par le code SRIM-2013 [6]. Il est à noter que les positions des pics des spectres mesurés sont déduites par des convolutions multi-gaussiennes. Ainsi, on

évalue d'abord la quantité d'énergie perdue (perte d'énergie) par les particules alpha d'énergie incident E_i dans la cible. Celle-ci est donnée par la relation suivante :

$$\langle \Delta E \rangle = a \times (C_0 - C_c) \quad (2.3)$$

C_0 et C_c indiquent les numéros de canal sans cible et avec cible, respectivement.

Par la suite, nous déduisons la valeur moyenne de l'épaisseur de cible \bar{x} de l'expression suivante :

$$\bar{x} = \frac{\langle \Delta E \rangle}{S(\bar{E})} \quad (2.3)'$$

où $S(\bar{E})$ est la valeur du pouvoir d'arrêt à l'énergie moyenne, $\bar{E} = E_i - \frac{\langle \Delta E \rangle}{2}$, donnée par le programme SRIM-2013.

2.3.1. Cibles CaF₂/Al

Pour déterminer les épaisseurs du support d'Al et du dépôt de CaF₂ pour chacune des cibles CaF₂/Al préparées, nous avons mesuré 02 spectres avec la source radioactive et le détecteur bien diaphragmés (utilisation de collimateurs de ~1.5 mm de diamètre) : i) le premier spectre enregistré sans cible et ii) le second mesuré avec l'interface Al-CaF₂ exposée au faisceau de particules alpha de sorte à avoir la mesure simultanée des pertes d'énergies dans le support Al seul et avec le dépôt CaF₂ (Al+CaF₂). La figure 3, montre les spectres mesurés sans la présence de cibles et avec deux cibles CaF₂/Al différentes. En utilisant la méthode présenté précédemment, nous déduirons les valeurs des épaisseurs de ces cibles. Celles-ci sont données dans le tableau 1 où sont également mentionnées les valeurs des masses de cristaux de CaF₂ évaporées, les pertes d'énergies mesurées, les pertes d'énergies relatives et les valeurs du pouvoir d'arrêt SRIM-2013 des particules alpha dans le matériaux CaF₂. On constate que les dépôts réalisés sont très fins et correspondent à des pertes d'énergies inférieures à 2% pour l'énergie des particules alpha de 5.48 MeV. Pour les protons, ces cibles seront utiles uniquement pour des énergies inférieures à 1.5 MeV. Elles seront en revanche intéressantes pour les particules alpha délivrées par l'accélérateur V.d.G-3.75 MV (1 à 3.5 MeV).

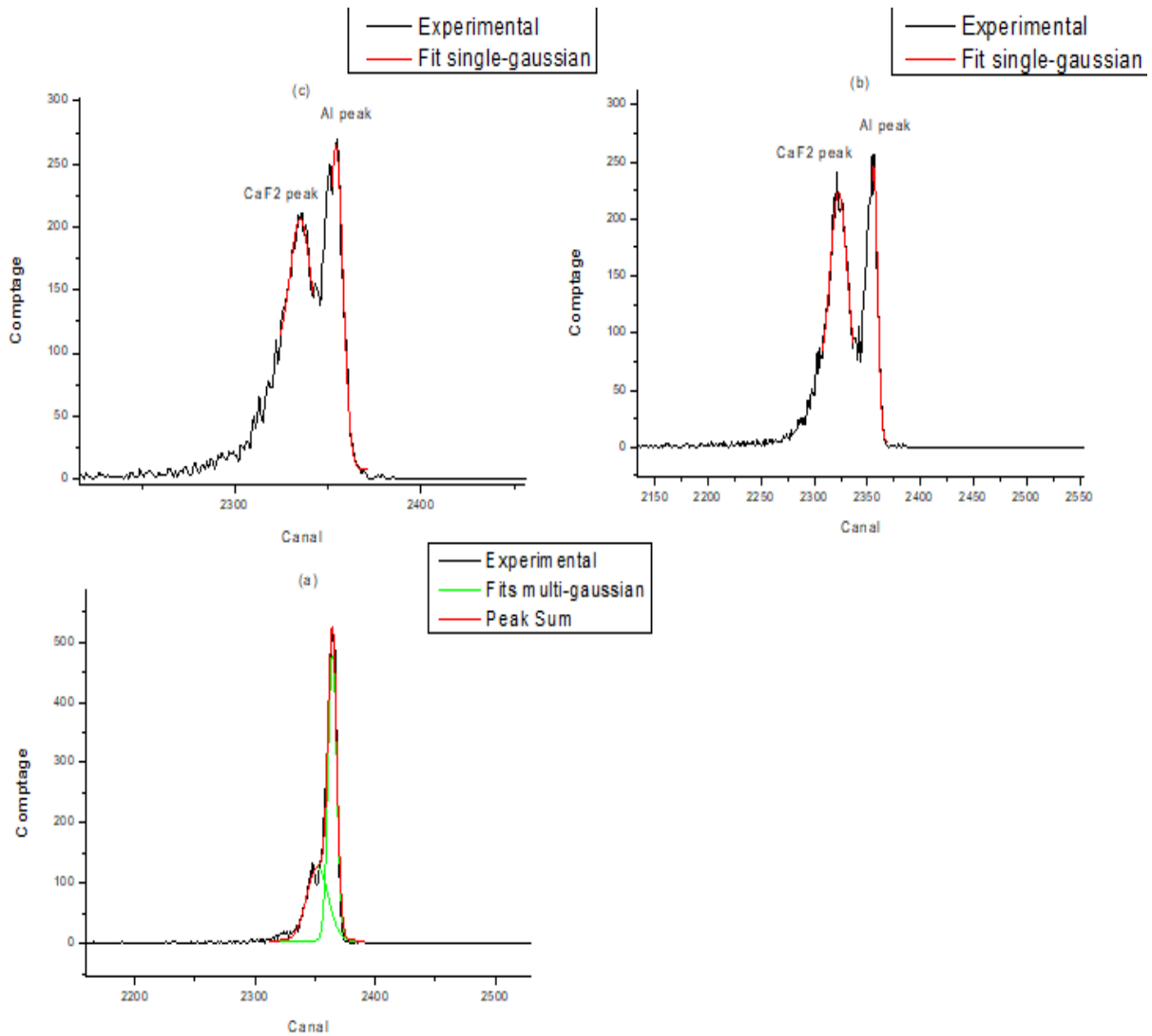


Figure 3 : (a) le spectre de la source radioactive (^{241}Am) ajusté par une fonction multi-gaussienne. Les spectres des 4He^+ issues de la source unique (^{241}Am) qui ont franchis le côté Al qui supporte la cible CaF_2 et le côté Al seul en même temps. (b) masse2 et (c) masse1. En traits rouges, sont représentés les ajustements single-gaussian des pics.

Substrat	Masse (g)	$\langle \Delta E \rangle$ (keV)	$\langle \Delta E \rangle / E_0 * 100$ (%)	S(E) (keV/ μm)	\bar{x} (nm)
CaF_2	0.0533	68.224	1.244	190.7	357.756
Al	0.057	24.210	0.441	153.7	157.515
CaF_2	0.0916	96.551	1.76	190.7	506.298
Al	0.057	19.314	0.352	153.7	125.660

Tableau 3 : Les pertes d'énergie mesurées dans les cibles CaF_2 /Al et la détermination des épaisseurs.

2.3.2. Cibles LiF/Al

De la même façon que pour les cibles de CaF_2/Al , nous avons enregistré deux spectres de perte d'énergie des particules alpha issues de la source de ^{241}Am : un à vide (sans cible exposée) et l'autre avec l'interface Al-LiF exposée au faisceau d'ions. La figure 4 montre les deux spectres obtenus et leurs ajustements par des fonctions gaussiennes qui permettent la détermination des positions des pics. La perte d'énergie subie par les particules alpha dans le dépôt LiF et l'utilisation des données du pouvoir d'arrêt dans ce matériau calculé par le programme SRIM-2013 nous permettent de déduire l'épaisseur de la couche de LiF déposée. L'épaisseur du substrat Al (Support de LiF) a été aussi déterminée en se servant du spectre sans cible (Fig. 3 (a)). Les valeurs des épaisseurs de cette cible sont consignées dans le tableau 4 ci-dessous où on constate que la perte d'énergie relative pour une énergie des particules alpha est inférieure à 2%. Comme les cibles CaF_2/Al , cette cible LiF/Al sera intéressante pour des protons d'énergie inférieure à 1.5MeV et les particules alpha de 1 à 3.5 MeV (énergies disponibles auprès de l'accélérateur V.d.G.-3.75 MV de CRNA).

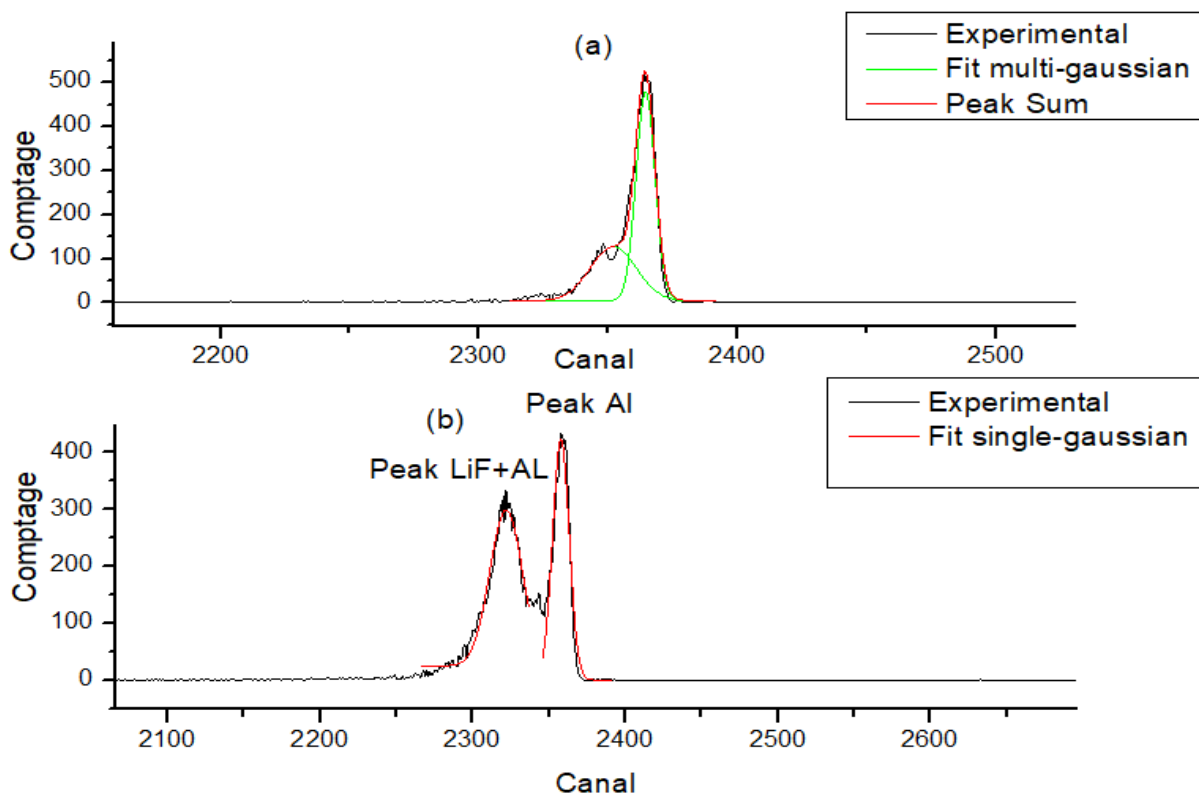


Figure 4: Spectres de la source radioactive (^{241}Am) enregistré (a) sans cible et (b) avec l'interface Al-LiF de la cible LiF/Al (la face Al exposée au faisceau). Les spectres ajustés par des convolutions gaussiennes sont représentés par des courbes en rouges.

Substrat	Masse (g)	$\langle \Delta E \rangle$ (keV)	$\langle \Delta E \rangle / E_0$ (%)	S(E) (keV/ μm)	\bar{x} (nm)
LiF	0.0856	98.662	1.799	177.1	557.098
Al	0.0486	15.381	0.280	153.7	100.072

Tableau 4 : La perte d'énergie mesurée dans la cible LiF/Al et la détermination des épaisseurs de cibles.

3. Analyse d'une cible de LiF/Al par un faisceau d'ions

Comme nous l'avons déjà mentionné au début de ce chapitre, nous allons exploiter un spectre obtenu auparavant avec une ancienne cible de LiF/Al, exposée au faisceau de protons de 1300 keV d'énergie délivré par l'accélérateur du CRNA. Pour cela, nous allons utiliser le programme "SIMRA" de simulation des spectres. Il est à noter que cette cible (dont l'épaisseur du dépôt LiF est 0.3 μm) a été préparée avec la même procédure d'évaporation thermique que celle que nous avons utilisée, dans le cadre de ce mémoire, pour préparation des cibles de LiF/Al et CaF₂/Al (voir le chapitre 1). Par conséquent, il est fort probable que la stœchiométrie de la couche LiF de cette cible ne soit pas très différente de celle des dépôts LiF que nous avons préparé. Ainsi, l'analyse de ce spectre nous permettra d'une part, de nous initier au code de simulation SIMNRA et d'autre part, de compléter ce travail une analyse IBA d'une des cibles de composés ioniques élaborées par la méthode d'évaporation sous vide. Préalablement à la simulation de ce spectre, nous allons décrire brièvement le dispositif expérimental qui a été utilisé et nous donnerons les différents paramètres expérimentaux qui seront utiles pour la simulation (les données d'input).

3.1 Description succincte du dispositif expérimental et prise de données

Le dispositif expérimental utilisé pour l'analyse par faisceau d'ions de la cible LiF/Al est composé de trois parties principales : i) l'accélérateur V.d.G-3.75 MV du CRNA, ii) la chambre à réaction mise en place sur la ligne centrale d'expérience et iii) l'électronique et le système d'acquisition et de stockage de données. La figure 5 montre une photographie de l'intérieur de la chambre à réaction où un vide de l'ordre de 2×10^{-6} Torr est maintenu tout au long de l'expérience. Un faisceau collimaté (1.5 mm de diamètre) de protons de 1300 keV d'énergie et de 2 à 6 nA d'intensité a été utilisé pour analyser, sous une incidence normale,

deux points distincts de la cible LiF/Al : le premier point au niveau du support d'Al seul et l'autre au niveau de la partie du support recouverte de dépôt LiF (Al+LiF) d'Al. Lors de ces mesures, la face Al a été orientée du côté du faisceau incident pour éviter la dégradation du dépôt LiF. Les protons rétrodiffusés sont détectés, à l'angle de 165° par rapport au faisceau incident, au moyen d'un détecteur du même type que celui utilisé précédemment mais possédant une épaisseur de $500 \mu\text{m}$. Deux collimateurs de 1.5 mm de diamètre ont été positionnés devant ce détecteur et un piège à azote, installé sur la partie supérieure de la chambre (couvercle), a été utilisé afin de réduire les dépôts de carbone provenant des pompes à diffusion d'huile. La figure 6 montre les deux spectres enregistrés (a) avec le support d'Al seul et (b) avec la partie (Al+LiF).

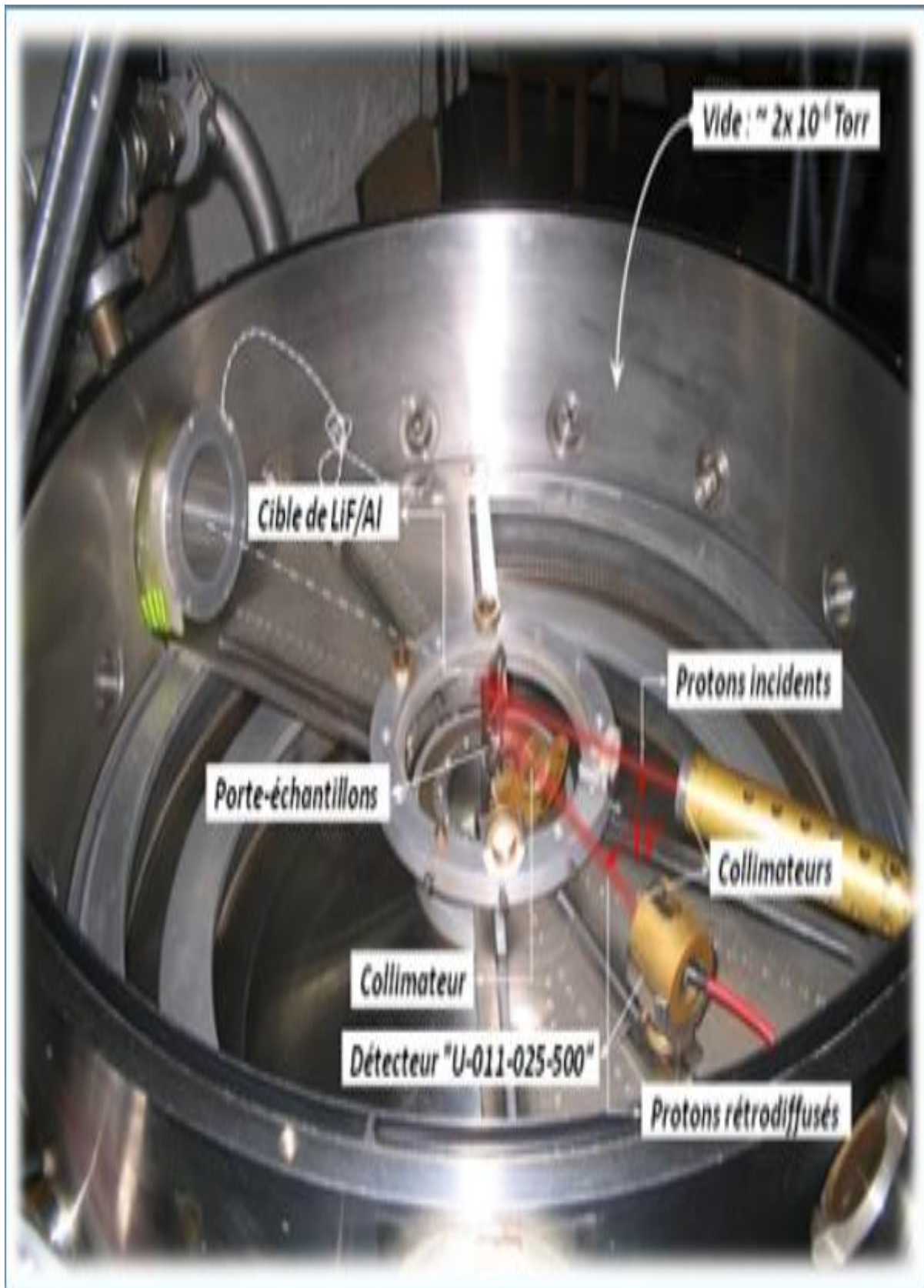


Figure 5 : Photographie montrant le détail de l'intérieur de la chambre à diffusion mise en place sur l'extension centrale de l'accélérateur Van de Graaff de 3.75 MV du CRNA.

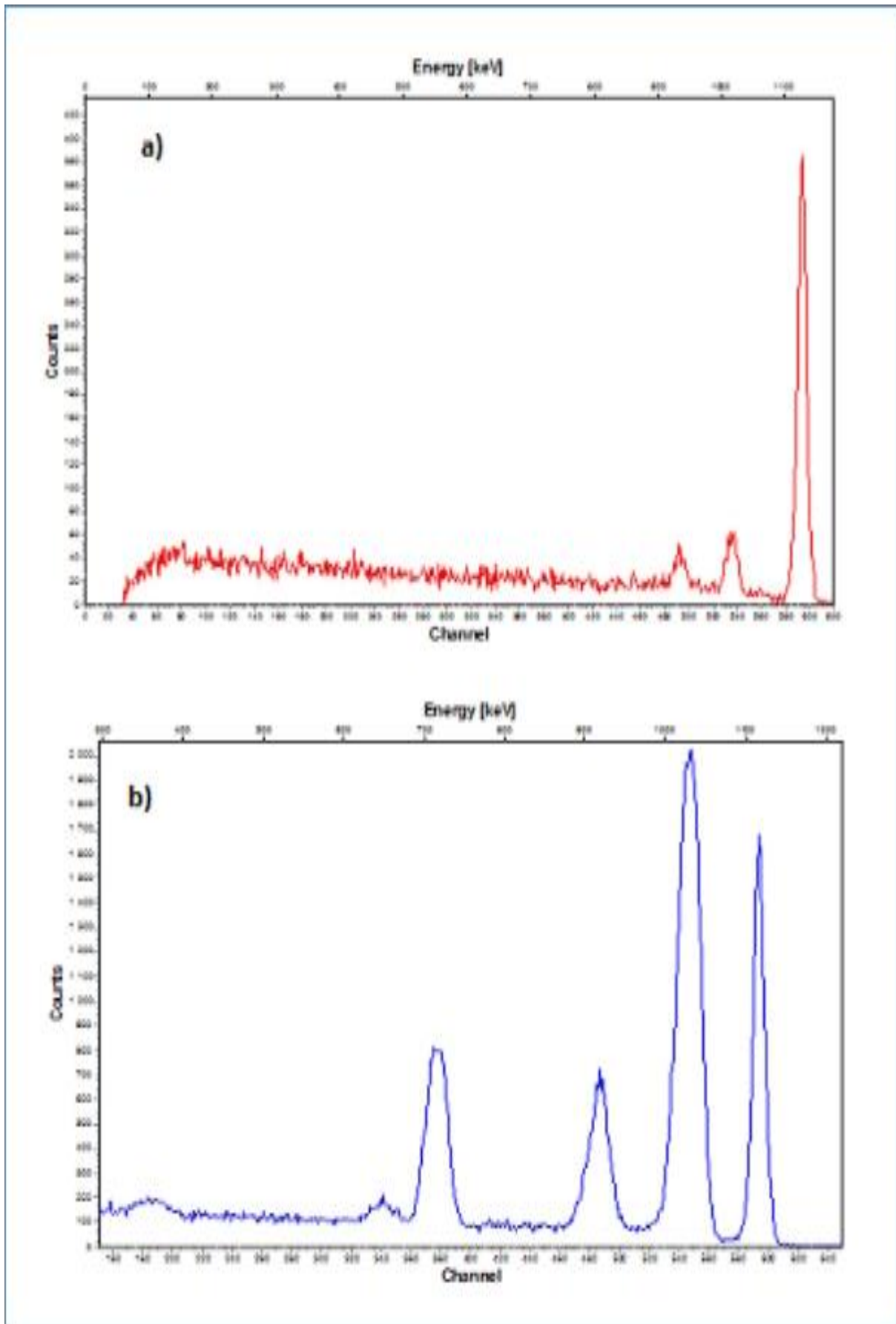


Figure 6 : Spectres EBS enregistrés (a) au niveau support d'Al seul et (b) au niveau de la partie du de la cible LiF/Al où a été déposé le LiF (Al+LiF) avec la face Al orienté vers le faisceau.

3.2 Simulation de spectre et résultats

Les compositions élémentaires et les épaisseurs du support Al et du dépôt LiF ont été déduites par la simulation SIMNRA [7] des deux spectres EBS enregistrés (figure 6 ci-dessus). Nous avons d'abord procédé à la simulation du spectre, obtenu avec le support Al seul, dans la région (0 – 610) canaux. Pour cela, nous avons représenté ce support par une séquence de 4 couches successives, C–Al₂O₃–Al(C)–Al₂O₃, où (C) désigne une quantité de contaminant en carbone déposé, de façon homogène, lors du processus d'évaporation de l'aluminium. Les couches Al₂O₃ représentent une fine enveloppe d'alumine résultant vraisemblablement de l'oxydation à l'air de la feuille d'Al préparée. Enfin, C est une très faible quantité de carbone amorphe déposé par le faisceau de protons sur la surface irradiée du support d'Al. Cette quantité de carbone, généralement observée au niveau de la chambre à réaction, provient des pompes à vides et son épaisseur est estimé à $\sim 20 \times 10^{15}$ atomes / cm². Lors de la simulation du spectre d'Al, nous avons utilisé les données appropriées des pouvoirs d'arrêts [8] et les sections efficaces de réaction nucléaires (qui ne sont pas du type Rutherford), évaluées par le programme "Sigma Calc 1.6" de l'IBA Nuclear Data Library (IBANDL) de l'Agence à l'Energie Atomiques (AIEA) [9]. Les résultats de cette simulation sont montrés par les courbes en trait plein. Comme on peut le constater (voir Fig.7), le spectre simulé reproduit parfaitement les 3 pics de protons induits par les réaction nucléaires ²⁷Al (p,p₀)²⁷Al, ¹²C(p,p₀)¹²C et ¹⁶O(p,p₀)¹⁶O, indiquant ainsi les données d'input (pouvoirs d'arrêts et sections efficaces de réactions nucléaires) utilisées dans la simulation sont très fiables. Cette simulation nous a permis d'obtenir les résultats suivants : i) une épaisseur de la feuille d'Al de $\sim 358 \times 10^{15}$ atomes /cm² avec au taux d'impureté en élément C de 3,5% et ii) une épaisseur de l'enveloppe d'alumine (Al₂O₃) de $\sim 65 \times 10^{15}$ atomes /cm².

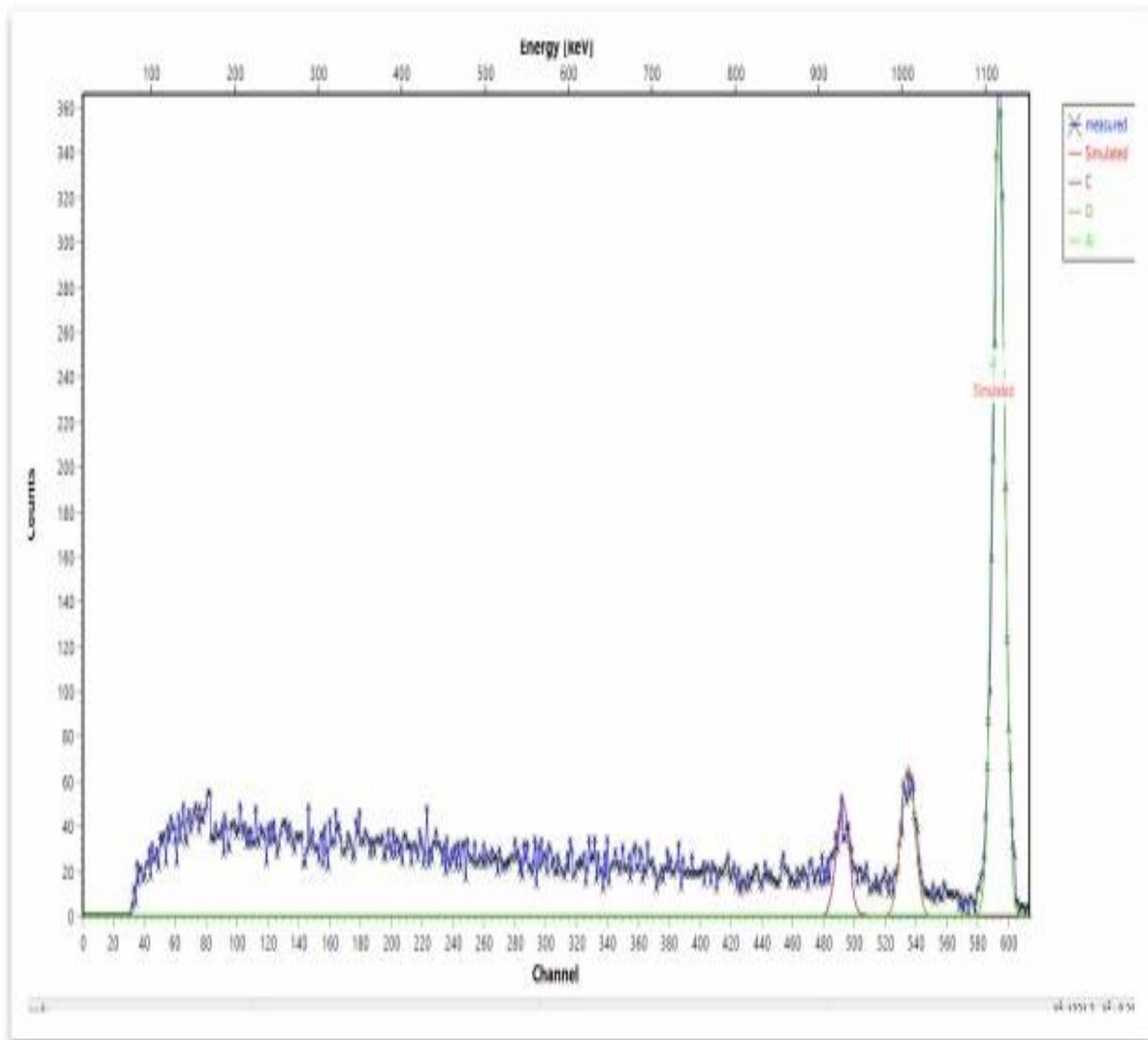


Figure 7 : Spectres EBS expérimentaux (triangles) pour des protons de 1300 keV dispersés sur un Échantillon cible LiF / Al de 0,3 μm d'épaisseur avec le support en Al seul.

Par la suite, nous avons procédé à la simulation du deuxième spectre (Al+LiF) où les résultats de simulation obtenus précédemment ont été fixés et seules les données relatives au dépôt LiF (épaisseur et stœchiométrie) ont été considérées comme des paramètres de l'ajustement. Le dépôt de LiF est supposé constitué d'une mixture LiF(C)(O) où (C) et (O) sont de faibles quantités de contaminant d'éléments C (carbone) et O (oxygène) distribuées de façon homogène à travers le dépôt LiF durant l'évaporation. Dans cette simulation, les sections efficaces du type Rutherford pour le ^{19}F et expérimentales [10,11] pour les isotopes (^6Li et ^7Li) ont été utilisées. Le meilleur ajustement du spectre EBS (pour Al+LiF), effectué dans l'intervalle d'énergie (160 – 640) canaux, est montré sur la figure 8. Ce meilleur ajustement correspond à la simulation 3950×10^{15} atomes / cm^2 et une stœchiométrie atomique de 47,75% Li, 47,75% F, 3,5% C et 1% O. Comme attendu, la composition initiale du composé

LiF n'a pas été altérée lors du processus d'évaporation et donc, les molécules de LiF n'ont pas subi de cassure. Par contre, des taux de 3.5% et de 1% d'impuretés d'éléments C et O ont bien été détectés. On constate aussi que le taux du contaminant carbone est le même pour les deux dépôts réalisés (support d'Al et LiF). Ceci est prévisible vu que ces dépôts ont été réalisés sous les mêmes conditions expérimentales. Nous résumons dans le Tableau 5, les résultats de cette simulation.

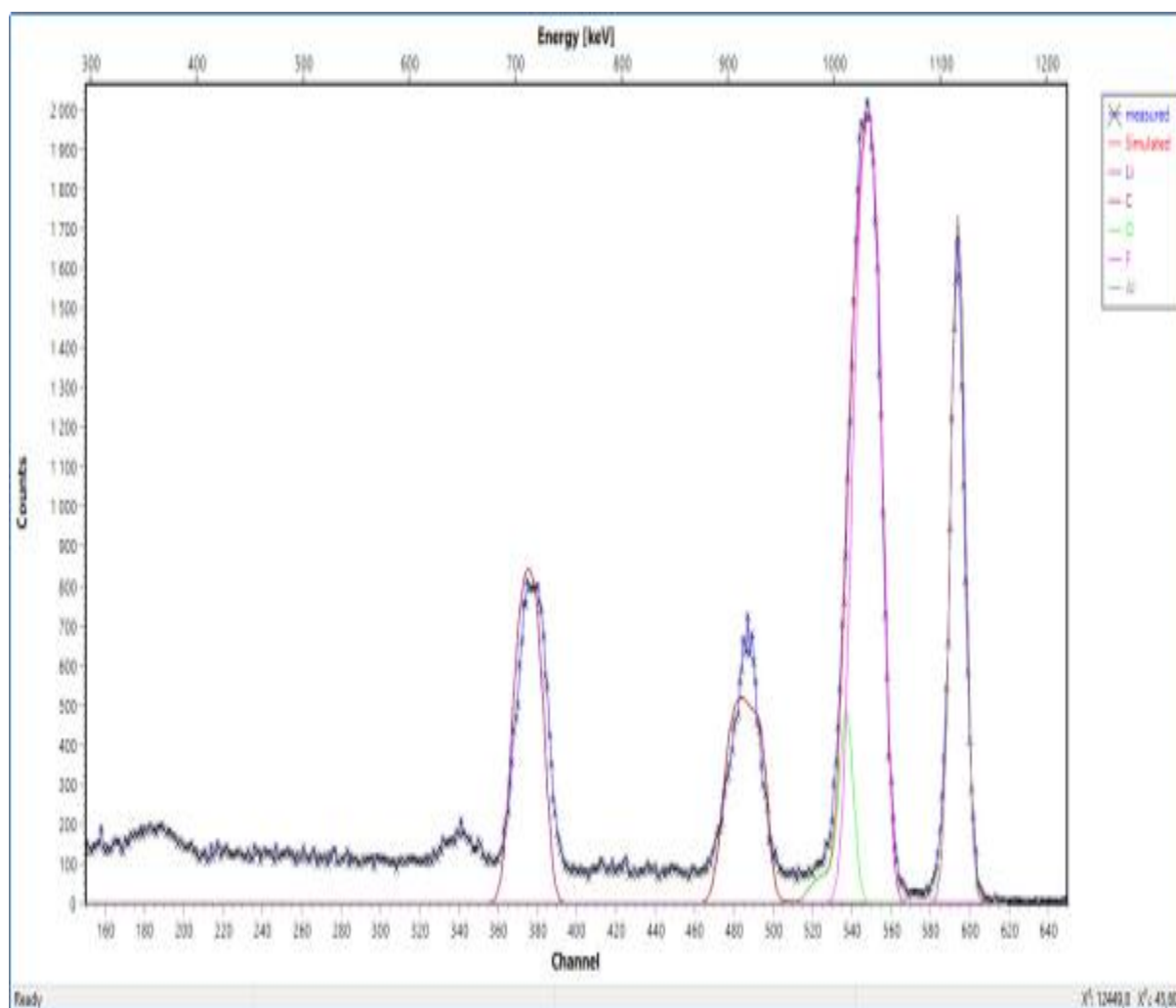


Figure 8 : Spectres EBS mesuré (triangles) pour des protons de 1300 keV sur la cible LiF / Al de 0,3 μm d'épaisseur où la partie (Al+LiF) est exposée au faisceau. Le meilleur ajustement correspondant, donné par le programme SIMNRA sur l'intervalle de canal (160–640) est représenté par la courbe en trait rouge.

Couche	Epaisseur (10^{15} atomes/ Cm^2)	Stœchiométrie (%)
C	20	100
Al_2O_3	65	Al : 40 ; O : 60
Al(C)	358	Al : 96.5 ; C : 3.5
LiF(C)(O)	3950	Li : 47.75 ; F : 47.75 ; C : 3.5 ; O : 1

Tableau 5: Résultats des analyses IBA de la cible de LiF/Al de 0,3 μm d'épaisseur. La cible simulée est C – Al_2O_3 – Al(C) – Al_2O_3 – LiF(C)(O) où (C) et (O) désignent respectivement des faibles quantités de contaminant.

4. Conclusion

Les épaisseurs des cibles CaF_2/Al et LiF/Al ainsi élaborées ont été estimées en effectuant des mesures systématiques de pertes d'énergie des particules alpha émises par une source radioactive très fine de ^{241}Am . Les valeurs des épaisseurs ainsi déterminées sont d'environ de 153 nm pour les supports d'Al, de 557 nm pour le dépôt de LiF et de (358, 506) nm pour les deux dépôts de CaF_2 préparés.

Deux spectres EBS (Elastic Backscattering Spectrometry), obtenus avec un faisceau de protons de 1300 keV bombardant une cible de LiF/Al de 0.3 μm d'épaisseur, ont été simulés par le code SIMNRA en vue de déterminer, principalement, la stœchiométrie et l'épaisseur du dépôt LiF. L'épaisseur du dépôt LiF donnée par la simulation est de 3950×10^{15} atomes/ cm^2 et sa composition atomique est de 47,75% Li, 47,75% F, 3,5% C et 1% O. On peut constater clairement que les molécules LiF n'ont pas subi de dissociation lors du processus d'évaporation. En revanche, les dépôts de LiF obtenus ont été contaminés par 3.5% de carbone et 01% d'oxygène.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Dans ce travail, nous avons préparé, par la méthode d'évaporation thermique, des cibles de fluorure de lithium (LiF) et de fluorure de calcium (CaF₂), supportées par de minces feuilles d'aluminium (Al) : les cibles CaF₂/Al et LiF/Al. La préparation de ces cibles est effectuée au niveau de la salle de dépôts physique du Centre de Recherches en Technologie des Semi-conducteurs pour l'Energétique (CRTSE). Ces cibles sont destinées aux mesures de perte d'énergie des ions légers (protons et particules alpha) disponibles auprès de l'accélérateur V.d.G-3.75 MV du CRNA. On rappelle que la méthode préconisée pour ces mesures est celle de transmission directe des faisceaux d'ions à travers les cibles à étudier et par conséquent, celles-ci doivent impérativement permettre les mesures simultanées de perte d'énergie dans le support d'Al seul et avec le dépôt de CaF₂ ou LiF. Ainsi, lors de l'évaporation de CaF₂ (ou LiF), nous avons pris le soin de mettre un écran devant le substrat d'Al afin de déposer l'évaporant sur uniquement une partie des supports d'Al. Les épaisseurs des cibles CaF₂/Al et LiF/Al ainsi élaborées ont été estimées en effectuant des mesures systématiques de pertes d'énergie des particules alpha émises par une source radioactive très fine de ²⁴¹Am. Les valeurs des épaisseurs déterminées sont d'environ de 153 nm pour les supports d'Al, de 557 nm pour le dépôt de LiF et de (358, 506) nm pour les deux dépôts de CaF₂ préparés.

Enfin, deux spectres EBS (Elastic Backscattering Spectrometry), obtenus avec un faisceau de protons de 1300 keV bombardant une cible de LiF/Al de 0.3 µm d'épaisseur, ont été simulés par le code SIMNRA en vue de déterminer, principalement, la stœchiométrie et l'épaisseur du dépôt LiF. L'épaisseur du dépôt LiF donnée par la simulation est de 3950×10^{15} atomes/cm² et sa composition atomique est de 47,75% Li, 47,75% F, 3,5% C et 1% O. On peut constater clairement que les molécules LiF n'ont pas subi de cassure lors du processus d'évaporation. En revanche, les dépôts de LiF obtenus ont été contaminés par 3.5% de carbone et 01% d'oxygène.

Selon les valeurs estimées des épaisseurs des cibles CaF₂/Al et LiF/Al préparées, les protons et les particules alpha d'énergie inférieure à ~ (1 à 1.5) MeV/uma seront des projectiles intéressants pour l'étude expérimentale des pouvoirs d'arrêt et du straggling en énergie pour ces cibles.

Bibliographie

Bibliographie

Références du 1er chapitre

[1] Mlle BOUDRIFA OUASSILA, Thèse de Magistère, Université Ferhat Abbas–SETIF, (2010).

[2] Aimé Richardt et Anne Marie Durand, Le Vide : Les Couches Minces, Les Couches Dures. Editions In-Finc, Paris 1994.

[3] JOURNAL DE PHYSIQUE IV Colloque C7, supplément au Journal de Physique III, Volume 6, novembre 1996.

[4] Lausanne [Switzerland, Dépôts physiques : techniques, microstructures et propriétés, Lausanne [Switzerland], 2003.

[5] Etude du dopage des couches minces de ZnO élaborées par spray ultrasonique par Abdelkader HAFDALLAH, Université Mentouri Constantine - Magister 2007.

[6] N. Benouattas, Thèse de magister, univ de constantine. (1993).

[7] Réalisation d'un capteur de gaz MOX par Mansour BENDIMERAD, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran - Magister en Physique 2009.

[8] LA PRATIQUE DU VIDE ET DES DEPÔTS DE COUCHE MINCES, Aimé Richardt et Anne-Marie Durand, Editions IN FINE.

[9] SANA HARIECH, Thèse de Magistère, Université UNIVERSITE MENTOURI-CNSTANTINE, (2009).

[10] Projet L'évaporation thermique réalisé par : Malak TALBI, Mohamed Amin EL-AGUECH, Sahar JEDIDI, Université De Sousse (2016/2017).

[11] Catalogue d'évaporateur BEL 310 (CRTSE).

[12] Lang's Handbook of Chemistry, edided by J.A Dean.

[13] KERN ABS 120-4N Manual (<http://www.kern-sohn.com/manuals>).

Références du 2ème chapitre

- [1] Said DJAROUM, Thèse de Doctorat, UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI BOUMEDIENNE, (2016).
- [2] MAESTRO-32 MCA EMULATOR FOR MICROSOFT WINDOWS 95, WINDOWS 98 AND WINDOWS NT, A65-B32 SOFTWARE USER'S MANUAL (VERSION 5), ORTEC PART 777800
- [3] Djamel MOUSSA, Thèse de Doctorat, UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI BOUMEDIENNE, (2014).
- [4] MINI TABLE DE RADIONUCLEIDES 2007, LABORATOIRE NATIONAL HENRI BECQUEREL.
- [5] <https://www.originlab.com>.
- [6] J.F. Ziegler, <http://www.srim.org>.
- [7] M. Mayer, SIMNRA program version 6.03, 30 days evaluation copy.
- [8] G. Konac, S. Kalbitzer, C. Klatt, D. Niemann, R. Stoll, Nucl. Instr. Meth. B 136–138 (1998) 159.
- [9] IBANDL Library, <http://www-nds.iaea.org/ibandl/>.
- [10] U. Fasoli, E.A. Silverstein, D. Toniolo, G. Zago, J. Nuovo Cimento 34 (1964) 1832.
- [11] S. Bashkin, H.T. Richards, Phys. Rev. 84 (1951) 1124.