



HAL
open science

Préparation de couches minces de bore (quelques $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) sur supports minces de carbone

J.P. Longequeue, N. Longequeue, H. Beaumevielle, E. Ligeon, F. Demartiny,
J. Fontenille

► **To cite this version:**

J.P. Longequeue, N. Longequeue, H. Beaumevielle, E. Ligeon, F. Demartiny, et al.. Préparation de couches minces de bore (quelques $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) sur supports minces de carbone. *J. Phys. Phys. Appl.*, 1962, 23 (S12), pp.141-143. 10.1051/jphysap:019620023012014100 . jpa-00212885

HAL Id: jpa-00212885

<https://hal.science/jpa-00212885v1>

Submitted on 4 Feb 2008

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

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

PRÉPARATION DE COUCHES MINCES DE BORE (QUELQUES $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) SUR SUPPORTS MINCES DE CARBONE

Par J. P. LONGEQUEUE, N. LONGEQUEUE, H. BEAUMEVIEILLE, E. LIGEON,
F. DEMARTINY et J. FONTENILLE,

Centre d'Études Nucléaires de Grenoble
et Laboratoire de Physique Nucléaire de la Faculté des Sciences de Grenoble.

Résumé. — Des couches minces de bore (quelques $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) déposées sur des supports minces de carbone ont été réalisées, le carbone et le bore étant évaporés par bombardement électronique. La mesure de l'épaisseur des couches minces a été faite en utilisant des quartz piézoélectriques, et les difficultés provenant de l'échauffement des quartz et de l'ionisation des atomes évaporés ont été surmontées.

Abstract. — Thin films of boron (some $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) deposited on thin backings of carbon have been prepared, carbon and boron being evaporated by electron bombardment.

The thickness of these thin films has been measured using piezoelectric quartz, and difficulties arising from heating of the quartz and from ionisation of evaporated atoms have been overcome.

Le but est de réaliser des cibles minces de bore d'épaisseur connue (quelques $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) en vue de l'étude des réactions nucléaires $^{11}\text{B}(p, \alpha_0)$ et $^{11}\text{B}(p, \alpha_1)$.

Principe de la réalisation des couches minces de carbone et bore. — Les supports de carbone sont réalisés de la façon suivante : Des lames de formvar de 20 à 100 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ sont montées sur des rondelles d'aluminium parfaitement usinées de diamètre extérieur 25 mm et intérieur 12 mm. Sur ces lames on évapore sous vide, par bombardement électronique, un film de carbone. On dissout ensuite le support de formvar dans du dioxane (plusieurs bains sont successivement utilisés). On évapore ensuite sous vide par bombardement électronique un film de bore qui se dépose sur le carbone.

Le système de chauffage par bombardement électronique (réalisé par la Sté SEAVOM) a été utilisé car il permet : d'atteindre les températures très élevées nécessaires à l'évaporation du carbone et du bore ; d'avoir une évaporation lente et facilement contrôlable. Il comporte une électrode centrale portée à un potentiel de 2 000 volts au-dessus de laquelle se trouve un filament de tungstène porté à incandescence par le passage d'un courant d'environ 50 A. L'électrode centrale est constituée par un batonnet de graphite pour l'évaporation de carbone et par un creuset en carbone, borure de titane ou tantale pour l'évaporation du bore. Le tracé de la résonance de 163 keV de la réaction $^{11}\text{B}(p, \alpha)$ en cible mince a montré que la contamination due à l'évaporation simultanée du bore et du creuset était négligeable avec le borure de titane et le tantale, en accord avec les résultats de Muggleton [1] et très faible avec le carbone,

Mesure de l'épaisseur de couches minces. —

1. PRINCIPE DE LA MESURE. — Le système de mesure des épaisseurs utilisé est celui proposé par Lostis [2] en 1958 et dont le principe est le suivant. Un quartz piézoélectrique de fréquence f (*) est placé dans l'enceinte d'évaporation ; lors de l'évaporation il reçoit une masse Δm de corps à évaporer ce qui produit une variation de sa fréquence d'oscillation donnée par $\Delta f = c \cdot \Delta m$ où c est une constante déterminée par étalonnage par une méthode interférométrique.

2. DIFFICULTÉS RENCONTRÉES. — a) *Difficultés provenant de l'échauffement.* — Dans le cas d'une évaporation de corps à bas point de fusion, la méthode de mesure proposée par Lostis est simple et consiste à réaliser un battement entre deux quartz, l'un recevant le dépôt, l'autre (protégé par un cache) donnant une fréquence de référence. La variation de cette fréquence de battement nous donne l'épaisseur du dépôt.

Dans le cas de l'évaporation de corps à très haute température d'évaporation tels que le carbone et le bore, une partie de la chaleur dégagée par l'anode chauffe le quartz par rayonnement. L'échauffement étant important, il s'ensuit pour chaque quartz une variation de sa fréquence d'oscillation très supérieure à la variation de fréquence due au dépôt. Par ailleurs, les quartz étant dans le vide, cet échauffement se prolonge et il faut attendre plusieurs heures avant que la température reprenne sa valeur initiale. En outre, nous avons constaté qu'il était difficile de trouver deux quartz ayant de 25° à 150 °C environ le même coefficient de température et qu'au fur et à mesure de l'évapo-

(*) Les quartz utilisés, fabriqués par la Sté L. P. E. avaient une fréquence nominale de 5 MHz.

ration, la lame mince de mica recouvrant le quartz de référence se recouvrait de carbone ou de bore et que l'échauffement des deux quartz n'était plus le même. Nous avons donc :

1° Supprimé le quartz de référence, la mesure de fréquence étant faite directement à la sortie de l'oscillateur piloté par le quartz de mesure à l'aide d'un fréquencesmètre Hewlett-Packard.

2° Refroidi par une circulation d'eau la platine supportant l'ensemble évaporateur pour que dès la fin de l'évaporation la température redevienne normale (fig. 1).

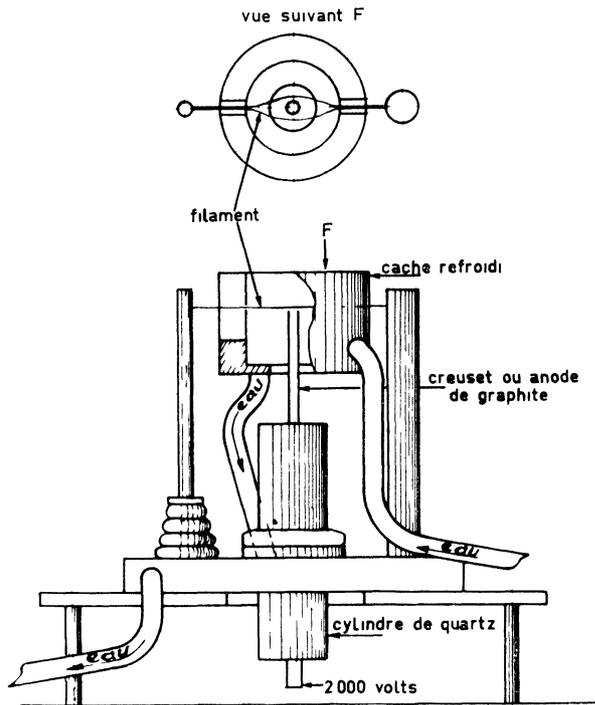


FIG. 1. — Platine support de l'évaporateur.

3° Fait passer dans le support de quartz, de l'eau dont la température était maintenue constante à 0,1 degré près par un thermostat, la température de cette eau pouvant varier de 25 à 35 °C (la température du quartz ne doit pas être maintenue trop basse car il se produit un piégeage des vapeurs résiduelles de l'enceinte à vide qui produit une dérive du quartz).

Dans ces conditions, les variations de fréquence dues à des variations de température étaient éliminées quelques minutes après la fin de l'évaporation.

b) *Difficultés provenant de l'anisotropie du système évaporateur.* — Les particules α émises par réaction $^{11}\text{B}(p, \alpha_0)$ et $^{11}\text{B}(p, \alpha_1)$ ont été comptées, pour une quantité d'électricité déterminée (1 mC) tombant sur la cible et pour une même tension d'accélération des protons, avec des cibles de bore réalisées avec le système évaporateur décrit précé-

demment. Ces essais ont montré que les diverses cibles réalisées au cours d'une même évaporation étaient inhomogènes dans des proportions pouvant aller jusqu'à 50 %. Les six supports sur lesquels était fait le dépôt de bore étaient cependant disposés sur un cylindre de section droite circulaire dont l'axe était constitué par l'axe du creuset ce qui éliminait toute possibilité de variation d'épaisseur due à un facteur géométrique. Ces inhomogénéités rendaient donc inutilisable la méthode proposée par Lostis. Le filament émetteur d'électrons ayant une forme géométrique quelconque, nous avons pensé que les variations d'épaisseur étaient dues à ce que les atomes de bore ou de carbone évaporés étaient ionisés par bombardement électronique et diversement déviés par suite de l'inhomogénéité du champ électrique au voisinage de l'anode.

Dans ces conditions, nous avons disposé entre le creuset et l'ensemble comportant les supports de cible et le quartz piézoélectrique un déflecteur électrostatique constitué par deux plaques métalliques de largeur 10 cm \times 10 cm et distantes de 8 cm (fig. 2). L'une de ces plaques était reliée à la masse et l'autre à — 5 000 volts. Les atomes ionisés étaient ainsi collectés et il n'arrivait sur les supports de cible et le quartz que des atomes neutres.

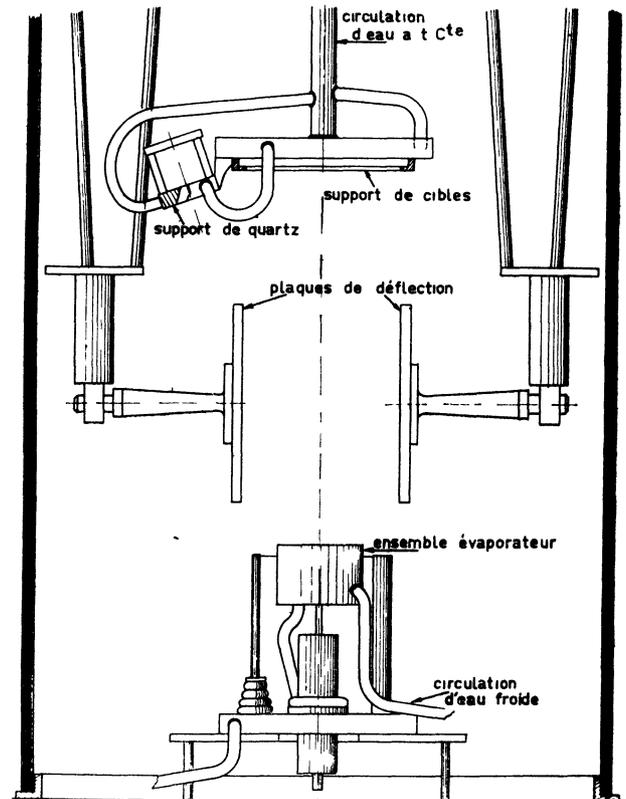


FIG. 2. — Schema de l'ensemble évaporateur.

Dans ces conditions, et en reprenant les mêmes essais, les variations d'épaisseur entre des cibles faites lors d'une même évaporation ont été de l'ordre de 1 %. La méthode proposée par Lostis s'est alors révélée particulièrement intéressante et un étalonnage réalisé à l'Institut d'Optique par M. Lostis a montré qu'à $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ correspondait une variation de fréquence de $10 \pm 0,5 \text{ Hz}$.

Remarques. — 1. PRÉCISION DES MESURES. — Des mesures ont été faites pour voir la stabilité de l'ensemble quartz-oscillateur. Elles ont montré que la fréquence était stable à $2 \cdot 10^{-6}$ près ce qui implique une incertitude sur la masse déposée de $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

2. ÉPAISSEURS DÉPOSÉES. — Des cibles de bore d'épaisseurs très variables ont été réalisées (2 à $40 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) ce qui nécessite parfois plusieurs évaporations successives. Les supports de carbone avaient une épaisseur de 20 à $30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

3. SOLIDITÉ DES SUPPORTS DE CARBONE. — Le point expérimental le plus délicat est la dissolution des supports de formvar dans le dioxane. Il est particulièrement important pour que les feuilles de carbone n'éclatent pas au moment de la dissolution du support, qu'elles soient homogènes. Nous avons remarqué que pratiquement toutes les feuilles de carbone étaient utilisables dans le cas où le carbone était évaporé en présence du déflecteur électrostatique alors qu'environ 50 % éclatent dans le cas où on n'utilise pas le déflecteur.

Nous remercions M. Lorrain, professeur, en congé de l'Université de Montréal, pour l'intérêt qu'il prit à cette étude et ses suggestions concernant l'ionisation des atomes évaporés; nous sommes reconnaissants envers M. Lostis, pour ses nombreux conseils et les étalonnages qu'il a aimablement réalisés.

Manuscrit reçu le 20 juin 1962.

BIBLIOGRAPHIE

[1] MUGGLETON (A. H. F.) et HOWE (F. A.), *Nuclear Instr. Methods*, 1961, **13**, 211.

[2] LOSTIS (P.), Thèse d'Ingénieur-Docteur, Paris, 1958.
