

Sonder la matière : des ions lourds à l'infrarouge, de la matière nucléaire aux matériaux composites.

Vincent Métivier

▶ To cite this version:

Vincent Métivier. Sonder la matière : des ions lourds à l'infrarouge, de la matière nucléaire aux matériaux composites.. Physique des Hautes Energies - Expérience [hep-ex]. Université de Nantes, 2016. tel-02415763

HAL Id: tel-02415763 https://hal.science/tel-02415763v1

Submitted on 17 Dec 2019 $\,$

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.





Habilitation à Diriger des Recherches

Vincent MÉTIVIER

Mémoire présenté en vue de l'obtention de l'habilitation à diriger des recherches

Discipline : Physique **Spécialité** : Physique nucléaire

Unité de recherche : Laboratoire de physique subatomique et des technologies associées - SUBATECH - UMR 6457 Ecole doctorale : 3MPL - Matière, Molécules, Matériaux en Pays de la Loire

Soutenue le 14 décembre 2016 à l'école des mines de Nantes

Sonder la matière : des ions lourds à l'infrarouge, de la matière nucléaire aux matériaux composites.

JURY

M. Charles-Olivier BACRI, Directeur de recherche CNRS, CSNSM Orsay (rapporteur) Mme Andrea DENKER, Chef de département, Helmoltz-Zentrum Berlin (rapporteur) Mme Christelle ROY, Directrice de recherche CNRS, IPHC Strasbourg (rapporteur) M. Michel CHEREL, Professeur, Université de Nantes M. Férid HADDAD, Professeur, Université de Nantes M. Lionel LUQUIN, Professeur, Mines Nantes

PREAMBULE





a. illustration de la mise en évidence du rayonnement infrarouge (Herschell, 1800 [1]).

b. production d'un J/ ψ (entre autres) lors d'une collision Pb-Pb à $\sqrt{s_{NN}}$ = 2,76 TeV au LHC (2011 [2]).

Figure 1 – matière et rayonnement... voir l'invisible : de l'expérience de Herschell au LHC.

« Rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme »... Cette *citation*, attribuée à Lavoisier, est une version *revisitée* de ce qu'il écrivait dans son 'Traité élémentaire de chimie' en 1789 [3] : « car rien ne se crée, ni dans les opérations de l'art, ni dans celles de la nature ; et l'on peut poser en principes que dans toute opération, il y a une égale quantité de matière avant et après l'opération ; que la qualité et la quantité des principes est la même, et qu'il n'y a que des changements, des modifications ». Les découvertes et développements de la physique subatomique et de la physique des particules ont mis en évidence qu'au contraire, il existe des processus physiques permettant la **création et l'annihilation de particules** et ainsi **de matière**. Si on sait maintenant que la matière ne se conserve pas (forcément) dans une réaction, on peut néanmoins considérer que ce « tout » qui **se conserve et se transforme**, c'est en fait **l'énergie**, la matière n'en étant qu'une forme particulière (« équivalence masse-énergie » E = mc² [4] [5]).

Fournir de l'énergie à un système (l'exciter), par le biais d'une sonde, d'une particule, d'un rayonnement, va pouvoir engendrer des modifications de ses propriétés, voire de sa structure. Si le système revient dans son état initial, on pourra parler de processus « non destructif » ; sinon, le système ou ses constituants auront subi des transformations, pouvant être irréversibles. Ces interactions, et leurs conséquences, peuvent « impacter » différentes échelles, du macroscopique (au niveau du matériau) au plus microscopique (au niveau des atomes, des noyaux, des hadrons, des particules élémentaires...). La Figure 1 a. illustre une expérience fort simple, mais néanmoins fondamentale, conduite par Herschell [1], contemporain de Lavoisier : un thermomètre placé au-delà (du côté rouge) du spectre visible du soleil indique une température plus élevée que lorsque le thermomètre n'est pas soumis au rayonnement du soleil : c'était la première fois que l'on mettait en évidence un rayonnement « invisible », qui sera appelé ultérieurement infrarouge, et qui fait partie intégrante du spectre électromagnétique tel qu'on le connait de nos jours. Röntgen mettra ensuite en évidence, en 1895, les rayons X [6], composante plus dure de ce rayonnement électromagnétique, « de l'autre côté » du spectre visible. La Figure 1 b. illustre quant à elle les collisions les plus violentes (en termes de densité d'énergie) que l'on sait (re)produire sur Terre de nos jours dans le Large Hadron Collider (LHC), transformant l'énergie de deux noyaux de plomb, collisionnant à très grande vitesse, en un très grand nombre de particules.

Si les expériences de Lavoisier concernaient les « éléments » (atomes et molécules), les « découvertes » de la radioactivité (H. Becquerel en 1896 [7], P. et M. Curie en 1898 [8]) puis du noyau atomique (H. Geiger et E. Marsden en 1909 [9] et E. Rutherford [10]) vont ouvrir le champ d'une nouvelle physique, et de nouvelles applications. La mise en évidence de la première transmutation « artificielle » d'un élément (l'alchimie moderne !) par E. Rutherford [11] en 1919 constitue pour moi une expérience « originale et originelle » : en envoyant des particules alpha sur de l'azote, des protons sont « apparus » ; même si l'interprétation de l'époque n'était pas allée jusque-là, ce sont bien des noyaux d'azote ¹⁴N qui, après interaction avec les particules alpha incidentes (⁴He) ont été *transmutés* en ¹⁷O accompagnés d'un proton. Et de fait, l'énergie

des particules alpha (essentiellement celles du ²¹⁴Po, fils du ²¹⁴Bi) de la source de « radium C » utilisée était suffisante pour vaincre la barrière coulombienne et le seuil de la réaction. Cependant, pour transmuter des éléments (noyaux) plus lourds, il faut des particules incidentes d'énergies bien supérieures à celles fournies par les sources radioactives (... ou alors utiliser des neutrons : Chadwick [12] en 1933, Fermi et al. [13] en 1934). C'est pourquoi les développements des premiers accélérateurs (Wideröe en 1928 [14], Cockcroft et Walton en 1930 [15], Lawrence en 1932 [16]) me semblent également une étape fondamentale ; tout comme les travaux autour des premiers détecteurs « électroniques » (Rutherford et Geiger en 1908 [17], Townsend en 1910 [18], Geiger et Muller en 1928 [19]).

Si j'ai tenu à rappeler ces quelques éléments historiques et à me replonger avec plaisir dans les articles associés, c'est pour souligner que, finalement, bon nombre des concepts et d'outils de physique nucléaire ont été établis *rapidement*, dès les années 1930, mais qu'il aura fallu les développement technologiques autour des accélérateurs et des détecteurs pour pouvoir aller plus loin et permettre les formidables développements de la physique nucléaire et des particules et la réalisation des expériences d'hier, d'aujourd'hui et de demain, et leur prolongements applicatifs.

Si j'ai attendu *un peu* avant de présenter cette habilitation (quelques 20 années après ma thèse de doctorat), j'ai ainsi eu l'opportunité d'orienter mes recherches dans plusieurs directions. Je vais donc présenter dans les pages qui suivent ces différentes activités, qui ont pour fil conducteur des **développements expérimentaux autour des interactions d'ions, particules et rayonnements avec la matière, pour des problématiques de recherches fondamentales et appliquées**.



Figure 2 – sonder la matière... les différentes approches de mon travail.

La Figure 2 illustre cette approche, autour d'un thème central (sonder la matière), avec différentes sondes (optiques, rayons X, particules légères et ions lourds), différents moyens de détection (détecteurs solides, gazeux et électronique associée), et différents domaines d'études adressés (la matière nucléaire, le contrôle non destructif (CND) de matériaux et les applications en santé et biomédical).

Ces travaux et recherches ont été menés en équipes et/ou au sein de collaborations; si j'ai personnellement contribué aux développements et résultats présentés ici, je n'oublie évidemment pas que ceux-ci sont avant tout le fruit du travail de ces équipes et collaborations. Je remercie donc ici chaleureusement toutes les personnes que j'ai eu la chance de rencontrer et avec qui j'ai eu le plaisir de travailler : physiciens nucléaires, électroniciens, optoélectroniciens, physiciens des matériaux, mécaniciens, radiochimistes, radiobiologistes, physiciens médicaux, médecins, ingénieurs, techniciens, administratifs, chercheurs, enseignants, étudiants, etc.

Et notamment, pour rendre à thésard ce qui appartient à thésard, je mentionnerai au fil du document les thèses que j'ai ou que nous avons encadré dans le groupe associé (que je fus officiellement impliqué dans l'encadrement ou non) et qui ont grandement contribué aux résultats de ces recherches.

Pour l'organisation de ce document, j'ai choisi de conserver peu ou prou un séquencement chronologique, qui doit permettre de tisser le fil entre les différentes activités abordées (voir schéma synoptique sur la Figure 3 de la page suivante).

Je commence donc par présenter mes travaux autour des collisions d'ions lourds, qui, en allant des énergies intermédiaires aux énergies ultra-relativistes, permettent d'explorer le diagramme des phases de la matière nucléaire pour contribuer à la compréhension de la matière nucléaire « ordinaire » (équation d'état, transitions de phase, multifragmentation et vaporisation des noyaux, etc.), jusqu'à la formation d'un plasma de quarks et de gluons quand la température et la densité du milieu le permettent. En tant que physicien nucléaire expérimentateur, mes contributions sont avant tout expérimentales, que ce soit dans le développement de détecteurs, la réalisation d'expériences et l'analyse des données obtenues.

Je consacre la partie suivante aux développements spécifiques de détecteurs gazeux de type MPGD (Micro Pattern Gas Detectors), MICROMEGAS et PIM ; si les premières études ont été menées dans le cadre d'expériences de physique des hautes énergies en relation avec la thématique précédente, des applications, notamment dans le domaine de la santé, ont rapidement été adressées.

Dans une troisième partie, j'aborde le prolongement de ces recherches instrumentales vers des problématiques plus « appliquées » concernant le développement de capteurs sans contacts pour la métrologie et leurs applications plus « industrielles » dans le domaine du contrôle non destructif (CND).

Le dernier volet de mes activités, à savoir un retour aux sources vers des méthodes plus « nucléaires », notamment autour du cyclotron ARRONAX, est ensuite développé avec une projection vers l'avenir en termes de projet scientifique.

Cette présentation de mes travaux et perspectives scientifiques est suivie d'un curriculum vitae détaillé, présentant mon parcours, les différentes fonctions et responsabilités que j'ai été amené à occuper, encadrements d'étudiants, implications dans des projets et programmes de recherche, activités d'enseignements spécifiques et développement d'activités pédagogiques innovantes.

Enfin, après la liste complète de mes publications et communications, une sélection de cinq articles *les plus représentatifs* est proposée.

Si l'objet d'une thèse de doctorat est de démontrer une compétence et une acuité scientifique sur un sujet très spécialisé, une habilitation à diriger des recherches a vocation à être plus un document de synthèse et d'ouverture ... Ce mémoire doit donc être abordé comme tel ; le lecteur qui souhaiterait approfondir certains aspects abordés pourra trouver de plus amples détails dans les publications en référence.

Vincent Métivier Ecole des Mines de Nantes laboratoire SUBATECH Octobre 2016



Figure 3 – schéma synoptique de mon parcours professionnel et scientifique ; les thématiques seront explicitées et détaillées dans la suite du document.

TABLE DES MATIERES

REAMBULE	3
ABLE DES MATIERES	7
ACRONYMES ET SIGLES	9
RAVAUX ET PROJET SCIENTIFIQUES	11
Autour des collisions d'ions lourds et des multidétecteurs	11
Autour d'INDRA	13
Le multidétecteur INDRA au GANIL	13
Autres développements expérimentaux autour d'INDRA	15
Les noyaux chauds - Mécanismes de réaction - Multifragmentation	16
Quoi de neuf depuis ou quid de la multifragmentation et de la transition de phase liquide - gaz ?	18
Autour d'ALICE	19
Le détecteur ALICE au CERN	20
Le spectromètre à muons d'ALICE	20
Le système de déclenchement (trigger) du spectromètre à muons	21
Le système de trajectographie (tracking) du spectromètre à muons	24
Quoi de neuf depuis ou quid de l'observation et de l'étude du plasma de quarks et de gluons ?	26
Autour des détecteurs : développements de Micro Pattern Gas Detectors	27
Les Resistive Plate Chambers du trigger dimuon d'ALICE	28
MICROMEGAS	30
Principe	30
Résolution spatiale (1D)	32
Localisation 2D par pistes résistives	33
Efficacité et claquages	34
Parallel Ionization Multiplier (PIM)	34
Principe	34
PIM, un détecteur pour les particules au minimum d'ionisation (MIPs)	35
PIM pour l'imagerie béta	36
Quoi de neuf depuis ? ou des détecteurs gazeux aux liquides nobles	38
PIM et Beta imageur	38
Proposition d'une nouvelle gamma camera Compton pour une imagerie médicale à trois photons	39
Autour de la métrologie sans contact et du contrôle non destructif	41
Autour de l'optoélectronique	41
Profilométrie pour le développement de détecteurs	41
Capteurs à rétrodiffusion laser (rétro injection optique ou self-mixing)	43
Capteurs à fibres optiques pour la vibrométrie et la réfractométrie	46
Autour du Contrôle Non Destructif	49
CND d'assemblages (multi)matériaux	49
Inspection de pièces et structures composites de grandes dimensions	52
Autour d'ECND PDL	55
Evaluation non destructive de la densité des matériaux du génie civil par rayons X	56
Quoi de neuf depuis ou perspectives autour du CND	58
Projet scientifique autour d'ARRONAX: une plateforme pour l'étude de la matière inerte et vivante	59
Arronax	59
Mesure de sections efficaces pour la production de radionucléides innovants	60
Campagnes de mesures de sections efficaces	62
La technique de mesure : les stacked-foils	63
Exemple : le scandium-44	63
Perspectives pour la production de radionucléides	65

Analyses par faisceaux d'ions : PIXE/PIGE à haute énergie	66
PIXE à haute énergie	67
Dispositif expérimental	69
Analyse d'éléments traces par HEPIXE et limite de détection	69
Analyse d'échantillons épais et multicouches	71
Analyse des éléments légers et matériaux hétérogènes (granulaires)	72
Sections efficaces d'ionisation avec des projectiles de haute énergie	73
Perspectives pour les analyses par faisceaux d'ions	75
Dosimétrie et Radiobiologie	76
Etude de la réponse de films radiosensibles Gafchromic	77
Vers une dosimétrie en ligne	79
De l'irradiation de cellules	80
Perspectives pour la radiobiologie	81
Conclusion générale sur les travaux et projets scientifiques	83
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	85
CURRICULUM VITAE DETAILLE	97
État civil	
Diplômes et formation	
Parcours professionnel	
Responsabilités et encadrement	92
Responsabilité de groupes de recherche :	
Responsabilité de groupes de recherche :	
Autres fonctions et responsabilités (actuelles et/ou passees)	
Co-encadrement de theses	
Participation à des jurys de thèse :	
Encadrement de Post-Docs	
Encadrement de Stages de DEA / M2 / Mastère	
Tuteur école de projets de fin d'études (formation ingénieurs et masters, Mines Nantes)	99
Implications dans projets et programmes de recherche collaborative	101
Implication dans des actions spécifiques de formation	102
Autour du Master 2 Rayonnements ionisants et Application	
Projets M1 (Formation par la Recherche, TER, Projets OSE) :	
Innovations pédagogiques	102
LISTE COMPLETE DES PUBLICATIONS	103
Articles dans revues à comité de lecture	103
Actes de conférences	106
Autres publications et rapports	111
Communications	
CINQ PUBLICATIONS LES PLUS REPRESENTATIVES	115

ACRONYMES ET SIGLES

AIEA	Agence internationale à l'énergie atomique (IAEA)				
ALICE	A large ion collider experiment				
APA	Apprentissage par l'action				
ARRONAX	Accélérateur pour la recherche en radiochimie et oncologie à Nantes atlantique				
CERN	Organisation européenne pour la recherche nucléaire				
CFRP	Carbon fiber reinforced plastic				
CND	Contrôle non destructif				
CNM	Cold nuclear matter				
CPC	Cathode pad chamber				
CRCNA	Centre de recherche en cancérologie Nantes-Angers				
CSA	Charge sensitive amplifier				
Csl	iodure de césium (détecteur au)				
DAP	Département automatique et productique (Mines Nantes)				
DQPRM	Diplôme de qualification en physique radiologique et médicale				
ECND-PdL	Evaluation et contrôle non destructif en Pays de la Loire				
ESPI	Electronic speckle pattern interferometry				
FEE	Front-end electronics				
FEM	Finite element method				
FWHM	Full width at half maximum (largeur à mi-hauteur)				
GANIL	Grand accélérateur national d'ions lourds (Caen)				
Ge	Germanium (détecteur au)				
GIF	Gamma irradiation facility (CERN)				
HDR	Habilitation à diriger des recherches				
HEPIXE	High energy particle induced x-ray emission				
HPGe	High purity germanium detector				
ICO	Institut de cancérologie de l'ouest				
IMF	Intermediate mass fragment (fragments de masse intermédiaire, Z ≥ 3)				
INDRA	Identification de noyaux et détection avec résolutions accrues				
IR	Infrarouge				
IRT	Institut de recherche technologique (du Programme Investissements d'Avenir)				
LEGe	Low energy germamium detector				
LET	Linear energy transfert (TEL en français)				
LHC	Large hadron collider (du CERN)				
LCP	Light charged particle (Particule Légère Chargée)				
LPCC	Laboratoire de physique corpusculaire de Caen				
LUCIE	Laser ultrasonic for composite inspEctions				
LUIS	Laser ultrasonic Inspection System				
MeV/n	MeV par nucélon (énergie par nucléon)				
MICROMEGAS	MICRO-MEsh GAseous Structure				
MIP(s)	Minimum ionizing particle(s)				
MPGD	Micro pattern gas detector				
Phoswich	Phosphor sandwich (détecteur combinant 2 scintillateurs)				
PIA	Programme investissements d'avenir				
PIM	Parallel ionisation multiplier				
PIGE	Particle induced gamma-ray emission				
PIXE	Particle induced x-ray emission				
PMMA	Poly(methyl methacrylate)				
PPAC	Parallel plate avalanche counter				

PRISMA	Physics of radiation interactions with matter and applications		
PS	Proto synchrotron (CERN)		
QGP	Quark gluon plasma		
RBE	Efficacité biologique relative		
R&D	Recherche et développement		
RPC	Resistive plate chamber		
SDD	Silicon drift detector		
Si	Silicium (détecteur au)		
SPS	Super proton synchrotron (CERN)		
SUBATECH	Laboratoire de physique subatomiques et des technologies Associées		
TEL	Transfert d'énergie linéique (LET en anglais)		
TEMP	Tomographie à émission monophotonique		
TEP	Tomographie à émission de positrons		
TSCNG	Technologies et structures composites de nouvelle génération		

TRAVAUX ET PROJET SCIENTIFIQUES

Autour des collisions d'ions lourds et des multidétecteurs

Pour décrire les noyaux et les réactions nucléaires, la notion de « matière nucléaire » et des concepts et analogies thermodynamiques sont utilisés depuis les travaux de Weizsäcker en 1935 [20], Bethe en 1936 [21], Bohr [22] et Weisskopf [23] en 1937. Cette matière nucléaire peut être considérée comme un liquide incompressible, et étudiée thermodynamiquement si on change ses conditions de température et/ou de densité... et c'est là que les collisions d'ions lourds sont un formidable outil pour sonder cette matière nucléaire, depuis les noyaux « ordinaires » [24] jusqu'au plasma de quarks et de gluons déconfinés (QGP) [25].



Figure 4 – diagramme des phases de la matière nucléaire (d'après [26]) ; les différents états en fonction de la température et de la densité y sont représentés¹ ; on peut distinguer la transition de phase entre la matière nucléaire ordinaire (liquide) et un gaz d'hadrons, puis celle vers un plasma de quarks et de gluons à plus haute température ; une troisième coordonnée présente les états possibles en présence d'étrangeté (de quarks étranges).

Les collisions d'ions lourds permettent en effet, suivant les noyaux utilisés, les énergies mises en jeu et les conditions expérimentales d'explorer le diagramme des phases de la matière nucléaire (voir Figure 4) et ainsi de tester son équation d'état et de mieux contraindre les modèles. Les énergies dites « intermédiaires » sont typiquement de l'ordre de quelques dizaines de MeV par nucléons (MeV/n). Endessous de ces énergies, la longueur d'onde réduite associée aux nucléons ($\lambda/2\pi = \hbar/p$) est supérieure au fm (10^{-15} m), taille typique des nucléons et de la portée de l'interaction forte entre nucléons ; ainsi leur « pouvoir de résolution » ne leur permet d'interagir qu'avec le noyau dans son ensemble (effets collectifs, de champs moyen) comme représenté sur la Figure 5 (calculs relativistes). L'étude des collisions d'ions lourds aux énergies intermédiaires (comme au GANIL à Caen) doit donc permettre d'étudier la physique et les propriétés de l'interaction forte entre nucléons et de développer et améliorer les modèles associés.

¹ Une façon alternative et plus communément utilisée actuellement consiste à utiliser le potentiel chimique baryonique μ_B en lieu et place de la densité.

Quand on augmente fortement l'énergie disponible dans le centre de masse (sur cible fixe comme au SPS ou en collisionneur comme le LHC, au CERN), on peut alors sonder la matière nucléaire dans des dimensions bien plus petites et accéder ainsi à la physique de l'interaction forte « élémentaire » entre quarks, portée par les gluons.



Figure 5 – longueur d'onde réduite (en fm) associée aux nucléons de deux noyaux collisionnant en fonction de leur énergie cinétique relative dans le centre de masse (en MeV/n) ; les énergies intermédiaires sont typiquement comprises entre 10 et 100 MeV/n, ce qui correspond à une longueur d'onde réduite autour du fm, et permettent de sonder les noyaux ; les collisions d'ions lourds ultra relativistes du LHC sont au niveau du TeV/n (10⁶ MeV/n) et permettent de sonder la matière nucléaire à l'échelle des quarks.

Ces différentes expériences sont notamment un moyen d'étudier les transitions de phase (voir Figure 6) : liquide-gaz (multifragmentation, vaporisation des noyaux) pour des températures autour de la dizaine de MeV, et déconfinement - hadronisation (plasma de quarks et de gluons, QGP) pour des températures typiquement supérieures à 150 MeV [27].



Figure 6 – matière nucléaire et transitions de phase : liquide-gaz à gauche et hadron-QGP à droite.

Durant les années 1990, j'ai eu l'occasion de mener des recherches autour de ces deux phénomènes : au GANIL tout d'abord avec le multidétecteur INDRA, puis au CERN, à l'occasion de la R&D autour du multidétecteur ALICE pour le LHC...

Autour d'INDRA

Les collisions d'ions lourds aux énergies dites intermédiaires (ou autour de l'énergie de Fermi) ont pour objectif d'étudier les phénomènes mis en jeu lors du passage entre les processus de basse énergie où les effets collectifs (modèle du noyau composé) dominent et les collisions à plus haute énergie où les interactions nucléon-nucléon (modèle participant-spectateur) dominent [30] [31] ; il s'agit notamment de créer les noyaux « les plus chauds possible », et au-delà de provoquer leur multifragmentation (cassure en plusieurs fragments), voire leur vaporisation (transformation complète en particules légères uniquement), phénomènes prédits par Bohr dès 1936 (« For still more violent impacts, with particles of energies of about a thousand million volts, we must even be prepared for collision to lead to an explosion of the whole nucleus ») [32] et par Gurevich en 1939 (« Phase Transitions in Nuclear Matter » [33]).

Schématiquement, on peut distinguer trois *temps* lors d'une collision d'ions lourds aux énergies intermédiaires : la voie d'entrée (mécanismes de réaction), celui de l'interaction proprement dite (« partage » d'énergie et/ou de matière), et enfin la voie de sortie (désexcitation). Cependant, ces trois phases sont évidemment imbriquées et interdépendantes et cette vision est d'autant plus proche de la réalité que le système a le temps de se thermaliser. Dans ce cas, si la désexcitation est bien décrite dans le cadre du modèle statistique [23] [34] des effets dynamiques peuvent venir s'ajouter [35] [36] (pour les particules émises avant thermalisation, on parle alors d'émission de pré-équilibre). Au fur et à mesure que l'énergie d'excitation du système augmente, on doit donc passer d'une désexcitation par « évaporation » de particules (thermique, statistique) pour arriver à une vaporisation complète (gaz de nucléons)... en passant par une phase de multifragmentation comme illustré sur la Figure 6 a.

Le multidétecteur INDRA au GANIL

C'est donc dans le but d'étudier les noyaux chauds et la multifragmentation nucléaire que le multidétecteur INDRA a été conçu, construit, et installé au GANIL pour une première campagne de mesures en 1993. INDRA est un multidétecteur 4π permettant une détection et une identification en charge des fragments et particules légères chargées émis lors d'une collision [37].



Figure 7 – multidétecteur INDRA dans sa chambre de réaction ouverte (crédit photo : collaboration INDRA).

Une photographie du multidétecteur INDRA est présentée sur la Figure 7. Il fonctionne sous vide et offre une très bonne granularité avec 336 modules indépendants, regroupés en couronnes. Il peut ainsi détecter des événements de grandes multiplicités. Un module type est constitué d'une chambre d'ionisation basse pression suivie d'un télescope Si (300 µm) / Csl (5 à 14 cm), sauf pour la première couronne aux angles avant (entre 2° et 3°) qui est constituée de 12 détecteurs phoswichs (« sandwich » de deux scintillateurs plastiques NE102 (500µm) suivis de NE115 (250mm), lus par un même photomultiplicateur). L'identification des noyaux est possible jusqu'à au moins Z=30 et leur énergie mesurée sur une grande gamme (jusqu'à 5000:1 pour les détecteurs silicium) avec un seuil de l'ordre de 1 MeV/n (grâce aux chambres d'ionisation).

J'ai participé à la première installation du multidétecteur et de son électronique au GANIL et j'ai contribué au développement logiciel de son contrôle en ligne. J'ai ensuite pris part à la première campagne de mesures au printemps 1993. Coté détecteur, j'ai particulièrement travaillé sur la première couronne en développant une méthode automatisée d'identification en charge et d'étalonnage en énergie dans les détecteurs phoswichs [38]. Le choix de cette technologie à base de scintillateurs plastiques a été guidé par plusieurs considérations : leur capacité à supporter les forts taux de comptage (grâce à leur réponse rapide) rencontrés aux angles avant pour la plupart des systèmes aux énergies du GANIL, leur relative facilité d'usinage, la possibilité de les assembler avec des zones mortes très réduites, et le fait de pouvoir en réaliser avec de grandes épaisseurs (nécessaire pour détecter les particules les plus énergétiques). Cependant, les scintillateurs plastiques sont connus pour la mauvaise linéarité de leur réponse lumineuse en fonction de l'énergie déposée et leur relativement mauvaise résolution en énergie ; de plus, la technique phoswich (basée sur le principe du télescope Δ E-E) engendre des seuils d'identification des noyaux d'autant plus élevés que l'épaisseur du premier scintillateur (ΔE) est grande. Les avantages l'emportant sur les inconvénients, notamment grâce à la cinématique des noyaux à détecter aux angles avant, c'est bien cette technologie qui a été choisie ; la couronne entre 2 et 3° est donc constituée de 12 modules, comportant chacun un scintillateur plastique NE102 d'épaisseur 500 µm (compromis entre faibles seuils en énergie et identification des fragments lourds d'un côté, et bonne efficacité pour les particules légères et bonne séparation de fragments de l'autre) suivi d'un scintillateur plastique NE115 d'épaisseur 250 mm (permettant la détection de protons jusqu'à 200 MeV) ; pour chacun des modules, la lumière de scintillation est lue par un même photomultiplicateur de type XP2982. La discrimination des signaux lumineux produits dans les deux étages de détection est possible grâce aux constantes de temps de désexcitation très différentes pour le NE102 (2,4 ns) et le NE115 (320 ns). Le signal délivré par le photomultiplicateur lors de la détection d'une particule ou d'un fragment est dupliqué et intégré avec deux portes temporelles différentes (30 ns et 800 ns), générant ainsi deux informations : une composante dite « rapide », reflétant le signal du NE102, et une composante « totale » (voir Figure 8).



Figure 8 – les douze assemblages phoswichs de la première couronne d'INDRA et exemple de signaux délivrés : si le photomultiplicateur ne voit que le signal total, deux portes électroniques d'intégration en temps distinctes permettent de discriminer la composante rapide de la composante lente (totale dans la pratique).

Un exemple de signaux fourni par un détecteur phoswich de la 1^{ère} couronne d'INDRA, correspondant au cumul des données obtenues pour des ions Ar envoyés sur des noyaux Ni à 40, 52, 63, 74, 84 et 95 MeV/n, est présenté sur la Figure 9. C'est un histogramme à deux dimensions (bidim) construit à partir des deux composantes (rapide et totale) fournies par l'électronique de lecture des photomultiplicateurs ; chacune des « lignes » correspond à un fragment détecté de numéro atomique Z donné (de Z=1 à Z=18 ici), avec une énergie d'autant plus grande que la composante totale est élevée. Sur cette même Figure 8 sont représentées les fonctions ajustées pour chaque numéro atomique Z construite à partir de la méthode automatisée que j'ai développée (lignes continues) ; ces fonctions permettent l'identification et la détermination de l'énergie des particules et fragments détectés, après calibration.



Figure 9 – signal rapide en fonction du signal total pour un détecteur phoswich d'INDRA (cumul des données obtenues pour des ions Ar envoyés sur des noyaux Ni à 40, 52, 63, 74, 84 et 95 MeV/n) ; les lignes continues représentent la fonction d'identification ajustée sur les données pour chaque numéro atomique Z [38].

Autres développements expérimentaux autour d'INDRA

Lors d'une collision noyau-noyau aux énergies intermédiaires, il y a formation d'un ou plusieurs noyaux excités qui constituent autant de sources d'émission de particules légères (n, p, d, t, α) et fragments de masse intermédiaire (ou IMF, noyaux de numéro atomique $Z \ge 3$). Le multidétecteur INDRA a été conçu pour identifier les particules légères chargées et fragments émis par ces sources, afin de pouvoir caractériser ces dernières et remonter aux processus d'émission et leur dynamique. Les corrélations entre particules chargées permettent d'accéder aux coordonnées spatio-temporelles des sources d'émission, notamment leur taille et le temps moyen d'émission entre deux particules, permettant ainsi de discriminer les émissions statistiques (sources thermalisées) et dynamiques (prééquilibre,...). Si ce type d'analyse sur les données de la première campagne de mesures a donné des premiers résultats intéressants [39], il est apparu qu'une amélioration de la granularité de certaines couronnes (essentiellement 8-9 et 14-15) devrait permettre d'atteindre de meilleures résolutions spatiales, indispensables pour des mesures de corrélation plus pertinentes [40]. L'utilisation de détecteurs silicium à localisation [41] a alors été envisagée, en remplacement des détecteurs siliciums initialement installés sur ces couronnes. Un premier prototype à surface résistive avec deux électrodes sur chaque face permettant une localisation suivant deux dimensions (X,Y) a été réalisé à l'IPN Orsay; la forme trapézoïdale et la relativement grande taille des détecteurs (35 cm²) silicium d'INDRA était un défi technologique. J'ai conçu un banc de mesure pour tester ce prototype, utilisant une diode laser montée sur une table X-Y à déplacement micrométrique. Un exemple de balayage d'une des surfaces actives du détecteur est représenté sur la Figure 10. La forme exotique (électrodes non parallèles) ne pose pas de problèmes, les distorsions apparentes pouvant être corrigées en combinant les signaux fournis par les couples d'électrodes de chaque face. En déconvoluant de l'ouverture numérique (faible) de la diode laser, on peut montrer qu'une résolution spatiale inférieure à 50 µm peut être atteinte pour la détection de particules légères chargées et de fragments de masse intermédiaire.

Cependant, l'arrêt des activités expérimentales à SUBATECH autour d'INDRA et du GANIL à la fin des années 1990 n'a pas permis de continuer cette R&D prometteuse, ni le programme scientifique associé.



Figure 10 – illustration de localisation 2D par un détecteur silicium monolithique à surface résistive (R&D autour d'une évolution possible du multidétecteur INDRA).

Les noyaux chauds - Mécanismes de réaction - Multifragmentation

Concernant l'étude de la physique des collisions d'ions lourds aux énergies intermédiaires avec le multidétecteur INDRA, je me suis principalement intéressé aux mécanismes de réactions entre 25 et 74 MeV/n pour des systèmes projectile/cible symétriques de tailles différentes (Ar+KCl et Xe+Sn). Les résultats ont été publiés dans plusieurs articles, notamment V. Métivier et al. [42] qui fait partie des cinq publications présentées à la fin de ce document. Le principal résultat met en avant la prédominance des collisions binaires où la mémoire de la voie d'entrée (projectile et cible) reste présente en voie de sortie, même pour des paramètres d'impact petits (collisions quasi-centrales) et malgré des énergies dissipées pouvant atteindre voire dépasser 10 MeV/n; nous avons de plus mis en évidence un comportement similaire, avec une loi d'échelle entre le système Ar+KCl et le système Xe+Sn qui compte environ 3 fois plus de nucléons ; sur la Figure 11 et la Figure 12 sont représentées différentes multiplicités détectées, notamment de particules légères chargées (LCP) et de fragments de masse intermédiaire (IMF) en fonction d'une grandeur qui correspond à l'énergie dissipée dans une collision binaire (realtive kinetic energy loss) et qui reflète l'énergie d'excitation maximale de la quasi-cible et du quasi-projectile. Les évolutions observées ne dépendent pas de l'énergie incidente (entre 25 et 74 MeV/n) ; la loi d'échelle entre les deux systèmes est clairement visible en comparant les multiplicités de fragments $Z \ge 3$ pour Ar+KCl et $Z \ge 9$ pour Xe+Sn. Cependant, pour ce dernier système, la multiplicité de fragments ($Z \ge 9$) voisine de 3 pour les énergies d'excitation modérées peut être reliée à la fission du quasi-projectile ou de la quasi-cible (voir [42] pour l'étude détaillée).



Figure 11 – différentes multiplicités en fonction de l'énergie d'excitation, mesurées pour les collisions Ar+KCl à différentes énergie incidentes ; les comportements observés ne dépendent pas de l'énergie incidente ; la multiplicité d'IMF autour de 2 peut être reliée à la mémoire de la voie d'entrée (la cible et le projectile) [42].



Figure 12 – différentes multiplicités en fonction de l'énergie d'excitation, mesurées pour les collisions Xe+Sn à différentes énergie incidentes ; les comportements observés ne dépendent pas de l'énergie incidente ; la multiplicité de fragments (Z ≥ 9) voisine de 3 pour les énergies d'excitation modérées peut être reliée à la fission du quasi-projectile ou de la quasi-cible [42].

Ces événements binaires ne laissent finalement que peu de place (en termes de section efficace) à des événements pour lesquels une source unique se désexciterait (en voie de sortie) suite à la fusion quasicomplète des deux corps en voie d'entrée comme attendu en extrapolant les mécanismes de basse énergie. Cependant, de tels événements conduisant à une source unique mettant en jeu la quasi-totalité des nucléons des deux noyaux collisionnant ont tout de même été observés avec la réaction Xe+Sn à 50 MeV/n, mais avec une très faible section efficace (à hauteur de 50 mb, pour une section efficace totale de réaction de l'ordre de 4,6 b) [43] ; cette source, excitée autour de 12 MeV/n, se désexcite par **multifragmentation** avec un scénario compatible avec une émission « thermique » (statistique) accompagné d'une énergie radiale « collective » (dynamique). Nous avons également mis en évidence des **effets dynamiques** d'émission de protons [44] et de fragments de masse intermédiaire (IMF) [35] dans des collisions plus périphériques.

De nombreux autres résultats autour de la multifragmentation ont été publiés et présentés en conférences (voir liste de publication plus loin dans ce document). Parmi eux, je voudrais faire ressortir un des tout premiers résultats marquants d'INDRA présentant la **vaporisation** complète en particules légères (n, p, He) pour le système Ar+Ni [45], et ce même pour des collisions « binaires » [46].

Quoi de neuf depuis... ou quid de la multifragmentation et de la transition de phase liquide - gaz ?

Nous avons publié en 1997 un article intitulé « Surveying the nuclear caloric curve » [47] qui ne présentait pas le « plateau » attendu pour la transition de phase (revoir Figure 6 a.), contrairement à d'autres expériences [48]. Depuis, les analyses se sont poursuivies autour de ces courbes caloriques [49] [50], mais aussi par le biais de nouvelles signatures qui sont définies et recherchées pour la caractérisation de cette transition de phase (voir notamment la revue « Nuclear multifragmentation and phase transition for hot nuclei » publiée en 2008 par B. Borderie et M.F. Rivet [51]) mais aussi par le développement de moyens de détection encore plus performants comme le projet FAZIA [52].

Pour conclure cette partie, je reprendrai cet extrait de la conclusion de l'article de B. Borderie et al [50] en 2013 : « [...] this behaviour of caloric curves is the ultimate signature of a first order phase transition for hot nuclei. The only piece now missing is the nature of the dynamics of the transition, i.e. the fragment formation. [...] ».

Autour d'ALICE

Quelques mois après mon arrivée à SUBATECH, je suis *monté en énergie* en rejoignant l'équipe qui menait des études autour de la conception du spectromètre à muons de l'expérience ALICE. ALICE est le seul dispositif expérimental installé auprès du LHC spécialement conçu pour étudier les collisions de noyaux lourds (Pb-Pb). Son objectif est d'observer et de comprendre la transition de phase de la matière hadronique vers le plasma de quarks et de gluons. Du point de vue expérimental, la mise en évidence de cette transition n'est pas aisée puisque lors de la collision, si le plasma de quarks et de gluons (QGP) est créé, ce n'est que durant un temps extrêmement bref ($< 10^{-20}s$), suivi d'une phase d'hadronisation, d'expansion et de refroidissement (voir Figure 13).



Figure 13 – scenario d'évolution spatio-temporelle d'une collision d'ions lourds à très hautes énergies (d'après [26]).

Pour mettre en évidence cette transition et étudier cet état (QGP), il faut donc des observables caractéristiques suffisamment robustes et non ambigües pour qu'elles ne puissent pas être interprétées en termes d'autres effets physiques. L'une des signatures les plus intéressantes proposées consiste à mesurer les résonances mésoniques des familles du J/ $\psi(c\bar{c})$ et de l' $\Upsilon(b\bar{b})$ dont les taux de production doivent diminuer par effet d'écrantage lors de la phase initiale de la réaction si le plasma de quarks et de gluons s'est établi [53]. De plus, ces résonances peuvent être « facilement » détectées via leur voie de décroissance muonique en une paire $\mu^+\mu^-$ (voir Figure 14).



Figure 14 – spectres en masse simulés de résonances des familles du J/ ψ et Y reconstruites avec le spectromètre à muons d'ALICE [54].

La construction d'un spectromètre à muons sur ALICE a été définitivement recommandée par le comité LHC en décembre 1996, suite au dépôt de la lettre d'intention et de la proposition technique que nous avions rédigée cette même année [55].

Le détecteur ALICE au CERN

Le détecteur ALICE (*A Large Ion Collider Experiment*) est schématisé sur la Figure 15 et présenté de façon détaillée dans l'article « The ALICE experiment at the CERN LHC » [56]. Il a été conçu et construit par une collaboration internationale, comprenant plus de 1000 physiciens et ingénieurs, de plus de 30 pays différents.



Figure 15 – vue schématique du détecteur ALICE (d'après [57])

Le détecteur ALICE est installé au point P2 du collisionneur LHC au CERN. Ces dimensions sont de 16 x 16 x 26 m³ pour une masse totale d'environ 10 000 t. Il est constitué de 18 sous-systèmes, couvrant la partie centrale (entre 45° et 135°, dans l'aimant « de L3 ») pour la détection d'hadrons, électrons et photons, la partie vers l'avant (entre 2° et 9°) pour le spectromètre à muons, et quelques détecteurs situés à petits angles pour la caractérisation globale des événements et le déclenchement (*trigger*) général. C'est un détecteur conçu pour étudier les collisions selon un grand nombre d'observables qui sont présentées de façon exhaustive dans les *Physics Performance Reports* d'ALICE [57] [58].

Le spectromètre à muons d'ALICE

Parmi les différentes sondes qui doivent permettre d'étudier le plasma de quarks et de gluons, l'une des signatures les plus intéressantes, comme nous l'avons déjà mentionné, consiste à mesurer la production des résonances mésoniques des familles du J/ $\psi(c\bar{c})$ et de l' $\Upsilon(b\bar{b})$ par leur voie de décroissance muonique. Le principe de fonctionnement du spectromètre à muon est « très simple » : il « suffit » d'identifier les paires $\mu^+ \mu^-$ et de déterminer leurs caractéristiques cinématiques pour remonter aux masses invariantes des résonances qui les ont émises ; sachant que cette éventuelle paire de muons est noyée dans un très grand nombre de particules produites lors d'une collision noyau-noyau, jusqu'à plusieurs milliers dans l'acceptance² du spectromètre 2,5 < η < 4 pour les collisions centrales Pb-Pb.

² L'acceptance ainsi définie en termes de pseudo-rapidité η correspond à l'ouverture angulaire 2° < θ < 9° du spectromètre ; en effet, la pseudo-rapidité d'une particule s'écrit $\eta = -\ln(\theta/2)$ où θ est l'angle entre le vecteur impulsion \vec{p} de la particule et l'axe du faisceau.

Il faut donc être capable : d'éliminer au maximum les « autres » particules en perturbant le moins possible les muons qu'il faut identifier ; courber les trajectoires de ces μ^+ et μ^- à l'aide d'un champ magnétique et reconstruire ces trajectoires dans l'espace (x,y,z). Pour ce faire, le spectromètre à muons d'ALICE est donc constitué (voir Figure 15 et Figure 16) :

- + d'un absorbeur frontal (*front absorber*) multi matériaux (de faibles et grands numéros atomiques) pour arrêter un grand nombre des hadrons et photons produits lors de la collision ;
- + d'un aimant de déviation (dipole magnet) pour courber la trajectoire des particules chargées, notamment les μ+ et μ- ;
- + d'un ensemble de 10 plans de détecteurs de trajectographie (tracking chambers) ;
- + d'un système de déclenchement (trigger), capable d'identifier rapidement les événements contenant des muons d'intérêt, comprenant un second absorbeur (« filtre à muons ») et 4 plans de détecteurs (trigger chambers) regroupés en deux « stations » situées à 16 m et 17 m du point d'interaction ;
- + d'un blindage de tube faisceau (*inner beam shield*) pour protéger les chambres de détection des particules produites à grande rapidité.

Dans le groupe « dimuons » de SUBATECH, nous avons contribué au design et à la caractérisation expérimentale de l'absorbeur frontal [59] [60], du blindage de tube faisceau [61] [62], au choix et au design de l'aimant de déviation [63] [64], au système de trajectographie [65] [66] et au système de déclenchement (voir paragraphes suivants).



Figure 16 – le spectromètre à muons d'ALICE : l'aimant de déviation (dipole magnet) et quelques plans de chambres de trajectographie à gauche (crédit : CERN) et les détecteur du trigger à droite (crédit : Aurélien Muller)

Le système de déclenchement (trigger) du spectromètre à muons

Le système de déclenchement permet d'identifier en ligne les événements d'intérêt, c'est-à-dire essentiellement ceux pour lesquels deux muons μ^+ et μ^- sont émis avec une énergie au-dessus d'un certain seuil afin de sélectionner ceux correspondant à la décroissance d'un J/ ψ ou d'un Υ et d'éliminer les événements de bruit de fond à faible impulsion transverse. Le signal fourni est utilisé pour déclencher le système d'acquisition des données des chambres de trajectographie.

Le principe de fonctionnement du système de déclenchement est schématisé sur la Figure 17, sur lequel les deux absorbeurs (frontal et filtre à muons) et les chambres de trajectographie ne sont pas représentés. La trajectoire du muon est déviée par le champ magnétique³ du dipôle avec un rayon de courbure d'autant plus grand que son énergie (ou impulsion p) est grande ; à la limite, une particule d'impulsion infinie aura une trajectoire rectiligne. Grâce aux coordonnées mesurées dans les deux stations de détection du trigger

³ Le plan normal au champ magnétique dipolaire est appelé plan de déviation, ou *bending plane*, et le plan contenant le champ magnétique est appelé « *non bending plane* » ; la projection des trajectoires des particules chargées est incurvée dans le *bending plane* et rectiligne dans le *non bending plane*.

(MT1 et MT2), on peut déterminer la différence (δY_2) entre la trajectoire réelle et la trajectoire « infinie » (passant par le point d'interaction et pointant vers le point d'impact dans MT1) : plus cette différence est grande, plus l'impulsion du muon est faible.



Figure 17 – le principe du trigger du spectromètre à muons d'ALICE représenté dans le plan de déviation ou *bending plane* (adapté de [67]).

En définissant une zone d'acceptation dans le plan MT2 ($Y_{2 min}$, $Y_{2 max}$), on définit ainsi un seuil en impulsion pour le muon détecté. Dans la pratique, deux seuils sont prédéfinis, selon que l'on s'intéresse au J/ ψ ou à l' Υ (voir Figure 18) :

- + un seuil bas (Low cut) correspondant à une impulsion transverse $p_t > 1$ GeV/c pour la détection du J/ ψ ;
- + un seuil haut (*High cut*) correspondant à une impulsion transverse p_t > 2GeV/c pour la détection de l'Y.



Figure 18 – efficacité des coupures en impulsion transverse des muons [68] ; les valeurs des seuils ont été définies pour une efficacité de 50% ; la courbe « Road ± 8 » correspond à une ouverture ($Y_{2 min}, Y_{2 max}$) plus grande.

Un signal « dimuon trigger » typique est alors généré si au moins deux traces, correspondant à des particules de signe opposé et d'impulsion supérieure au seuil prédéfini, sont détectées dans l'événement⁴.

Le signal électronique doit être disponible rapidement (en moins d'1µs) afin d'aller déclencher l'acquisition des chambres de trajectographie et de contribuer au signal trigger général de niveau 0 d'ALICE. Il fallait donc concevoir une électronique de calcul et de décision rapide, associée à des détecteurs rapides ; les détecteurs utilisés sont de type *Resistive Plate Chambers* (RPC), qui permettent d'allier un temps de réponse rapide, un coût acceptable, une grande robustesse et une résolution spatiale suffisante. Ils seront présentés dans la partie suivante consacrée aux développements autour des détecteurs gazeux.

L'architecture et les caractéristiques finale du système de déclenchement sont présentées dans le *Technical Design Report* du spectromètre dimuon d'ALICE [68] et dans [69] [67]. J'ai participé à la définition de ce système de déclenchement, de l'algorithme associé au travers de simulations, de son implémentation électronique (Figure 19) ainsi qu'aux tests des détecteurs RPC.



Figure 19 – architecture générale de l'électronique du trigger du spectromètre à muons d'ALICE.

L'efficacité (simulation) du trigger sur la détection des résonances J/ ψ et Y est présentée sur la Figure 20 en fonction de leur rapidité (en haut) et de leur impulsion transverse (en bas) ; on remarque que cette efficacité est proche de 1 pour l'Y et ne dépend quasiment pas de sa rapidité ni de son impulsion transverse ; ce qui n'est pas le cas pour le J/ ψ pour lequel les coupures du trigger sont plus sensibles à la cinématique de décroissance de cette résonance.

Enfin, le Tableau 1 synthétise les performances attendues du système de déclenchement du spectromètre à muons d'ALICE en termes d'efficacité de détection des résonances [Det] et de réjection des différentes contributions de bruit de fond [Rej].

	Low p _T efficiency		High p _T efficiency	
Muons from	'reference'	'full simu'	'reference'	'full simu'
π and κ decay	91% [Rej]	88% [Rej]	99% [Rej]	98% [Rej]
charm	80% [Rej]	77% [Rej]	97% [Rej]	96% [Rej]
beauty			80% [Rej]	74% [Rej]
J/ψ	75% [Det]	76% [Det]		
r		98% [Det]	93% [Det]	90% [Det]

Tableau 1 – efficacité de détection des résonances J/ ψ (à gauche) et Υ (à droite) en fonction de leur rapidité (en haut) et de leur impulsion transverse (en bas) [68].

⁴ Il est également possible de déclencher sur des muons uniques ou de même signe pour normaliser le bruit de fond.

On remarque que ce système de déclenchement a été conçu autour d'un compromis entre la rejection du bruit de fond (pour minimiser les taux de comptage) et l'efficacité de détection du signal attendu. La valeur du seuil bas en p_t a été fixée de façon à conserver un taux de trigger inférieur à 1kHz dans les « conditions standards » ; il en résulte une efficacité autour de 75 % qui a été jugée acceptable ; enfin, ce seuil est programmable en fonction des conditions de bruits de fond de l'expérience.



Figure 20 – efficacité de détection des résonances J/ ψ (à gauche) et Y (à droite) en fonction de leur rapidité (en haut) et de leur impulsion transverse (en bas) [68].

Le système de trajectographie (tracking) du spectromètre à muons

Le système de trajectographie du spectromètre à muons d'ALICE est composé de 5 stations, comportant chacune 2 chambres de détection, chaque chambre fournissant une information de localisation (x,y) dans le plan orthogonal au faisceau.

Afin de pouvoir atteindre une résolution en masse inférieure à 100 MeV/c² dans la région de l' Υ (nécessaire à la séparation des Υ' et Υ''), les chambres de détection du système de trajectographie doivent avoir les caractéristiques suivantes [55] [68] :

- + une efficacité de détection des muons la plus élevée possible (> 95 %) ;
- + une résolution spatiale dans le plan de déviation (bending plane) meilleure que 100 μm ;
- + une résolution spatiale de l'ordre de 2 mm dans le non bending plane ;
- + présenter une faible épaisseur de matière, de l'ordre de 2 à 3 % de X₀ pour chaque plan de détection⁵;
- + supporter des densités de particules jusqu'à 3.10⁻² cm⁻² (première station) pour conserver un taux d'occupation inférieur à 5%;
- + présenter une faible sensibilité aux photons et neutrons (bruit de fond).

⁵ La longueur de radiation X₀ est définie comme l'épaisseur de matière (en cm ou g/cm²) traversée par un électron de haute énergie pour laquelle son énergie est réduite d'un facteur 1/e (suite aux interactions électromagnétiques).

Les caractéristiques de ces chambres, et par-delà du système de trajectographie, sont étroitement liées à celle des absorbeurs (frontal et blindage faisceau). En effet, si les absorbeurs permettent de réduire le nombre de particules de bruit de fond et ainsi la densité des hits dans les chambres, ils peuvent perturber la trajectoire des muons (« straggling » angulaire et en énergie) et générer du bruit de fond secondaire, notamment dans la partie centrale (à faibles angles) des chambres autour du blindage faisceau.

Les matériaux qui composent l'absorbeur frontal (qui doit atténuer le flux de particules chargées par au moins 2 ordres de grandeur) doivent donc être choisis pour qu'il présente :

- + une faible longueur d'interaction λ_{int} afin d'absorber efficacement les hadrons ;
- + une grande longueur de radiation X₀ afin de préserver la résolution en masse du spectromètre.

Nous avons étudié différentes configurations pour l'absorbeur frontal [59]. C'est un assemblage multimatériaux à base de carbone (meilleur rapport X_0/λ_{int}) et de béton (moins cher) qui a finalement été retenu et qui permet de conserver la résolution en masse souhaitée pour le J/ ψ et l' Υ (voir courbes C+Conc., pour carbone + concrete (béton), de la Figure 21).

L'absorbeur frontal est donc composé :

- + d'un cône de carbone dans sa partie la plus proche du vertex d'interaction ;
- + suivi d'une partie en béton, qui en outre présente une bonne protection contre les neutrons ;
- + puis d'une succession de couches de plomb / polyéthylène boré. Le plomb, de Z élevé, permet de réduire le flux de gamma et de limiter ainsi le bruit de fond dans les premières chambres de trajectographie ; le polyéthylène, qui contient beaucoup d'atomes d'hydrogène, est un modérateur qui permet de déplacer l'énergie des neutrons rapides restants dans la région où le bore présente une grande section efficace d'absorption.

Au final, l'absorbeur frontal mesure 4,13m le long et représente environ 10 longueur d'interaction (λ_{int}) et 62 longueurs de radiation (X_0).



Figure 21 – comparaison de la résolution en masse en fonction de la rapidité y (à gauche) et l'impulsion transverse p_t (à droite) pour différentes configuration de l'absorbeur frontal ; simulations avec B.I = 3 T.m pour l'aimant de déviation et σ_x = 100 µm et et σ_y = 1,44 mm pour la résolution spatiale des chambres ; voir [59] pour plus de précisions.

Concernant les chambres de trajectographie, nous avons notamment mené, dans le groupe dimuon de SUBATECH, une R&D autour de l'utilisation du concept MICROMEGAS [65], tout juste proposé par Y. Giomataris et al. [70]. Les détecteurs MICROMEGAS, conçus au laboratoire et caractérisés sur les faisceaux du SPS au CERN, seront présentés plus en détail dans la partie suivante consacrée aux développements autour des détecteurs gazeux.

La note ALICE [66] présente les résultats et conclusions de cette R&D avec une proposition de technologie des détecteurs MICROMEGAS (à gauche sur la Figure 22) et une solution d'intégration et d'assemblage de modules MICROMEGAS élémentaires pour le système complet de trajectographie (à droite sur la Figure 22).



Figure 22 – proposition d'intégration du système complet de trajectographie (à droite) basée sur l'utilisation de détecteurs modulaires MICROMEGAS (à gauche) [66].

Si les détecteurs MICROMEGAS présentaient presque toutes les caractéristiques requises, la jeunesse et « l'immaturité » du concept, et notamment des interrogations quant à sa capacité à limiter et supporter les décharges ou claquages (phénomènes d'établissement d'un courant presque continu pendant un temps long devant celui d'apparition du signal engendrant un certain temps mort, voire la destruction du détecteur), ont conduit la collaboration ALICE à choisir le concept plus conservatif de Cathode Pads Chambers(CPC) [68], basé sur la technologie des chambres à fils.

Quoi de neuf depuis... ou quid de l'observation et de l'étude du plasma de quarks et de gluons ?

La prise de données avec le détecteur ALICE a commencé avec le démarrage du LHC en 2009 avec des collisions p+p à \sqrt{s} = 900 GeV, puis à \sqrt{s} = 7 TeV au printemps 2010. Les collisions Pb+Pb ont débuté à $\sqrt{s_{NN}}$ = 2,76 TeV fin 2010.

Auparavant, la production (et la suppression) du J/ ψ lors des collisions d'ions lourds a été étudiée de 20 à 200 GeV auprès du Super Proton Synchrotron (SPS, CERN) et du Relativistic Heavy Ion collider (RHIC, Brookhaven). Au SPS, la collaboration NA50 a observé une forte suppression dans les collisions centrales Pb+Pb, supérieure à celle attendue par les effets de *Cold Nuclear Matter* (CNM) [71]; Au RHIC, la collaboration PHENIX a observé une suppression similaire dans les collisions Au+Au à mi-rapidité, et plus importante à grande rapidité [72].

Les premiers résultats d'ALICE montrent également une suppression aussi bien au niveau du J/ ψ [73] que de l' Υ [74] dans les collisions Pb+Pb à $\sqrt{s_{NN}} = 2,76$ TeV par rapport aux collisions p+p. Cependant, cette suppression à grande rapidité (pour le J/ ψ) semble moins importante que celle observée par la collaboration PHENIX dans les collisions centrales Au+Au à $\sqrt{s_{NN}} = 0,2$ TeV. Cette « suppression de la suppression » pourrait être expliquée par des effets de recombinaison de paires cc... Les recherches continuent, tant sur le plan expérimental (Run 2 LHC, upgrades d'ALICE) que théorique pour étudier et expliquer ces effets et mécanismes, et mieux comprendre cette matière nucléaire en interaction forte...

Nous pourrions donc presque conclure ce paragraphe en reprenant le titre du papier que nous avons publié en 1998 : "[...] How close have we come to the quark-gluon plasma?" [26] et la phrase "The strong interaction with the high density QCD matter results in an energy-loss whose effects were already seen [...] but further analyses are required to understand the details of underlying mechanism" extraite de [2] (2011).

Autour des détecteurs : développements de Micro Pattern Gas Detectors

Dans cette partie, je synthétiserai ma contribution aux recherches autour des détecteurs à gaz, notamment les « Micro Pattern Gas Detectors » (MPGD), développés à SUBATECH tout d'abord dans le cadre de la physique des hautes énergies, puis dans le cadre d'applications pour l'imagerie biomédicale.

Les détecteurs gazeux peuvent présenter des configurations très variées et, s'ils sont particulièrement adaptés à la détection des particules chargées et des ions lourds, ils peuvent également être utilisés pour les photons, voire les neutrons, avec (ou sans) convertisseur. Ils fonctionnent sur le principe de l'ionisation du gaz lors du passage d'une particule ou d'un rayonnement ionisant, puis de la dérive (vers les électrodes) des électrons et des ions créés sous l'effet de champs électriques appliqués qui peuvent également permettent une amplification du signal électronique généré. Schématiquement, on peut classer les détecteurs à gaz en deux grands types selon la géométrie du champ électrique appliqué, plans ou cylindriques.

Pour les détecteurs à géométrie cylindrique, le champ électrique n'est pas uniforme (mais en 1/r) et peut atteindre des valeurs très élevées au voisinage de l'électrode interne, généralement un fil de quelques dizaines de microns de diamètre. Pour la géométrie plane, le champ est uniforme entre les deux électrodes, et il faut de grandes différences de potentiels et/ou de très faibles distances entre les électrodes pour atteindre des champs électriques élevés (> 10 kV/cm) nécessaires à l'amplification du signal.

Le choix de la configuration et de la technologie utilisée dépendra donc d'un certain nombre de critères : quelles particules à détecter (très ionisantes, au minimum d'ionisation (MIPs), neutrons, photons) ? Avec quelle résolution en énergie ? Quelle résolution spatiale ? Quelle résolution temporelle ? Le choix du gaz a aussi son importance, en relation avec les caractéristiques recherchées : si généralement un gaz noble (Ar, Ne, Xe, He,...) est utilisé, on rajoute souvent d'autres composants qui vont jouer le rôle de *quencher*, modifier l'attachement électronique, la diffusion latérale de l'avalanche électronique, etc. [75]. Enfin, les valeurs des différences de potentiel appliquées, et ainsi des champs électriques créés, vont conditionner le fonctionnement en chambre d'ionisation (voir Figure 23), en compteur proportionnel quand le champ électrique atteint de valeurs suffisantes pour créer des ionisations secondaires (phénomène d'avalanche), en mode saturé (limite de Raether), voire de décharge quasi-continue quand le champ disruptif est atteint.



Figure 23 – les chambres d'ionisation du multidétecteur INDRA.

Pour pouvoir localiser le passage des particules, il faut soit utiliser des détecteurs indépendants, soit utiliser des électrodes segmentées. Les chambres proportionnelles multi-fils (MWPC) introduites par Charpak et al. en 1968 [76] ont été une avancée cruciale dans le développement des détecteurs à gaz à localisation : malgré une *apparente* géométrie plane, chaque fil se comporte en fait comme un détecteur cylindrique indépendant. Si elles ont été conçues pour supporter des flux importants, elles sont néanmoins limitées par la charge d'espace créée par les ions positifs dont la vitesse de dérive est lente (typiquement >10µs). Les chambres à fils avec cathodes segmentées, comme les Cathode Pad Chambers du spectromètre à muons d'ALICE, peuvent atteindre de résolutions spatiales inférieures à 100 µm.

Pour atteindre de très bonnes résolutions temporelles (≤ns) et/ou supporter des hauts flux, il est plus judicieux d'utiliser la géométrie plane, notamment des détecteurs de type *Parallel Plate Avalanche Counter* (PPAC) [77] [78] et leurs différentes déclinaisons. Dans les années 1980, les *Resistive Plate Chambers* (RPC) ont été proposées par Santonico [79] [80], comme une évolution plus robuste et peu onéreuse des compteurs à étincelles (*Sparks Counters*) de Pestov [81] [82]; l'évolution des techniques de microélectronique a permis de proposer des structures dans lesquelles les fils (des MWPC) sont remplacés par des pistes conductrices gravées sur des supports diélectriques [83]; ces *MicroStrip Gas Chambers* (MSGC) sont les précurseurs des différentes familles de *Micro Pattern Gas Detectors* (MPGD), parmi lesquels deux « concurrents sérieux » ont atteint une maturité technologique et font encore l'objet de développements actuellement : MICROMEGAS proposé par Giomataris et al. en 1996 [70] et GEM proposé par Sauli en 1997 [84].

Je commencerai par présenter les développements autour des RPC du système de déclenchement du spectromètre à muons d'ALICE, puis ceux autour de MICROMEGAS et enfin ceux autour de la structure Parallel Ionization Multiplier (PIM) développée à SUBATECH pour des applications en physique des hautes énergies et en imagerie biomédicale.

Les Resistive Plate Chambers du trigger dimuon d'ALICE

Les *Resistive Plate Chambers* (RPC) sont des détecteurs « simples » et robustes présentant une réponse rapide avec une bonne résolution temporelle. Dans une RPC, un champ électrique uniforme est créé entre deux électrodes planes, dont une au moins est constituée d'un matériau présentant une très forte résistivité, et le volume entre les deux électrodes est rempli avec un gaz présentant un coefficient d'absorption des photons UV élevé. Lorsque le gaz est ionisé par le passage d'une particule, une avalanche électronique est créée, pouvant aller jusqu'à une décharge électrique qui s'établit entre les deux électrodes en raison du très fort champ électrique. Cependant, la forte résistivité des électrodes écroule localement le champ électrique étouffant ainsi la décharge et empêchant sa propagation dans l'ensemble du détecteur, tout comme l'absorption des photons UV⁶ par le gaz empêche l'apparition de décharges secondaires qu'ils pourraient générer [79]. Si à l'endroit où apparait la décharge et où le champ électrique s'écroule le détecteur devient inefficace (le temps d'évacuation des charges, typiquement de l'ordre de 10⁻² s [80]), le reste du volume n'est pas affecté et reste opérationnel.

Les RPC simple « gap » développées (par le groupe de l'INFN de Turin) pour le système de déclenchement du spectromètre à muons d'ALICE sont représentées sur la Figure 24. Les électrodes résistives sont en bakélite (enduite d'huile de lin pour un meilleur état de surface) et des pistes (*strips*) conductrices sont placées sur chaque face externe, perpendiculairement, pour la localisation (x,y) du passage de la particule.



Figure 24 – structure des RPC simple gap du trigger dimuon d'ALICE (à gauche) et impulsion typique en mode streamer (à droite) [85].

⁶ L'ionisation du gaz lors de la création de l'avalanche électronique (conduisant à la décharge électrique) est accompagnée de photons (notamment UV) émis lors du réarrangement électronique des atomes et molécules du gaz.

Ce type de détecteur est bien adapté aux exigences visées, à savoir :

- + réponse rapide (de l'ordre de la ns, voir Figure 24 à droite) ;
- + tenue au flux (~10² Hz/cm², voir ci-dessous) ;
- + robustesse ;
- + grandes surfaces possibles à coût limité ;
- + résolution spatiale « suffisante » (de l'ordre du mm avec des strips de 1 ou 2 cm de largeur).

Nous avons mené plusieurs tests sur les lignes du SPS et auprès de la *Gamma Irradiation Facility* (GIF) du CERN pour optimiser les différents paramètres des RPC (résistivité des électrodes, tension d'opération, mélange gazeux) en regard des paramètres attendus (tenue au flux, taille des clusters, résolutions spatiales et temporelle) [69] [85] [86] [87] [67] [88].

Nous avons notamment comparé deux modes d'opération : le mode « streamer », le mode usuel des RPC pour lequel une décharge est générée suite à l'interaction d'une particule incidente ; et le mode « avalanche » pour lequel le nombre d'électrons créé est bien plus faible. Le choix du mode de fonctionnement se fait en ajustant la composition du gaz, la résistivité de la bakélite et la valeur de la haute tension appliquée. Le gaz utilisé est Ar(49%)+C₂H₂F₄(40%)+C₄H₁₀(7%)+SF₆(4%) pour le mode streamer et C₂H₂F₄(95%)+C₄H₁₀(3%)+SF₆(2%) pour le mode avalanche. Des valeurs indicatives de résistivité et de haute-tension utilisées sont présentées sur la Figure 25.



Figure 25 – variation de l'efficacité des RPC en fonction du flux local de particules (en Hz/cm²) et de la haute tension (H.V.) appliquée, pour le mode streamer (à gauche) et pour le mode avalanche (à droite) [69].

Le mode streamer présente l'avantage d'avoir un signal si important qu'il n'y a pas besoin d'amplificateur au niveau de l'électronique frontale (*Front-End Electronics* ou FEE), contrairement au mode avalanche ; de plus, le signal présente un étalement latéral plus faible ce qui permet de « toucher » moins de pistes (voir Figure 26), ce qui est préférable pour le fonctionnement du système de déclenchement (revoir Figure 17).

Cependant, concernant la tenue au flux (voir Figure 25, à gauche pour le mode streamer, à droite pour le mode avalanche), on peut remarquer que si le mode avalanche permet de supporter des flux très élevés, le mode streamer perd en efficacité quand le flux de particules augmente (écroulement de la tension dû au trop grand nombre de décharges). Mais avec une bakelite de relativement faible résistivité ($\rho \approx 3,5.10^9 \Omega$.cm), il est néanmoins possible d'obtenir une efficacité supérieure à 95% pour des valeurs de flux supérieures à 10² Hz/cm².

Au final, c'est donc un *highly saturated avalanche mode* qui a été choisi pour le fonctionnement des RPC du système de déclenchement du spectromètre à muons d'ALICE, permettant d'assurer une bonne tenue au flux, tout en utilisant l'électronique frontale (FEE) sans préamplification du mode streamer [67].



Figure 26 – taille des clusters (nombre de strips touchées) pour le mode streamer à gauche et le mode avalanche à droite (strips de 2cm de large) [85].

MICROMEGAS

Ces travaux ont notamment été menés dans le cadre de la thèse de Marc Labalme (2001) « <i>Etude d'un système de trajectographie micromegas pour le spectromètre dimuon d'Alice »

Pour le système de trajectographie du spectromètre à muons d'ALICE, il était nécessaire d'obtenir des résolutions spatiales inférieures à 100µm, en utilisant des détecteurs présentant le moins de matière possible. Comme déjà évoqué précédemment, nous avons donc mené un programme de R&D autour du concept MICROMEGAS.

Principe

MICROMEGAS est une structure de type PPAC à deux étages très asymétriques, fonctionnant en mode proportionnel [70]. Cette structure présente un espace dit de conversion (ou de dérive) dans lequel les électrons primaires sont produits, suivi d'un espace d'amplification dans lequel règne un fort champ électrique permettant le développement de l'avalanche électronique. Ces deux espaces sont séparés par une microgrille (*micromesh*) conductrice, permettant de fixer le potentiel tout en étant la plus transparente possible aux électrons.



Figure 27 – vue schématique des premiers MICROMEGAS réalisés à SUBATECH (les échelles ne sont pas respectées) [89].

Un vue schématique de nos premiers prototypes est représentée sur la Figure 27. On distingue les éléments suivants :

- + un espace de dérive de 3 mm délimité par une cathode en mylar aluminisé de 6 μm d'épaisseur et une microgrille électroformée de 4,5 ± 1,5 μm d'épaisseur, présentant des trous carrés de 39 μm de côté séparés par des montants en nickel de 11,5 μm de large (500 LPI, lines per inches) ; une différence de potentiel est appliquée entre la cathode et la microgrille de façon à y définir un champ électrique uniforme de l'ordre de 1 kV/cm.
- + un espace d'amplification de 100 μm d'épaisseur, délimité par la microgrille et l'anode constituée d'un circuit électronique (en GI 180) sur lequel sont gravées des pistes (strips) rectilignes de 13 μm d'épaisseur (10 μm de cuivre recouverts d'une couche de 3 μm d'or) et de 100 μm de large avec un pas de 180 μm ; une différence de potentiel est appliquée entre la microgrille et l'anode de façon à y faire régner un champ électrique de l'ordre de plusieurs dizaines de kV/cm. Afin de garantir l'uniformité du champ électrique, la hauteur de cet espace d'amplification est maintenue la plus constante possible par des espaceurs (spacers) en nylon (fil de pêche) de 100 ± 2 μm de diamètre tendus tous les 2 mm. La lecture du signal sur les pistes est réalisée par l'intermédiaire d'une électronique frontale (FEE) de type Gassiplex (Charge Sensitive Amplifier, CSA) [88].

La cathode et la grille sont tendues et collées sur des cadres rigides en PVC, assemblés mécaniquement avec le plancher (anode) par simple vissage. Une boite étanche (avec fenêtre d'entrée en Mylar de 100 μ m et liaison par joint torique avec le circuit en GI 180) entoure le détecteur afin de le maintenir sous gaz et d'assurer une circulation de ce dernier pour le renouvellement du milieu de détection. L'ensemble présente ainsi une faible épaisseur de matière (longueur de radiation X₀ = 1,15%), condition indispensable pour être inséré dans un système de trajectographie.

La Figure 28 représente le spectre en énergie d'une source de ⁵⁵Fe (rayons X) non collimatée obtenu avec un mélange gazeux Ar(74%)+CO₂(26%) et une tension de grille de 590V. Ces signaux correspondent à un gain de l'ordre de 10^4 (dans l'espace d'amplification) et une **résolution en énergie de l'ordre de 25%**. Si la résolution en énergie n'est certes pas la qualité première des détecteurs gazeux, elle permet néanmoins de séparer le pic d'échappement de l'argon du pic à 5,9 keV.







Figure 29 – structure temporelle typique du signal d'une piste du détecteur MICROMEGAS [89].

La Figure 29 présente la structure temporelle typique du signal délivré par une piste du détecteur MICROMEGAS, lu par un amplificateur de courant rapide (Lecroy TRA402). La contribution du signal des électrons correspond au premier pic et présente un **temps de montée inférieur à 10 ns** (principalement dû à l'amplificateur TRA402) ; la seconde composante plus lente correspond au signal induit par la collecte des ions par la microgrille. Nous pouvons constater que le **signal total n'excède pas 100 ns**, ce qui est l'un des atouts majeurs de la configuration MICROMEGAS : les ions, créés essentiellement dans l'espace d'amplification, parcourent au maximum 100 µm avant d'être collectés.

Résolution spatiale (1D)

Nous avons mesuré la résolution spatiale de nos détecteurs MICROMEGAS sur une ligne du CERN PS (proton synchrotron) délivrant des pions de 3 GeV/c grâce au dispositif présenté sur la Figure 30. Trois prototypes ont été construits permettant de constituer un dispositif de trajectographie. Une trace correspond à 3 clusters alignés, un cluster correspondant aux pistes adjacentes ayant mesuré un signal dans un événement. En moyenne, un cluster représente 2 pistes touchées (voir Figure 31), soit une extension latérale de l'avalanche inférieure à 400 µm.



Figure 30 – schéma de principe de dispositif utilisé pour mesurer la résolution spatiale du détecteur (Det2), déterminée à l'aide d'un algorithme de trajectographie incluant les 3 détecteurs MICROMEGAS [65].



Figure 31 – distribution du nombre de pistes touchées par cluster pour chacun des 3 détecteurs MICROMEGAS [65].

La résolution spatiale est estimée à partir de la largeur σ_x de la distribution de la grandeur Dx, correspondant à la différence entre la position du cluster dans le détecteur 2 et la droite passant par le centre des clusters dans les détecteurs 1 et 3. Cette **résolution spatiale** est alors mesurée à **43 µm** en considérant la reconstruction barycentrique des charges mesurées sur les pistes dans les clusters (voir Figure 32) avec un mélange gazeux Ar(74%)+CO₂(26%). Cette résolution dépend naturellement du gaz utilisé, du champ électrique appliqué et de l'angle d'incidence des particules.



Figure 32 – estimation de la résolution spatiale de nos détecteurs MICROMEGAS à partir de la distribution du paramètre Dx.

Localisation 2D par pistes résistives

Cependant, avec des pistes parallèles, cette très bonne résolution spatiale ne rend effective la localisation du passage de la particule que dans une seule direction. C'est pourquoi nous avons alors construit de nouveaux prototypes basés sur l'utilisation de pistes résistives en Ni-Cr, avec lesquelles une localisation du signal généré sur la piste est rendue possible grâce au principe de la division des charges (voir Figure 33) [90] : le rapport de charges mesurées dépend directement de la résistance entre le lieu où l'avalanche s'est produite et les extrémités des pistes. Les forts gains obtenus avec MICROMEGAS permettent de séparer la charge tout en conservant des valeurs mesurables.



Figure 33 – principe de la localisation sur une piste résistive par division des charges.

La Figure 34 présente la position d'une source de ⁹⁰Sr ($E_{\beta}^{max} = 2,28$ MeV) collimatée (trou d'1mm dans un cylindre en fer de 2 cm de hauteur), calculée à partir de mesures réalisées avec un mélange Ar(75%)+CO₂(25%) et un gain de l'ordre de 10⁴. Les positions reconstruites sont en bon accord avec la position réelle de la source, les incertitudes étant dues en grande partie à l'ouverture du collimateur de la source et à la précision de son positionnement.

Afin d'obtenir des mesures plus précises, nous avons utilisé une source de tritium (³H), délivrant des particules béta de faible énergie ($E_{\beta}^{max} \approx 18 \text{ keV}$) et constituée de 5 ensembles de lignes parallèles (chaque groupe présentant 4 lignes de 70 µm de large avec un pas variant de 200 µm à 1,5 mm) déposées sur une lame de verre. Le faible parcours des particules béta émises ($\approx 1 \text{ mm}$ dans l'argon), lié à leur faible énergie, fait qu'elles vont interagir à proximité de leur point d'émission (pas besoin de collimateurs). La Figure 35 présente la corrélation entre les charges mesurées à chaque extrémité des pistes résistives, pour la source multilignes de tritium placée perpendiculairement aux pistes. On distingue bien les 5 groupes principaux, la

largeur de chacun étant également visible sur chaque contribution. Selon les conditions d'opération (gaz, tensions), nous avons obtenu des résolutions spatiales dans la direction longitudinale des pistes résistives meilleures que 0,8 % de leur longueur, soit de l'ordre de, voire inférieures, à 1 mm avec des pistes de 13 cm.



Figure 34 – corrélation entre la position d'une source de ⁹⁰Sr et la position mesurée par division des charges avec des pistes résistives.



Figure 35 – corrélation de charges des clusters mesurées de chaque côté des pistes résistives avec une source de tritium constituée de lignes parallèles.

Efficacité et claquages

Quant à l'efficacité de détection, elle varie également avec le gaz et la haute tension appliquée ; une efficacité de 94 % a pu être atteinte avec le mélange gazeux $Ar(74\%)+CO_2(26\%)$ et une tension de 590 V. Pour de plus hautes tensions, des décharges (ou claquages) apparaissent dans l'espace d'amplification, rendant instable le fonctionnement du détecteur, sans pour autant occasionner de dommages (grâce à une limitation sur le courant débité).

Afin d'améliorer les performances de MICROMEGAS, nous avons alors étudié une nouvelle structure PIM (Parallel Ionization Multipier) présentée ci-après, permettant d'assurer de forts gains, avec une bonne efficacité et une bonne résolution spatiale 2D, tout en limitant grandement le nombre de décharges.

Parallel Ionization Multiplier (PIM)

Ces travaux ont notamment été menés dans le cadre de la **thèse de Jérôme Samarati** (2006) « Développement et caractérisation d'un détecteur gazeux : application à l'autoradiographie bêta » et de la **thèse de Jérôme Beucher** (2007) « Recherche et développement d'un détecteur gazeux PIM (Parallel Ionization Multiplier) pour la trajectographie de particules sous un haut flux de hadrons » et du **projet européen** JRA4, RII3-CT-2004-506078 (FP6)

Principe

Parallel Ionization Multiplier (PIM) est une structure modulable combinant des espaces d'amplification et de dérive (ou transfert) de charges permettant d'atteindre des facteurs de multiplication élevés (> 10^5) tout en limitant l'apparition de décharges et présentant une bonne efficacité et une bonne résolution spatiale 2D (< 50 µm). Un exemple de configuration PIM est présenté sur la Figure 36. Nous avons montré que le taux de décharge dépend directement de l'épaisseur de l'espace d'amplification, et que ce taux pouvait être réduit en utilisant plusieurs étages d'amplification séparés par des régions de transfert [91].



Figure 36 – schéma d'une configuration d'un PIM (Parallel Ionization Multiplier) à localisation 2D (crédit : L. Luquin).

PIM, un détecteur pour les particules au minimum d'ionisation (MIPs)

Nous avons testé différentes configurations (voir Figure 37) sur la ligne T9 (faisceau de protons et pions à 10 GeV) au CERN PS [91] [92]. Avec un mélange gazeux Ne(90%)+CO₂(10%), nous avons ainsi pu mesurer et comparer les taux de décharges et les gains atteints ; il ressort que la configuration PIM3 avec 2 espaces d'amplification de 125 μ m séparés par un espace de transfert de 3 mm permet d'atteindre un gain jusqu'à 5.10⁵ (voir Figure 38) et qu'un taux de décharge inférieur à 10⁻⁹ peut être atteint pour un gain de 5000 avec un espace d'amplification A1 réduit à 50 μ m (voir Figure 39).



Figure 37 – différentes configurations testées au CERN PS ; à gauche [91] : (a) PIM2 et (b) PIM3 avec un espace de transfert de 1 mm ; à droite [92] : a MICROMEGAS et b PIM3 avec un espace de transfert de 3mm ; différentes épaisseur des espaces d'amplification A1 et A2 sont maintenues (entre 50 μm et 125 μm) grâce à des espaceurs en kapton gravés au laser (photo).


Figure 38 – gains de PIM3 en fonction du champ électrique dans l'étage d'amplification sur l'anode, pour différentes valeurs du champ électrique dans le premier étage d'amplification ; les deux étages d'amplification ont une épaisseur de 125 μm [92].



Figure 39 – taux de décharges en fonction du gain d'amplification total pour différentes configurations PIM3 et MICROMEGAS [92].

PIM pour l'imagerie béta

Si, comme nous venons de le monter, PIM peut être utilisé pour détecter des particules au minimum d'ionisation lors d'expériences de physique des hautes énergies, il a en fait tout d'abord été conçu pour répondre à une autre problématique : l'imagerie β pour les applications biomédicales [93] [94].

L'autoradiographie est une technique couramment utilisée en recherche biomédicale (biologie moléculaire, pharmacologie, génétique, etc.) qui permet de réaliser des analyses bidimensionnelles de la distribution d'un traceur radioactif injectée dans un organisme. Elle peut être réalisée avec différents types de rayonnements, soit dans un organisme vivant (in vivo), soit dans une section d'organisme (in vitro). L'imagerie in vivo se fait au niveau de cellules ou cultures de cellules et nécessite donc une excellente résolution spatiale (de l'ordre du micron). Pour l'analyse in vitro, l'échantillon est généralement prélevé sur un cobaye (rat ou souris) et la résolution spatiale est un peu moins critique du fait de la plus grande taille des organes étudiés ; elle doit néanmoins être inférieure à 100 μ m. L'utilisation d'émetteurs β de faibles énergies permet d'atteindre de telles résolutions du fait de leur faible parcours dans la matière. Le tritium (³H) émet des β^- d'énergie maximale égale à 18,6 keV et peut être utilisé par substitution d'un atome d'hydrogène par un atome de tritium. Quand ce n'est pas possible, on peut également substituer des atomes de carbone par du carbone-14 (¹⁴C) qui émet des β^- d'énergie maximale égale à 156 keV ; dans ce cas, la résolution spatiale sera moins bonne du fait la plus grande énergie et du plus grand parcours des β . L'iode-125 (¹²⁵I) peut également être utilisé pour le marquage de la structure des peptides ou protéines ; ce radio-isotope présente l'avantage d'être émetteur d'électrons Auger (mono énergétiques) de 22,7 keV.

Les moyens de détection couramment employés en autoradiographie sont des techniques passives basées sur l'utilisation de films ou d'écrans photo stimulables. Si ces techniques ont l'avantage d'être relativement peu onéreuses, en revanche, elles nécessitent des temps d'exposition très long et ne sont pas contrôlables « on-line », ce qui peut engendrer des pertes de temps importantes en cas problèmes. Le développement de nouvelles techniques utilisant des détecteurs « électroniques » doit permettre d'améliorer grandement ce type d'imagerie.

Les principales caractéristiques de l'autoradiographie avec des particules β sont les suivantes :

- + l'émission est isotrope ;
- + l'énergie des électrons émis est faible mais peut présenter un spectre relativement large ;
- + la résolution spatiale 2D doit être meilleure que 100 μm ;
- + les détecteurs utilisés ne doivent pas présenter de zones mortes, au moins sur la surface d'une lame de microscope (7 x 3 cm²) ;
- + les détecteurs utilisés doivent supporter un flux de d'au moins 10⁴ particules β par seconde sur une surface active de 25 x 25 cm².

L'utilisation de détecteurs gazeux de type PPAC (comme MICROMEGAS ou PIM) a donc été envisagée. L'un des principaux problèmes rencontrés est lié au caractère isotrope de l'émission β : pour que la localisation du point d'émission soit perturbée le moins possible par l'angle d'émission, il faut que l'amplification du signal (multiplication des électrons) ait lieu au plus près de ce point d'émission et ce avec un gain le plus élevé possible. Nous avons donc proposé une structure PIM « inversée », avec l'étage d'amplification au contact de l'échantillon suivie d'un espace de transfert (voir Figure 40). Le rapport des champs permet un bon rendement d'extraction des électrons avant l'étalement latéral de l'avalanche dans l'espace de transfert et son arrivée sur l'anode segmentée (pads). Les pads sont multiplexés et reliés à une électronique frontale de type GASSIPLEX. Après essais avec plusieurs mélanges gazeux, la combinaison néon-isobutane, Ne(90%)+iC₄H₁₀(10%), a été retenue car présentant les meilleurs performances pour cette application [93].



Figure 40 –schéma de principe d'un PIM pour l'autoradiographie β [93].

La résolution spatiale a été testée en utilisant le même type de sources multilignes (avec du ³H et du ¹⁴C) que lors des précédentes études des détecteurs MICROMEGAS 2D (revoir page 33). L'image de la radioactivité enregistrée avec le détecteur PIM est représentée sur la Figure 41 pour la source de ¹⁴C. Les résolutions spatiales déterminées à partir des profils obtenus sont présentées dans le Tableau 2, ainsi que l'efficacité de détection. La résolution obtenue est bonne (de l'ordre de 50 µm) et à peu près la même pour les deux émetteurs β . Mais il n'en est pas de même pour l'efficacité, qui est moins bonne pour le ¹⁴C (car moins bonne reconstruction des clusters de charge en raison des parcours plus grands).

Source	³ Н	¹⁴ C
Energie moyenne (max)	5,7 keV (18,6 keV)	49 keV (156 keV)
Efficacité	85 %	50 %
Résolution 2D FWHM	47 μm	56 µm

Tableau 2 – résolution spatiale et efficacité de détection pour deux différentes sources.



Figure 41 – image obtenue avec le détecteur PIM de la distribution de la radioactivité d'une source multilignes de ¹⁴C [94].

La Figure 42 présente une des premières images obtenues avec un échantillon biologique (tranches d'embryons de souris déposées sur lame de microscope) marqué à ¹²⁵I. L'iode-125 étant émetteur d'électrons Auger d'énergie 22,7 keV, la résolution attendue doit être typiquement de l'ordre de 50 µm d'après les résultats précédents. Ces images présentent des artefacts visibles (motif périodique) dus à la procédure de reconstruction du point d'émission à partir des barycentres des clusters de charge (pas adapté aux « petites » avalanches électroniques quand un seul pixel est touché). Cet effet peut être évité avec des avalanches présentant un profil plus étalé en arrivant sur les pads, en augmentant le gain et/ou en modifiant le mélange gazeux. La structure modulaire PIM permet notamment d'utiliser plusieurs étages d'amplification. Ce travail d'amélioration a notamment été effectué par la suite dans le cadre de la thèse de Jérôme Samarati [95].



Figure 42 – image d'un échantillon biologique marqué à l'iode-125 obtenue avec le détecteur PIM [94].

Quoi de neuf depuis ?... ou des détecteurs gazeux aux liquides nobles

PIM et Beta imageur

Comme nous venons de le souligner, les développements des détecteurs PIM pour l'autoradiographie β se sont poursuivis, notamment dans le cadre de la thèse de Jérôme Samarati [95] puis de Jérôme Donnard [96]. Ils ont permis le dépôt de brevets et la naissance d'une start-up (AI4R) proposant ce type de solution (gamme Beaver)⁷.

⁷ http://www.ai4r-beaver.com/

Proposition d'une nouvelle gamma camera Compton pour une imagerie médicale à trois photons

Parallèlement, j'ai également participé aux premiers développements autour d'un télescope Compton à xénon liquide pour une imagerie médicale à trois photons utilisant des émetteurs $\beta^{+}\gamma$ [97] [98].

La tomographie par émission de positons (TEP) permet une imagerie fonctionnelle en médecine nucléaire pour des diagnostics cliniques et en recherche préclinique sur des modèles (petits) animaux. Les radiotraceurs utilisés contiennent un émetteur β^+ couplé à une molécule vectrice. La détection en coïncidence des deux photons de 511 keV émis « dos-à-dos » suite à l'annihilation du positon avec un électron permet de localiser les fixations du radiotraceur par le croisement des lignes de réponse reconstruites.

Les détecteurs utilisés dans la plupart des gamma-caméras et des dispositifs de TEP sont à base de cristaux scintillants. Cependant, le xénon sous forme liquide est également un milieu de détection adapté à la détection des photons gamma grâce à son numéro atomique élevé (Z=54), sa relativement grande densité (3,0) et ses rendements de scintillation et d'ionisation élevés. Plusieurs groupes ont proposé des concepts de détection utilisant le signal de scintillation ou d'ionisation du xénon liquide, ou les deux en même temps pour des applications en imagerie médicale ou en gamma-astronomie (voir références dans [97]).

Nous avons proposé d'utiliser le xénon liquide pour réaliser un télescope Compton en association avec l'utilisation d'un émetteur $\beta^+\gamma$. La reconstruction de la cinématique de l'interaction Compton du photon gamma permet de déterminer sa direction d'émission (en fait un cône d'émission) qui, croisée avec la ligne de réponse des deux photons de 511 keV, permet de localiser le radiotraceur, désintégration par désintégration (voir Figure 43).



Figure 43 – principe de la localisation d'une émission $\beta^{+}\gamma$ avec un télescope Compton [97].

Parmi les émetteurs $\beta^*\gamma$ identifiés, le ⁴⁴Sc semble le plus prometteur : c'est un émetteur β^* de demi-vie autour de 4h (T_{1/2} = 3,97 h) qui se désintègre vers un état excité du ⁴⁴C dans 99% des cas [99]. Le ⁴⁴Ca se désexcite alors quasiment immédiatement (demi-vie du niveau excité inférieure à 3 ps) en émettant un photon gamma de 1,157 MeV pour revenir à son niveau fondamental. Chaque désintégration β^* du ⁴⁴Sc est donc accompagnée de l'émission d'un unique photon gamma d'énergie suffisamment élevée pour présenter une section efficace d'interaction Compton dans le Xénon élevée. De plus le ⁴⁴Sc peut être utilisé en association avec le ⁴⁷Sc, émetteur β^- pouvant être utilisé en thérapie, dans le cadre du concept de *théranostique* (voir section « Projet scientifique autour d'Arronax » plus loin dans ce document).

Depuis, les développements autour d'un télescope Compton pour l'imagerie médicale à 3 photons se sont poursuivis dans le groupe XENON de SUBATECH.

Autour de la métrologie sans contact et du contrôle non destructif

À l'orée des années 2000, j'ai eu l'opportunité de prendre la direction d'un groupe de recherche « Capteurs et Instrumentation » (InCa) au sein du Département automatique et productique de l'école des mines de Nantes. Ce groupe, historiquement à forte orientation optoélectronique, s'est progressivement diversifié, tant sur les compétences, modalités de mesure, que dans ses champs applicatifs. Ce groupe a rejoint le laboratoire SUBATECH en 2003 pour participer à la formation du groupe INCADE (Instrumentation, Capteurs, Détecteurs).

Autour de l'optoélectronique

Profilométrie pour le développement de détecteurs

Profilométrie mécano optique pour panneaux CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic)

Ces travaux ont été en partie menés dans le cadre de la **thèse de Sabrina Pavageau** (2003) « Conception et réalisation d'un dispositif optoélectronique auto-référencé pour la profilométrie de grandes surfaces »

Au sein du groupe, nous avons mené des travaux pour développer un système métrologique de contrôle de planéité des panneaux supports en carbone composite (Carbon Fiber Reinforced Plastic) pour les Cathode Pads Chambers du spectromètre à muons d'ALICE (voir Figure 44) [100].



Figure 44 – contrôle de la planéité des supports en composite (CFRP, Carbon Fiber Reinforced Plastic) des détecteurs du système de trajectographie du spéctromètre à muons d'ALICE.

Des exemples de profils mesurés par ce système sont présentés sur la Figure 45. Les performances atteintes (\pm 30 µm pour les grands panneaux « bruts », \pm 8 µm pour de petits panneaux lisses) ont permis de remplir le cahier des charges et de contrôler 320 panneaux structurels des CPC du spectromètre à muons d'ALICE.



Figure 45 – profil 3D d'un panneau 2450 mm x 450 mm (a) et d'un panneau 850 mm x 450 mm [100].

Holographie et ESPI pour la mesure de la déformation de microgrilles

Nous avons également développé une autre application des méthodes de profilométrie optique pour les détecteurs dans le cadre de la R&D autour de MICROMEGAS et PIM. Il s'agissait de contrôler la déformation électrostatique des microgrilles lors de l'application de différences de potentiel. En effet, dans ce type de détecteurs à microgap (de l'ordre de la centaine de microns), une déformation des électrodes modifiera localement leurs distances et ainsi les champs électriques régnant dans ces espaces, et finalement les gains d'amplification associés.



Figure 46 – contrôle holographique de la déformation électrostatique des microgrilles (meshes) du détecteur PIM lors de la variation de tension la tension appliquée [93].

Un exemple de contrôle holographique est présenté sur la Figure 46. Cette image correspond à la déflection d'une grille (tendue sur un cadre à 375 µm d'une cathode plane) lorsque la différence de potentiel passe de 600 à 750 V. La distance interfrange correspond à un déplacement d'environ 0,32 µm hors plan (laser He-Ne). Un défaut de pré-tension de la grille sur le cadre (au centre en bas) a été ainsi mis en évidence. Une technique « numérique » (Interférométrie Electronique de Speckle , ou ESPI) a ensuite été développée pour mesurer ce profil de déflection électrostatique des microgrilles (voir Figure 47). Les déformations sont mesurées avec une précision largement inférieure au micron.



Figure 47 – mesure de la déformation électrostatique des microgrilles (meshes) des détecteurs MICROMEGAS/PIM par Interférométrie Electronique de Speckle (ESPI).

Capteurs à rétrodiffusion laser (rétro injection optique ou self-mixing)

Ces travaux ont été notamment menés dans le cadre du **projet europeen** (FP5) "**ROLLING**, An integrated system to measure load and stress on tracks during train transit" et du stage de DEA d'**Élisabeth Ouisse** (2001)

Principe

Le phénomène de rétro injection optique (ou self mixing) qui perturbe la puissance et le spectre d'émission des diodes laser est souvent considéré comme un parasite, notamment dans le domaine des télécommunications. Cependant, des capteurs télémétriques utilisant ce phénomène peuvent être développés à faible coût et présenter l'avantage d'être naturellement auto-alignés. Le composant optoélectronique actif est une diode laser monomode émettant dans l'infrarouge. Dans les utilisations en télémétrie, vibrométrie et vélocimétrie, le faisceau est émis en direction d'une cible quelconque (bois, métal, plastique, bitume, ...) qui va réfléchir le signal optique, dont une partie sera retournée vers la diode laser. Cette retro injection va provoquer une modification des caractéristiques d'émission de la diode, notamment de la fréquence d'émission ainsi que de la puissance optique. Ces perturbations dépendent essentiellement des conditions de réflexion et du temps de vol du faisceau dans l'espace compris entre la diode et la cible, qui peut alors être considéré comme une cavité externe (interféromètre de Fabry-Pérot). Les interférences ainsi créées vont engendrer une variation de la puissance d'émission directement reliée à distance (ou à la variation de distance) entre la cible et la diode laser (voir Figure 48). Un signal en dents de scies caractéristique est enregistré par la photodiode (incluse dans le boitier de la diode laser) et permet de mesurer l'amplitude du déplacement de la cible (en unité de demi-longueur d'onde du laser) ainsi que son sens (orientation des dents de scie).



Figure 48 – principe d'un capteur de déplacement à rétro injection optique : une partie du signal émis par la diode laser (LD) et réfléchi par la cible en mouvement va retourner vers la diode émettrice et interférer avec l'onde lumineuse stationnaire entretenue dans la cavité active du laser ; les interférences ainsi créées vont engendrer une variation de la puissance d'émission mesurée par la photodiode (PD).

Des capteurs utilisant une diode laser monomode émettant dans l'infrarouge et basés sur un tel principe physique offrent un certain nombre d'avantages par rapport aux techniques interférométriques classiques : ils sont auto alignés, ne présentent pas de zones d'ombre et peuvent fonctionner avec des cibles dont les états de surface sont très divers ; ils sont également peu onéreux et peuvent, suivant l'application souhaitée, mesurer des distances absolues, des déplacements ou des vitesses.

Application à la mesure de déformations élastiques et des vibrations des rails (projet Rolling)

Ce type de capteur a notamment été développé et utilisé dans le cadre du projet européen Rolling [101], dont l'objectif était de concevoir un système de mesure optoélectronique sans contact capable de détecter en temps réel les déformations élastiques et les vibrations des rails dues au passage des trains.

Le capteur devait répondre aux exigences suivantes :

- + Maximal frequency of the displacement: 50 Hz;
- + Local maximal speed of the target: 0.1 m/s;
- + Maximal amplitude peak to peak of the motion in the axe of the sensor: 8 mm;
- + Maximal amplitude zero to peak of the lateral motion: 0.8 mm;
- + Resolution of the measure: about 1 μm;
- + Optimal working distance from 0.1 m to 0.15 m.

Nous avons ainsi développé le capteur interférométrique à rétro injection optique qui a été retenu pour être intégré dans le projet suite à une campagne d'essais de validation réalisés à l'Université Polytechnique de Milan (voir Figure 49). La diode laser utilisée a une longueur d'onde de 1310 nm permettant de mesurer des déplacements avec un pas de $\lambda/2$. Sur la Figure 51 sont présentés le signal brut a) de variation de puissance optique et le signal électrique b) correspondant au déplacement reconstruit grâce au traitement du signal associé (voir Figure 50) pour une distance capteur-cible de 20 cm et un déplacement de la cible d'amplitude totale égale à 7,2 µm et de fréquence f = 100 Hz.



Figure 49 – capteur à rétro injection optique de mesure de déformations et vibrations de rails développé dans le cadre du projet Rolling installé sur le banc de test à Milan.



Figure 50 – bloc diagramme du traitement du signal associé.



Figure 51 – signaux détectés et reconstruits par le capteur interférométrique à rétro injection optique :

 a) variation de la puissance optique détectée pour un mouvement sinusoïdal ;
 b) signal correspondant au déplacement reconstruit.

Application à la mesure de la variation d'indice d'un gaz

Les mesures de déplacement, comme celles présentées ci-dessus, correspondent en fait à une mesure de la variation du chemin optique parcouru par le faisceau laser ; il est donc possible d'utiliser le même principe pour mesurer des variations d'indice. En effet, la mesure des indices de réfraction des gaz, du fait de leurs valeurs très proches de l'unité ((n-1) de l'ordre de 10^{-4} à 10^{-3}), nécessite des méthodes très précises, notamment de type interférométriques. D'une façon générale, le dispositif contient deux voies de mesure, dont l'une sert de référence. Certains réfractomètres sophistiqués permettent d'atteindre des précisions de l'ordre de 10^{-8} sur la détermination des variations d'indice [102].

Nous avons donc proposé un capteur de variation d'indice de milieux gazeux à faible coût basé sur le phénomène physique de la rétro injection optique (self-mixing) dans une diode laser. Pour cette application, la cible sera fixe et les variations de chemin optique mesurées permettront la détermination des variations d'indice optique dans la cavité ainsi formée. Une cellule de référence est intercalée entre la diode laser et la cellule de mesure (voir Figure 52) afin d'améliorer la précision tout en s'affranchissant en partie des problèmes liés aux variations de température (modification de la fréquence d'émission de la diode, dilatation uniforme des cavités). Une modulation en courant triangulaire symétrique est appliquée à la diode laser, induisant une variation de même type quant à la fréquence d'émission.





Figure 52 – schéma de principe (à gauche) du dispositif de mesure de variation d'indice par rétro injection optique et photographie du prototype (à droite) avec entrée et sortie du gaz dans la cellule de mesure et l'électronique associée.

Les résultats expérimentaux obtenus avec ce capteur ont montré qu'il était possible de mesurer des variations d'indice de réfraction optique de l'ordre de 10⁻⁶ [103]. Cependant, ce montage présentait un certain nombre de limitations (réglage difficile du coefficient de rétrodiffusion, électronique trop proche de la cavité engendrant des variations de température perturbant la mesure et empêchant son utilisation dans un environnement « hostile ») qui nous ont conduits à développer les capteurs à interféromètre de Fabry-Pérot à fibre optique présentés dans la section suivante.

Capteurs à fibres optiques pour la vibrométrie et la réfractométrie

Ces travaux ont été principalement menés dans le cadre de la **thèse d'Élisabeth Ouisse** (2004) « Capteur polarimétrique à fibre optique : applications en vibrométrie et réfractométrie » et du **post-doc de Han Cheng SEAT** (2001-2003)

L'utilisation de fibres optiques permet non seulement une réalisation simplifiée d'interféromètres (notamment en terme d'alignement et de guidage des faisceaux) mais aussi de déporter l'électronique de la zone de mesure. Ainsi, il est possible de réaliser des mesures dans des environnements extrêmes (température élevée, fortes perturbations électromagnétiques, etc.) avec un capteur faiblement intrusif.

Un capteur basé sur le principe d'un interféromètre de Fabry-Pérot a été développé (voir Figure 53). Le signal lumineux issu d'une diode laser est propagé dans une fibre optique monomode. La cavité externe de l'interféromètre est formée par l'extrémité de cette fibre et une cible (réfléchissante). Une partie du signal réfléchi par la cible est réinjectée dans la fibre où elle va interférer avec celle réfléchie à l'interface de sortie de la fibre. Le signal résultant est alors propagé dans la fibre et envoyé via un coupleur fibré vers le bras d'analyse comportant le système de détection (photodiode et électronique de traitement). Nous avons développé deux applications de cet interféromètre, l'une pour des mesures de vitesse de déplacements, l'autre de mesure de variation de l'indice de réfraction optique. De plus, nous utilisons les propriétés de polarisation de la lumière pour créer deux jeux d'interférences distincts observés séparément et simultanément en introduisant un cube polarisant en sortie du bras d'analyse. La fibre optique utilisée pour le bras de mesure est à maintien de polarisation (de type PANDA). Ainsi avec un même interféromètre, nous avons deux jeux d'interférences l'un servant de référence, l'autre de mesure.



Figure 53 – banc expérimental du capteur EFFPI (extrinsic fibre Fabry-Pérot interferometer) avec en haut à droite le cube polarisant (PBS) et la photodiode (PD) et en bas à droite la cavité externe entre le sortie de la fibre et la cible (montée sur un pot vibrant) ; un capteur à rétro-injection optique (OFI) est utilisé comme référence.

Pour le capteur de vitesse, l'insertion d'une lame à retard dans la cavité Fabry-Pérot permet de créer un déphasage de $\pi/4$ aller-retour entre les deux signaux d'interférence. Ainsi, il est possible en comparant les deux signaux d'interférences de connaître vitesse et sens de déplacement de la cible (voir Figure 54).



Figure 54 – signaux d'interférences générés et détectés avec l'EFFPI permettant de déterminer la vitesse et le sens de déplacement de la cible.

Application à la mesure de vibrations et de vitesse de déplacement

Les mesures de vibration et de vitesses réalisées avec notre capteur EFFPI sont présentées dans l'article [104] reproduit à la fin de ce document. Grâce au dispositif présenté sur la Figure 53, nous avons pu comparer la vitesse fournie par ce capteur à celle fournie par le capteur à rétro-injection optique de référence (voir Figure 55). Nous pouvons constater que les résultats fournis par les deux capteurs sont en bon accord, la droite d'ajustement ayant été tracée pour guider l'œil (sans analyse statistique associée) ; une dispersion statistique inférieure à 4% (barres d'erreurs verticales sur la Figure 55) a été obtenue pour les vitesses mesurées par le capteur EFFPI (entre 0 et 25 mm/s) [105].



Figure 55 – vitesse mesurée avec l'EFFPI en fonction de la vitesse mesurée avec le capteur à rétro-injection optique (développé précédemment et pris comme référence).

La stabilité dans le temps du capteur a également été testée en incidence normale (voir Figure 56) ainsi que sa capacité à fonctionner avec des angles d'incidence relativement élevés, au moins jusqu'à 25°, entre la fibre et la cible (voir Figure 57) : les croix correspondent aux mesures en inclinant la cible et la courbe « *Calculated regression* » à la vitesse projetée calculée à partir du point de mesure en incidence normale.



Figure 56 – stabilité de la mesure de vitesse par le capteur EFFPI sur une période de 2h.



Figure 57 – vitesse mesurée avec l'EFFPI en fonction de l'angle entre la fibre et la cible (voir texte).

Application à la mesure de la variation d'indice d'un gaz

Pour le capteur de variation d'indice de réfraction optique d'un gaz, nous créons un double interféromètre de Fabry-Pérot dont les cavités sont alignées en insérant un polariseur dans la cavité Fabry-Pérot. Ce dernier réfléchit une des composantes de la lumière et laisse passer l'autre. Comme pour le capteur de vibration, un cube polarisant et deux photodiodes placées en sortie du bras d'analyse permettent d'observer séparément les deux signaux d'interférences. La première cavité sert de référence et la seconde contient le gaz dont on cherche à mesurer les variations d'indice. Les Figure 58 et Figure 59 présentent le capteur EFFPI adapté à la mesure de variation d'indice de réfraction optique de gaz et la Figure 60 présente son principe de fonctionnement.



Figure 58 – Schéma du capteur EFFPI adapté à la mesure de variation d'indice de réfraction optique ; les cavités optiques font 3 cm de long.



Figure 59 – prototype en aluminium du capteur de variation d'indice de réfraction optique de gaz ; les dimensions sont 7 cm de long et 3 cm de diamètre⁸.

Cette première version du capteur a été réalisée en aluminium, qui présente un coefficient de dilatation thermique non négligeable (de l'ordre de 20.10^{-6}), sachant que variation de la taille des cavités va avoir une influence sur les résultats des mesures⁹. La Figure 61 présente les résultats obtenus pour des mesures correspondant à différents taux de CO₂ dans de l'azote N₂, en corrigeant des variations de température. Nous remarquons que la mesure du déphasage des signaux permet de discriminer des variations de teneur en CO₂ inférieures au %, ce qui correspond à une sensibilité de l'ordre de 10^{-6} sur la variation de l'indice du milieu [105].

⁸ Le briquet apparaissant sur la figure est là pour donner une idée de la taille du dispositif ; mais il nous servait aussi lors de la mise au point du capteur à modifier l'indice en injectant directement du gaz et/ou en chauffant...

⁹ L'utilisation de matériau comme l'Invar (de coefficient de dilatation 20 fois plus faible que l'aluminium) pour le corps du capteur pourrait permettre de minimiser cet effet.



Figure 60 – principe de fonctionnement du réfractomètre EFFPI.



Figure 61 – variation de la différence de phase des signaux de l'EFFPI en fonction de la teneur en CO_2 dans de l'azote (corrigée des variations en température du capteur) [105].

Autour du Contrôle Non Destructif

Techno'Campus, un partenariat regroupant EADS Innovation Works, Airbus, l'École Centrale de Nantes, l'École des Mines de Nantes, l'École Polytechnique de l'université de Nantes (Polytech) et l'Institut catholique d'arts et métiers de Nantes (ICAM) voit le jour en novembre 2005 ; ce partenariat servira de base à la création de Technocampus EMC2 (devenu Technocampus Composites), un centre de recherche technologique et d'innovation sur les matériaux composites. Notre équipe (du groupe INCADE, puis PRISMA) a été partie prenante de la création et de l'animation de ces structures, notamment dans le domaine des évaluations et contrôles non destructifs. Nous y avons mené un certain nombre de projets de recherche collaborative dont quelques attendus et résultats sont présentés ci-après. Cependant, ces projets étant couverts par des accords de confidentialité, certains aspects ne pourront pas être rapportés ici.

CND d'assemblages (multi)matériaux

Ces travaux ont été notamment menés dans le cadre des projets collaboratifs MP32 et MP16 tâche 5, et du stage de mastère de **Blandine Verneret** (2010)

Le projet MP32 « Conception et assemblages multimatériaux » avait pour ambition d'aborder les problématiques afférentes au collage multi-matériaux de pièces de grandes dimensions, et leurs retombées possibles en termes d'allègement des structures, de diminution des coûts de fabrication, de simplification des assemblages et d'esthétisme. Les industriels (Airbus, BJ Technologie - Groupe Bénéteau, DCNS et STX Europe) ont apporté dans le projet leurs applications propres telles que : rivetage-collage de panneaux de

fuselage d'avion, dimensionnement au choc d'un assemblage collé à bord de sous-marin, simulation du comportement mécanique d'une liaison bois/coque d'un bateau de plaisance et substitution d'éléments de paquebots soudés par des éléments collés.



Figure 62 – cycle de développement du projet MP32 et positionnement des CND.

Avec l'équipe EADS Innovation Works (devenu Airbus Group Innovation) basée au Technocampus EMC2 de Nantes/Bouguenais, nous étions en charge des contrôles non destructifs (choix des méthodes, mises en œuvre sur démonstrateurs, tenue dans le temps et vieillissement). Nous avons abordé des méthodes de caractérisation par ultrasons (US) en ondes longitudinales appliquées aux échantillons réalisés dans le cadre du projet [106] :

- + suivi de polymérisation et caractérisation ultrasonore des colles (cas STX Europe et DCNS) ;
- + essais de corrélation US et tenue mécanique d'éprouvette simple cisaillement (cas STX Europe) ;
- + suivi d'essai et monitoring (cas DCNS) ;
- + essai de dissociation entre adhésion et cohésion.

Ces quatre points dédiés aux applications stipulées par les donneurs d'ordre du projet permettent d'évaluer les limites d'utilisation et les potentialités de l'analyse du collage par méthodes non destructives, même si celles-ci ne sont pas traitées dans leur intégralité ; les configurations étudiées sont des assemblages métal/métal d'épaisseur de substrat compris entre 2 mm et 100 mm pour un joint collé inférieur à 500 μ m. Certaines de ces applications sont transposables aux collages hybrides (métal/composites) ou composites organiques.

Ce projet a permis de définir les caractéristiques des adhésifs par l'approche des paramètres de célérité et d'atténuation des ultrasons. Par ce biais, il est simple de définir une normalité comportementale, c'est-àdire la caractérisation d'un adhésif parfaitement polymérisé et sans porosité. Ces paramètres ont un intérêt direct pour l'évaluation d'un joint constitué entre deux substrats, que ceux-ci soient de nature semblable ou différente. L'évaluation de l'épaisseur, souvent mal maitrisée dans un contexte industriel, peut faire l'objet de mesure au même titre que l'atténuation, et de ce fait, peut prononcer un constat. Les suivis d'essai instrumentés autorisent la surveillance via le temps de vol et les variations d'amplitude relatives aux ruptures d'impédance entre deux matériaux mis en contact. La compréhension des phénomènes de dégradation peut ainsi être mise en évidence, a fortiori si plusieurs méthodes de suivi complémentaires sont implantées. Il reste un point pour lequel pas ou peu d'information ont été identifiées. Si les US hautes fréquences permettent de séparer les échos provenant des interfaces, leur efficacité est limitée aux mesures d'épaisseur et d'atténuation ; en aucun cas la discrimination entre adhésion et cohésion n'est satisfaisante. Le projet MP16 - Tâche 5 « Soudage Thermoplastique » avait pour objectif l'évaluation de technologies de soudage dynamique (par induction et ultrasons) de matériaux thermoplastiques et de méthodes de contrôle en ligne associées, accompagnée de la réalisation d'un démonstrateur de soudage et de contrôle non destructif pour la réalisation de pièces 3D destinées à l'aéronautique et à l'automobile.

Nous avons eu en charge la conception et l'intégration des moyens de CND sur les bancs de démonstration (voir Figure 63 et Figure 64). Nous avons délivré une solution multi-capteurs, associant la thermographie infrarouge active (utilisant la chaleur apportée par l'effecteur de soudage, par induction ou ultrasons), les ultrasons (émetteur et récepteur « usuels » piézo-électriques avec couplage par boite à eau) et la profilométrie laser. Le tout embarqué sur la tête de soudage et permettant d'effectuer le contrôle de la qualité du soudage en ligne et en temps réel.



Figure 63 – Poster présentant la tâche CND du projet MP16 – Tâche 5.



MP16T5 – CND en ligne multi-capteur

Figure 64 – « Tête CND » développée et intégrée sur le démonstrateur de soudage par ultrason du projet MP16 – Tâche 5 au Technocampus EMC2.

Inspection de pièces et structures composites de grandes dimensions

Ces travaux ont été notamment menés dans le cadre du projet collaboratif TSCNG/LUCIE et notamment du post-doc de Yoann Brelet (2008-2010)

Le contrôle (non destructif) par ultrasons est couramment utilisé pour détecter les défauts internes d'une pièce ou examiner l'intégrité d'une structure ou d'un assemblage. Les ultrasons, et plus généralement les ondes sonores ou acoustiques, sont des ondes mécaniques longitudinales¹⁰ qui se peuvent se propager dans des milieux matériels. Les conditions de cette propagation (vitesse, atténuation) dépendent des caractéristiques du milieu (défini par son impédance acoustique) et les taux de transmission et de réflexion à l'interface entre deux milieux sont gouvernés par le rapport de leurs impédances caractéristiques. Plus grande sera la différence d'impédance, plus forte sera la réflexion (et moins bonne sera la transmission). C'est donc sur ce principe que sont basées les méthodes de contrôle non destructif échographiques (voir Figure 65) : on envoie un signal ultrasonore et on détecte les signaux réfléchis aux interfaces, les défauts éventuellement présents donnant lieu à des échos (s'ils génèrent une variation d'impédance caractéristique). La résolution et la profondeur d'auscultation dépendront de la nature des matériaux et des fréquences utilisées (typiquement du MHz à la dizaine de MHz), avec une meilleure résolution mais une plus faible épaisseur sondée au fur et à mesure que la fréquence augmente.



Figure 65 – illustration du principe de contrôle par ultrasons (A scan) et identification des interfaces entre différents matériaux (pour un des cas du projet MP32 [106]).

¹⁰ si les méthodes conventionnelles de contrôle non destructif mettent en jeu les ondes longitudinales, d'autres techniques peuvent utiliser les ondes de Lamb (ou ondes transverses), voire des propriétés d'acoustique non linéaire.

La génération des ultrasons se fait généralement à l'aide de transducteurs piézoélectriques, directement au contact de la pièce ou par l'intermédiaire d'un milieu « couplant » (gel, eau) permettant la transmission du signal acoustique (les ultrasons sont très fortement atténués dans l'air et sa très faible impédance acoustique devant celle des matériaux à contrôler conduisent à un coefficient de transmission de l'onde quasi nul). Cette présence d'eau (ou de couplant) implique des conditions de manutention et de contrôle difficiles (pièce recouverte du gel, immergée dans l'eau ou aspergée d'eau,...), voire rédhibitoires dans certains environnements (très chauds,...) ou pour des matériaux poreux ou hydrophobes.

C'est pourquoi des recherches autour du développement de méthodes de contrôle par ultrasons sans contact et sans milieu couplant sont menées, notamment pour l'inspection de grandes structures composites de géométrie complexe. C'est dans ce cadre qu'ont été menées les recherches autour de LUCIE (Laser Ultrasonic for Composite InspEctions), un moyen de contrôle non destructif par ultrasons laser-laser, au sein du projet collaboratif (Airbus, EADS et Subatech/Mines Nantes) « Technologies et structures composites de nouvelle génération » (TSCNG).

Le principe du contrôle par ultrasons laser-laser est présenté sur la Figure 66 : les ultrasons sont générés directement dans le matériau par l'interaction d'un laser dit « de génération » dont l'énergie va être partiellement absorbée et provoquer une expansion thermique qui va générer des ondes ultrasonores au sein du matériau. Ces ondes vont se propager et être réfléchies par le bord opposé de la pièce, engendrant en retour une vibration de la surface détectée par méthode interférométrique avec un second laser dit « de détection » ; si un défaut se trouve sur le trajet des ultrasons dans la pièce, il provoquera une réflexion (un écho intermédiaire) détectable par le système interférométrique. C'est une technique sans contact qui ne nécessite pas de milieu couplant, qui peut être « facilement » automatisée et ainsi inspecter des pièces de géométrie « relativement » complexe dans des environnements « hostiles » (corrosifs, hautes températures,...).



Figure 66 – illustration du principe de contrôle par laser ultrasons.

Le projet TSCNG a effectivement permis l'implantation au Technocampus EMC2 du moyen LUCIE, dont la définition et un certain nombre d'essais qualificatifs ont été réalisés sur le dispositif plus ancien LUIS, également installé au Technocampus EMC2 (voir Figure 67). Une description de ces deux système est proposée dans l'article [107].

Dans le cas de l'inspection de pièces composites de type CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic), l'énergie du laser CO₂ de génération est partiellement absorbée dans la résine, puis les ultrasons générés se propagent dans les autres couches du matériau ; pour que le contrôle soit non destructif, il faut veiller à rester dans le régime thermoélastique pour ne pas l'endommager. Il est primordial de bien connaître et contrôler les propriétés d'absorption de l'énergie dans le matériau et de l'échauffement local. Nous avons donc mené un programme de mesures et de simulation de l'interaction laser-matière, de l'échauffement associé et de la propagation de la chaleur dans le matériau [108] [109].



Figure 67 – les deux systèmes de contrôle par ultrasons laser au Technocampus EMC2 [107] : LUIS ci-dessus et LUCIE à droite.



© AREUS S.A.S. 2011_Photo by S.BONNOL/Vaue

Les conditions de mesure et les données d'entrée des simulations sont présentées sur la Figure 68. On considère l'interaction d'une impulsion laser de durée 120 ns et d'énergie 90 mJ avec une couche de résine de 40 µm d'épaisseur suivie du matériau de type CFRP proprement dit d'épaisseur 4 mm. Les mesures de température sont réalisées à l'aide d'une caméra thermique haute fréquence et les simulations développées avec un code par éléments finis. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 69. Ils présentent un bon accord entre l'expérience et la simulation et mettent en évidence que les températures atteintes restent inférieures à la température de réticulation du polymère, condition nécessaire pour que ce contrôle soit non destructif. Ces études ont notamment pour but d'étudier l'influence de l'augmentation de la cadence et de l'échantillonnage du contrôle en restant dans un régime non destructif pour le matériau et la structure inspectée.



Figure 68 – conditions de mesure et de simulation de la distribution de température à la surface d'un matériau de type CFRP inspecté avec le dispositif LUIS.



Figure 69 – mesure de l'évolution de la distribution de température à la surface lors de l'inspection laser laser d'un matériau CFRP pat thermographie infrarouge et comparaison avec les simulations (FEM).

Autour d'ECND PDL

En 2010, dans le cadre de l'appel à projet « émergence collective » de la région, un certain nombre de laboratoires se sont groupés pour proposer la création d'un pôle de compétence « Evaluation et Contrôle Non Destructif en Pays de la Loire » (ECND-PdL) comme cadre structurant afin d'amplifier les collaborations scientifiques existantes et d'en inciter de nouvelles. Les thématiques de recherche définies autour du CND sont présentées sur la Figure 70. Notre équipe de Subatech apportait notamment des compétences dans le domaine des « méthodes nucléaires » et se positionnait à l'interface des axes 1 et 2 : interactions ondes/champs matières et approches multi-techniques/multi-échelles. Dans ce cadre, Nous avons notamment participé au projet « Evaluation non destructive de la densité des matériaux du génie civil par couplage de techniques rayons X et radar » présenté ci-après.



Figure 70 – les thématiques de recherche du pôle de compétences ECND-PdL.

Evaluation non destructive de la densité des matériaux du génie civil par rayons X.

Ces travaux ont été notamment menés dans le cadre du post-doc de Charbel Koumeir (2010-2011)

L'évolution des règlementations en termes de transport, de stockage, d'utilisation et d'administration des sources radioactives rend aujourd'hui leur emploi en conditions industrielles de plus en plus contraignant et conduit à mener une réflexion sur des solutions de substitution aux techniques classiques de gammadensimétrie [110]. Ces techniques gamma-densitométriques à base de sources radioactives (Cobalt 60 ou Césium 137) sont couramment utilisées dans le domaine des routes pour estimer sur chantier et en quasi temps-réel, la compacité de la chaussée (la qualité du compactage conditionnant fortement la tenue mécanique et la durabilité de la chaussée). Dans ce domaine, les deux applications majeures concernent le contrôle à l'exécution des chantiers et le diagnostic d'état des chaussées circulées pour lesquels une connaissance absolue (au pourcent près) ou relative de la compacité est nécessaire. Deux principaux modes d'opération sont utilisés (voir Figure 71) : le mode transmission pour lequel un carottage est nécessaire pour insérer la source radioactive dans la chaussée et le mode diffusion (*scattering*), non invasif, pour lequel source et détecteur peuvent être embarqués sur un dispositif mobile.



Figure 71 – les deux modes (en transmission et en diffusion) actuellement utilisés pour l'inspection des chaussées avec des sources radioactives.

C'est dans ce contexte que Subatech, l'IFSTTAR et le LRPC d'Angers ont collaboré pour proposer une solution consistant à substituer la source radioactive utilisée dans les techniques gamma-densimétriques par un générateur de rayons X. Les avantages de cette solution résident dans le contrôle de l'irradiation à la demande qui élimine de fait les problèmes liés au transport, au stockage et à l'administration de sources radioactives et dans une capacité de pénétration *a priori* équivalente dans la matière. L'objectif est d'obtenir les mêmes performances qu'avec les sources, à savoir une sensibilité de 1% sur la mesure de densité des chaussées à une profondeur de 5 cm. Cependant, les caractéristiques des photons émis et de leur mode d'interaction avec la matière différent sensiblement : si les sources émettent des photons mono énergétiques de haute énergie (662 keV pour le ¹³⁷Cs et plus de 1 MeV pour le ⁶⁰Co), les générateurs à rayons X présentent un spectre continu jusqu'à environ 200 keV maximum (selon les tubes et leur tension d'alimentation). Ces photons de plus basse énergie seront donc a priori plus atténués dans la matière, avec une proportion effet photoélectrique/Compton plus importante.

Nous avons donc tout d'abord évalué la capacité des photons issus de tubes à rayons X à être utilisés en rétrodiffusion pour des auscultations de matériaux de chaussées à une profondeur de l'ordre de 5 cm [111]. La Figure 72 rappelle la variation de la section efficace Compton en fonction de l'angle de diffusion et en fonction de la fraction d'énergie emportée par le photon diffusé pour différentes valeurs d'énergie du photon incident, rapportée à l'énergie associée à la masse de l'électron (énergie réduite). Si l'on compare les photons de 100 keV (typiquement des rayons X de générateurs) à ceux de 500 keV (typiquement des photons gamma de sources), on constate que la probabilité de diffusion aux grands angles (entre 120 et 180°, rétrodiffusion) est plus grande pour les photons de 100 keV que pour ceux de 500 keV ; cet effet va dans le bon sens pour compenser la plus forte atténuation que subissent les photons de plus faible énergie. De plus, on constate également sur la figure de droite que la fraction d'énergie emportée par les photons de fraction d'énergie emportée par les photons de fraction d'énergie entre 120 keV qu'à 500 keV.



Figure 72 – variation de la section efficace Compton normalisée en fonction de l'angle de diffusion (à gauche) et en fonction de la fraction d'énergie emportée par le photon diffusé (à droite) pour différentes valeurs d'énergie (réduite) ε du photon incident (d'après [112]).

A titre d'exemple, nous avons calculé le nombre de photons rétrodiffusés avec un angle moyen de 150° (entre 120 et 180°, voir paragraphe précédent) à une profondeur de 5 cm dans du calcaire (voir Figure 73). Nous constatons alors une proportion de photons rétrodiffusés du même ordre de grandeur (voire supérieure) pour des rayons X incidents d'énergie comprise entre 150 et 250 keV que pour des rayons gamma issus de sources radioactives, ce qui permet d'envisager leur utilisation pour l'application visée.



Figure 73 – proportion de photons rétrodiffusés à 150° à une profondeur de 5 cm et ressortant en surface en fonction de l'énergie des photons incidents (normalisée par rapport à des photons incidents de 600 keV).

Un dispositif expérimental a donc été conçu et des expériences sur des plaques de calcaires et d'enrobés bitumineux ont été réalisées (voir Figure 74) [113].



Figure 74 – dispositif expérimental de mesure de rayons X rétrodiffusés ; schéma de principe à gauche (tailles des objets et angles et non significatifs) et expérimentation sur un échantillon de calcaire (au LRPC d'Angers) à droite.

Le générateur à rayon X utilisé (ICM) a une plage de tension réglable de 10 à 200 kV, pour des courants de 1 à 8 mA. Son point focal a une dimension de 2,5 x 2,5 cm² et il a un cône d'émission de 40°/60° (petite/grande dimension), avant collimation. Le détecteur (scintillateur Nal, blindé) est placé du même côté de l'échantillon, derrière un écran de tungstène. La géométrie du dispositif permet de régler la profondeur d'auscultation. Les échantillons utilisés sont des blocs de calcaire homogène en provenance de différentes carrières (présentant différentes densités) ainsi que des blocs d'asphalte bitumineux.



Figure 75 – nombre de photons rétrodiffusés en fonction de la densité de l'échantillon et pour différentes fenêtres en énergie (selon le dispositif expérimental de la Figure 74).

La Figure 75 présente le nombre de photons rétrodiffusés détectés en fonction de la densité de l'échantillon, pour différentes fenêtres en énergie. Hormis les ensembles de points A et B, les points de mesure correspondent à des blocs de calcaire homogène ; d'une façon générale, le taux de comptage diminue quand la densité augmente (coefficient d'absorption plus important). Avec une procédure de calibration adaptée, comme c'est le cas pour les méthodes gamma-densimétriques actuelles, il est possible de corréler le nombre de photons détectés à la densité et ainsi déterminer expérimentalement sa valeur. Nous avons également analysé les résultats obtenus avec des échantillons hétérogènes constitués d'asphalte bitumineux contenant des granulats à base de silice ou de calcaire (respectivement lots A et B sur la Figure 75). Si la réponse des échantillons à base de silice pour les photons de haute énergie (fenêtres 100-120 keV et 120-160 keV) est la même que pour les blocs de calcaire, elle diffère sensiblement pour les photons de plus basse énergie (35-60 keV). Ce comportement est directement relié au taux d'interaction par effet photoélectrique plus important dans les matériaux de numéro atomique plus petit. On constate alors que la mesure peut également être sensible à la fois à densité et à la nature chimique de l'échantillon en utilisant des fenêtres en énergie ad-hoc.

Nous avons donc fait la preuve de faisabilité de l'utilisation des rayons X en mode rétrodiffusion pour la mesure de la densité de matériaux, notamment dans le cadre de l'inspection de chaussées. Les premiers résultats montrent une bonne sensibilité de la mesure pour une profondeur d'auscultation allant au-delà de l'épaisseur de la couche de roulement en surface de la chaussée (5-6 cm) avec le générateur de rayons X utilsé. Outre la densité, le signal rétrodiffusé est également sensible à la nature chimique. En utilisant des matériaux de référence, il devrait ainsi être possible de déterminer la nature de l'échantillon (à base de calcaire, silice, etc.) ainsi que la teneur en liant.

Quoi de neuf depuis... ou perspectives autour du CND

Suite à cette preuve de concept sur la mesure de la densité des matériaux du génie civil par rayons X menée dans le cadre d'ECND-PdL et présentée précédemment, nous sommes dans une phase de discussion avec nos partenaires pour envisager de passer à une phase de réalisation d'un prototype de terrain pour l'inspection des chaussées.

Parallèlement, nous avons également commencé à développer des méthodes d'analyse par faisceaux d'ions, notamment auprès du cyclotron ARRONAX, et présentées dans la prochaine section...

Projet scientifique autour d'ARRONAX: une plateforme pour l'étude de la matière inerte et vivante

Avec le projet « un cyclotron à Nantes » et le démarrage effectif d'ARRONAX en 2010-2011, j'ai eu l'opportunité de développer et contribuer à de nouveaux axes de recherche s'insérant dans des champs thématiques déjà abordés : les applications médicales et le contrôle des matériaux, notamment dans le cadre de la plateforme 4 « matière inerte et vivante sous irradiation » de l'Equipex ArronaxPlus (2012-2019). Je vais donc maintenant présenter mon projet scientifique autour d'Arronax, en rappelant les premiers résultats déjà obtenus qui nous permettent de construire un programme scientifique pour les prochaines années autour de la thématique « étude de la matière inerte et vivante sous irradiation ».

Arronax

ARRONAX (Accélérateur pour la Recherche en Radiochimie et en Oncologie à Nantes Atlantique) est un accélérateur de particules dont le cœur est un cyclotron de type Cyclone®70 de la société IBA, d'un diamètre extérieur de 4 m et d'une hauteur de 3,6 m, duquel partent six lignes de faisceaux principales (voir Figure 76). ARRONAX est un outil unique grâce à l'association de ses caractéristiques, haute énergie et haute intensité (voir Tableau 3) : c'est un cyclotron multi-particules qui permet de délivrer des faisceaux de protons, deutons et particules alpha, avec de fortes intensités, jusqu'à 750 µA distribuées simultanément dans deux lignes pour les protons (mode « dual beam ») [114].



Figure 76 – vue schématique de l'accélérateur ARRONAX, avec le cyclone C70 au centre et la distribution en 2 x 3 lignes faisceaux, desservant 6 casemates expérimentales (dont la salle AX, en haut de la figure).

Beam	Accelerated particles	Energy range (MeV)	Intensity (µA)
Protons	H-	30–70	<350 (×2)
	HH+	17.5	<50
Deuterons	D-	15-35	50 ^a
α -particles	He++	70	<35

^a The deuteron intensity limit is set for radioprotection reasons by the authorities

Tableau 3 – caractéristiques des faisceaux disponibles à ARRONAX [114].

Les objectifs principaux d'ARRONAX sont d'une part de produire des isotopes radioactifs innovants pour la médecine nucléaire, et d'autre part de réaliser des recherches dans le domaine de l'interaction des particules et rayonnements avec la matière inerte et vivante pour en étudier les effets. Une troisième mission concerne des actions de formation. Les différents faisceaux permettent de produire des radionucléides utilisés en recherche pour des applications diagnostiques, principalement en cancérologie et cardiologie, et des applications thérapeutiques (radiothérapie interne vectorisée). Les recherches dans le domaine de l'interaction des particules et rayonnements avec la matière inerte et vivante concernent principalement les champs suivants : radiolyse, radiobiologie, analyses par faisceaux d'ions et mesures de sections efficaces de production. La salle expérimentale AX avec ses trois lignes de faisceaux, dont une verticale, est spécialement dédiée à ces recherches (voir Figure 77).



Figure 77 – les 3 lignes de faisceaux de la salle AX, dont deux horizontales (AX3 et AX4) et une verticale (AX5).

Mesure de sections efficaces pour la production de radionucléides innovants

Ces travaux ont été principalement menés dans le cadre de la **thèse de Eric Garrido** (2011) « Production de radioisotopes : de la mesure de la section efficace à la production » et de la **thèse de Charlotte Duchemin** (2015) « Étude de voies alternatives pour la production de radionucléides innovants pour les applications médicales »

La médecine nucléaire est une spécialité utilisant des médicaments radioactifs à des fins diagnostiques ou thérapeutiques. Ces médicaments injectés au patient, le plus souvent par voie intraveineuse, contiennent des radionucléides qui doivent aller se fixer vers les organes ou tissus à imager ou à traiter. On parle alors de radiotraceur, composé généralement d'un vecteur choisi en fonction des cibles à atteindre (molécule, anticorps, hormone, peptide, etc.) couplé à un isotope radioactif.

Pour l'imagerie, suivant la modalité, des émetteurs γ (scintigraphie et tomographie par émission monophotonique, TEMP) ou β + (tomographie par émission de positrons, TEP) sont utilisés.

Pour les utilisations en thérapie, les radio-pharmaceutiques peuvent être marqués avec des émetteur β - ou α , qui seront choisis en fonction des spécificités des cancers à traiter. Les β - ont un relativement faible transfert d'énergie linéique (TEL inférieur au keV/µm) et un parcours dans les tissus de quelques mm : ils sont donc adaptés au traitement de (petites) tumeurs sous le principe du feu croisé. Les particules α ont un TEL bien plus élevé (dizaines de keV/µm) mais un faible parcours (inférieur à 100 µm) : elles sont quant à elles adaptées au traitement de cellules cancéreuses disséminées.

Enfin, l'utilisation de paires de radio-isotopes β + et β - est très prometteuse pour effectuer une quantification dosimétrique dans le cadre de la personnalisation de traitements de radiothérapie interne (concept de théranostique).

Actuellement, trois radio-isotopes sont principalement utilisés en clinique : le technétium-99m, obtenu à partir d'un générateur dont le père (molybdène-99) est produit principalement en réacteur, représentant la majorité des examens en imagerie monophotonique ; le fluor-18, produit en (petit) cyclotron, très utilisé en TEP en oncologie ; et enfin l'iode-131, produit en réacteur, principalement utilisé en thérapie (cancer de la thyroïde). Cependant, en fonction des indications visées et des propriétés du vecteur, le radio-isotope devra présenter des caractéristiques différentes en termes de rayonnements émis et de période radioactive. Il y a donc un champ de recherche ouvert pour identifier et produire de « nouveaux » radio-isotopes pour les applications en médecine nucléaire. Le Tableau 4, tiré de l'article de revue [115] présente un certain nombre de radio-isotopes déjà utilisés ou susceptibles de l'être en imagerie et thérapie ciblées avec des anticorps. Pour le concept de théranostique, les principaux radio-isotopes envisagés sont les suivants : ¹²⁴I/¹³¹I, ⁸⁶Y/⁹⁰Y, ⁶⁴Cu/⁶⁷Cu, ⁴⁴Sc/⁴⁷Sc et plusieurs isotopes du terbium [116].

Radionuclide T _{1/2} (hours) ^a Main Emissions	Main Emissions ^b	F Max (koV)	Range Max in	Usual Laboling Method	
	Main Emissions	E Max (Kev)	Soft Tissue (mm)	Usual Labeling Method	
					N-hydroxy-succinimide
Fluorine-18	1.83	β+	633	3.1	¹⁸ F-fluoro-benzotate, click
					chemistry, ¹⁸ F-aluminum-NOTA
		1000		Polyamino-carboxylic acids:	
Gallium-08	1.13	b.	1899	9.8	DOTA, NOTA
		β+	653	3.2	
Copper-04	12.7	β-	579	2.8	Many different chelating agents
					Polyamino-carboxylic
Yttrium-86	14.7	β÷	1220-2242	11	acids: DOTA
			-		Direct bromination,
Bromine-76	16.2	β ⁺	1893 and 3382	19	bromine-labeled activated esters
Zirconium-89	78	β+	902	4.6	Desferroxamine
Iodine-124	100	β+	1535 and 2138	7.9 and 10.9	Direct labeling (tyrosine)
					Polyamino-carboxylic
Scandium-44	3.97	β+	1473	7.6	acids: DOTA
		β-	610		Direct labeling (tyrosine)
Iodine-131	193	γ	362	2.9	
				11	Polyamino-carboxylic
Yttrium-90	64	β-	2250		acids: DOTA
		β-	2120		Direct labeling or N2S2 or N3S
Rhenium-188	17	F		10	complexes (chemistry analogous
		γ	155		to that of technetium)
		β-	498		Polyamino-carboxylic
Lutetium-177	162	γ	208	2.0	acids: DOTA
Copper-67 62		β-	392-577		
	62	γ	184	1.8	Many different chelating agents
		ά	6051 and 6090	0.07	Polyamino-carboxylic acids:
Bismuth-212 1.01	1.01	2	727		CHX-DTPA DOTA
		a 8.400	8 400		Polyamino-cathoxylic acids:
Bismuth-213 0.76	0.76	2	440	0.1	
Astatine-211 7.2	a 5870 and 7450		Stannylated synthons:		
	7.2	v	77 92	0.055-0.080	SAB SADS
Actinium-225 240	А	11-72		Dolyamino corbonylia	
	240) α	+ alpha emitting daughters	*	porte: DOTA
					acids: DOTA
Thorium-227	449	α 449	+ alpha emitting daughters	*	Polyamino-carboxylic
		γ		acids: DOTA	

Tableau 4 – des radio-isotopes pour l'imagerie et la thérapie ciblée avec anticorps [115].

Nous menons donc des travaux de recherche pour étudier la production de radionucléides « innovants » pour la médecine nucléaire, en bénéficiant notamment des caractéristiques et de la diversité des faisceaux délivrés par le cyclotron Arronax. Pour un radionucléide d'intérêt, il va falloir en premier lieu identifier les voies de production optimales et déterminer les sections efficaces de production associées en fonction de la nature et de l'énergie du projectile.

Campagnes de mesures de sections efficaces

Des campagnes de mesure de sections efficaces de production ont donc été menées ces dernières années et son résumées dans le Tableau 5. Les données ainsi collectées viennent enrichir les bases de données existantes et permettent de mieux contraindre les codes de prédiction théorique (comme TALYS [117]) et compléter la compréhension des mécanismes de réactions nucléaires induites par les protons, deutons et particules alpha. La production de nouveaux radionucléides, au-delà de la première liste de priorité d'Arronax [114], est investiguée en fonction des besoins de la communauté. Le travail de veille bibliographique montre que d'importants progrès ont été réalisés sur la biologie des marqueurs, sur la chimie des ligands et sur le radiomarquage. Cela a pour conséquence d'aviver l'intérêt pour les particules ayant un grand transfert linéaire d'énergie (TLE) mais également de chercher à obtenir des informations dosimétriques (concept de théranostique présenté précédemment). Pour le premier point, nous nous sommes engagés dans l'étude de la production de noyaux émetteurs de particules α (avec en particulier les noyaux émetteurs de cascades de particules alphas comme ²²⁵Ac et ²²⁶Th [118] [119]); pour le second point, nous explorons les différents noyaux permettant de combiner l'imagerie à la thérapie, soit parce qu'ils sont émetteurs de photons γ (par exemple le ¹⁸⁶Re [120] [121]), soit parce qu'ils ont un isotope émetteur de positons (paire d'isotopes comme ⁴⁴Sc/⁴⁷Sc et ⁶⁴Cu/⁶⁷Cu) [122]. De nouvelles voies de production de ⁹⁹Mo/^{99m}Tc ont également été étudiées [123].

Imaging/Diagnosis	Therapy		
Positron emitter e *	Electron emitters e Re-186g \rightarrow B, used in clinical trials for painful		
Sc-44 \longrightarrow PET imaging. $T_{1/2} = 3.97 h$	$T_{x/2} = 3.72 d$ metastases. W-nat(d,xn)		
+ γ (1.157 MeV) 3 γ imaging developed by the Xenon group (SUBATECH).	$\begin{array}{ccc} \textbf{Tb-155} & \longrightarrow & \text{Auger e-} / \gamma \text{ for SPECT imaging.} \\ T_{2/2} = 5.32 d & & \textbf{Gd-nat(d,xn)} \end{array}$		
Its vectorization is studied by the	Sn-117m \rightarrow Conversion e- emitter, used in clinical $T_{1/2} = 13.60 d$ trials for cardio-vascular diseases.		
	Cd-116(α,3n)		
Photon γ emitter	α particle emitters		
$\begin{array}{c c} \text{Tc-99m} & \longrightarrow \\ T_{1/2} = 6.01 h & \text{imaging.} \end{array}$	Th-226 \longrightarrow High cell destruction power (4 α part.). $T_{1/2} = 30.57 m$		
 Increasing number of exams. Both reactors providing 43 % of its mondial production will be stopped 	Ac-225 \longrightarrow High cell destruction power (3 α part.). $T_{1/2} = 10.0 d$		
soon.	Ra-223 → Xofigo© radiopharmaceutical.		
Thorium-232 fission induced by protons	$T_{1/2} = 11.44 d$ Th-232(d,x)		
and deuterons.	Th-232(p,x)		

Tableau 5 – les radio-isotopes étudiés ces dernières années dans le cadre des campagnes de mesure de sections efficaces de production (source : C. Duchemin).

La technique de mesure : les stacked-foils

Les mesures de sections efficaces de production sont réalisées en irradiant une cible avec un projectile : connaissant la composition de la cible et les paramètres de l'irradiation, il est possible de quantifier les noyaux radioactifs produits en mesurant l'activité associée. La mesure de cette activité se fait par spectrométrie gamma dans les heures et/ou jours qui suivent l'irradiation ¹¹. Dans le cas de cibles minces, on pourra considérer la section efficace de production comme constante et elle sera directement reliée à l'activité produite (et mesurée) par le biais des paramètres d'irradiation et des caractéristiques de la cible.

Afin de pouvoir mesurer plusieurs valeurs de sections efficaces (à des énergies différentes), nous utilisons la technique des *stacked-foils* présentée sur la Figure 78. Un motif, comportant 3 feuilles, est répété en fonction du nombre de points de mesure souhaité : la cible dans laquelle le radio-isotope d'intérêt est produit, suivie d'un moniteur puis d'un dégradeur pour diminuer l'énergie incidente du motif suivant. Les moniteurs sont des feuilles dans lesquelles sont produits des radio-isotopes dont la section efficace de production est connue (plusieurs réactions ont été référencées par l'AIEA [124] [125]). L'utilisation des réactions moniteur permet de s'affranchir de la mesure (précise) du flux de particules (en supposant que le même flux traverse la cible et le moniteur). De plus, une feuille moniteur peut jouer le rôle de *catcher* en récupérant les éventuels noyaux de recul provenant de la cible [126].



Figure 78 – photographie et schéma de principe du dispositif de mesure par stacked foils.

Exemple : le scandium-44

Parmi les différents radio-isotopes étudiés, je ferai ici un petit zoom sur ceux du scandium, en lien notamment avec des développements abordés précédemment dans ce document : le ⁴⁴Sc est un bon candidat pour l'imagerie à 3 photons. D'une façon plus générale, le scandium est un élément d'intérêt pour le concept de théranostique : le ⁴⁷Sc (émetteur β -) peut être utilisé en thérapie (voire en TEMP car un photon gamma de 159 keV accompagne sa décroissance avec une intensité de 68%), alors que le ⁴³Sc ou le ⁴⁴Sc (émetteurs β +) peuvent être utilisés en TEP. Le ⁴⁷Sc peut être produit en réacteur [116]. Le ⁴⁴Sc peut être produit par générateur (⁴⁴Ti/⁴⁴Sc) ou en accélérateur à partir du ⁴⁴Ca (d'abondance naturelle 2,1%). De plus, si le ⁴⁴Sc a une demi-vie de 3,97 h dans son état fondamental (^{44g}Sc), il présente un état excité avec une période de 58,6 h qui correspond mieux aux temps de transit associés à l'utilisation d'anticorps comme vecteurs. L'utilisation du générateur in vivo ^{44m}Sc /^{44g}Sc est donc envisageable et il a été montré que la décroissance depuis l'état métastable ^{44m}Sc vers le fondamental (essentiellement par émission γ de 270 keV) laissait le radionucléide sur le traceur [127].

Nous avons donc mené une étude concernant la production de ^{44g}Sc et ^{44m}Sc par accélérateur en comparant l'utilisation de protons (littérature) et deutons (mesures) comme projectiles sur une cible de ⁴⁴Ca [122]. Les sections efficaces mesurées avec un faisceau de deuton sont représentées sur la Figure 79. Ce sont les premières données publiées pour le ⁴⁴Sc avec des deutons comme projectiles. Ces données sont comparées aux prédictions du code TALYS (avec les modèles par défaut). Pour le ^{44m}Sc (à gauche), la section efficace de production mesurée est maximale (185 mb) pour une énergie des deutons de l'ordre de 17,5 MeV ; le code TALYS donne une amplitude de la section efficace du même ordre de grandeur, mais présente un

¹¹ Avec cette technique, il est nécessaire que le radio-isotope d'intérêt présente une désintégration radioactive accompagnée de l'émission d'un ou plusieurs rayons gamma « mesurables ».

léger décalage vers les basses énergies en comparaison avec les valeurs expérimentales obtenues. Pour le ^{44g}Sc (à droite), la section efficace de production mesurée est maximale (540 mb) pour une énergie des deutons de l'ordre de 15 MeV; le code TALYS donne cette fois une amplitude de la section efficace inférieure (de l'ordre de 10%), mais ne présente pas de décalage en énergie en comparaison avec les valeurs expérimentales.



Figure 79 – fonctions d'excitations pour les réactions 44 Ca(d,2n) 44m Sc (à gauche) et 44 Ca(d,2n) 44g Sc (à droite).



Figure 80 – taux de production en cible épaisse de ⁴⁴Ca dans le cas de protons et deutons utilisés comme projectiles pour la production de ^{44m}Sc (en haut) et de ^{44g}Sc (en bas).

Nous avons ensuite comparé les taux de production en cibles épaisses avec des protons (données déjà publiées) et des deutons ; les résultats sont présentés sur la Figure 80.

En prenant également en compte la production conjointe de ⁴³Sc (considéré comme un contaminant et non séparable du ⁴⁴Sc par voie chimique), nous avons alors pu proposer différents scénarios pour la production de ⁴⁴Sc pour les différentes applications visées (voir Tableau 6).

Scenario	Sc-44g for PET using small molecules as	Sc-44g for 3 γ imaging developed at SUBATECH	Production of the Sc-44m/Sc-44g in-vivo
\backslash	vectors	laboratory	generator paired with
\backslash	Needs:	(Xenon group)	antibodies as vectors
\backslash	- High Sc-44g activity	Needs:	Needs:
Cyclotron type	- Limit the Sc-44m act. (additional dose to the	- Limit Sc-44m and Sc-43 act. (<i>dose + background)</i>	- High Sc-44m activity - Limit Sc-44g and Sc-43
\backslash	patient)		act.
15 MeV protons	++	++	-
15 MeV deuterons	-	+	+
30 MeV protons	+		-
30 to 35 MeV deuterons		-	++

Tableau 6 – les meilleures voies de production du ⁴⁴Sc en fonction des applications (source : C.Duchemin).

Il apparait donc que les faisceaux de deutons d'ARRONAX jusqu'à 35 MeV sont adaptés à la production de ^{44m}Sc, notamment dans le cadre d'études pour son utilisation comme générateur in vivo ^{44m}Sc /^{44g}Sc.

Perspectives pour la production de radionucléides

Nous allons poursuivre les mesures de sections efficaces de production de radio-isotopes innovants pour les applications médicales par voies non conventionnelles, notamment du côté des émetteurs Auger pour la thérapie, dont les électrons de faible énergie (par rapport à la plupart des β -) présentent un fort transfert d'énergie linéique, associé à un faible parcours [128].

Du point de vue expérimental, nous allons faire évoluer le dispositif de mesure par *stacked-foils* en le faisant fonctionner sous vide, suivi d'une cage de Faraday (sous vide également) pour une mesure directe du flux de particules. Nous allons également rajouter une feuille « *catcher* » dans le motif pour récupérer les éventuels noyaux de recul, notamment dans le cas de cibles lourdes, dans lesquels des fragments de fission peuvent être produits et la section efficace associée mesurée [129].

Du point de vue des données nucléaires et des codes de simulation, nous allons poursuivre les comparaisons et l'adaptation du code TALYS. Nous avons déjà défini une nouvelle combinaison de modèles qui permet de mieux reproduire les valeurs expérimentales [130], qui sera encore affiné avec les prochaines données.

Analyses par faisceaux d'ions : PIXE/PIGE à haute énergie

Ces travaux ont notamment été menés dans le cadre de la **thèse de Diana El Hajjar** (2014) « Développement de la méthode PIXE à haute énergie auprès du cyclotron ARRONAX », ainsi que de celles de **Mostafa Hazim** (en cours) et **Alexandre Subercaze** (en cours)

La Figure 81 illustre différentes méthodes d'analyses par faisceaux d'ions : un faisceau d'ions légers est envoyé sur l'objet ou l'échantillon à analyser (la cible) et l'on mesure les conséquences des interactions qui se produisent, que ce soit sur les ions incidents (RBS, STIM,...) ou sur les atomes et/ou noyaux de la cible qui vont émettre un certain nombre de rayonnements (PIXE, PIGE, IBIL,...) ou particules (ERDA, NRA, SEI,...).



Figure 81 – illustration des différentes méthodes d'analyses par faisceaux d'ions.

La méthode dite *Particle Induced X-ray Emission* (PIXE) est relativement répandue et développée depuis les années 1970, du moins avec des faisceaux de faible énergie (de l'ordre de 3 MeV) qui peuvent être délivrés par des accélérateurs plutôt compacts, abordables et existants dans un certain nombre de laboratoire de par le monde [131]. Les ions incidents excitent ou ionisent les atomes de la cible, qui vont émettre des rayons X caractéristiques lors du réarrangement de leur cortège électronique. La détection de ces rayons X permet alors d'identifier et de quantifier les éléments présents dans l'échantillon. Si l'on détecte les rayons gamma issus des réactions nucléaires entre les ions incidents et les noyaux de la cible, on parle alors de *Particle Induced Gamma-ray Emission* (PIGE). Ces deux méthodes sont complémentaires et peuvent être réalisées simultanément.

Advantages

- 1) PIXE is multielemental. Up to 20 elements can be determined simultaneously.
- 2) Practically the whole periodic table can be covered in one single run and the sensitivity is fairly constant over this region. For elements with Z > 12, it does not deviate more than a factor of 3 from the mean value.
- The sensitivity is very high. In terms of minimum detectable concentration it is 10-6–10-7. Since very small samples can be analysed, this means minimum detectable amounts as low as 10-15 g.
- 4) PIXE is fast. For most samples a running time of 2-5 min is sufficient. If the resulting spectra are fed into a computer they can be analysed and a print-out be available a few minutes after a run.
- 5) Very small samples can be analysed with full sensitivity. Using the microprobe technique, even microstructures can be analysed.
- 6) PIXE is non-destructive.
- 7) Good economy. Taking into account the fact that information for all elements above a certain, quite low, concentration are obtained in a single run of short duration, it is cheaper than most other methods.

Disadvantages:

- 1) There occur interferences between K and L X-rays from light and heavy elements, respectively, and between K_{α} and K_{β} peaks in neighbouring elements. This has a negative effect on the sensitivity. Increased detector resolution could give great improvements. Another possibility is to analyse the X-rays by means of a crystal spectrometer. Then, however, the multielemental character of the method is lost.
- 2) PIXE is best suited for thin samples (thickness less than 1 mg/cm²). Thick samples can also be used but the analysis of the resulting spectra is more complicated and the accuracy is reduced. One possibility to improve this situation is to use internal standards.

The advantages seem to be considerably greater than the disadvantages. Hopefully, PIXE will be further improved and established as a standard analytical method.

Tableau 7 – avantages et inconvénients de PIXE tels que présentés par Johansson et Johansson dans [131] en 1976.

Le Tableau 7 présente les avantages et inconvénients de la méthode d'analyse PIXE tels qu'énoncés dans l'article de revue par Johansson en 1976. C'est une méthode multi élémentaire, rapide, non destructive, sensible, et pas forcément plus chère que d'autres méthodes d'analyse. Les deux principaux inconvénients relevés sont : le recouvrement de raies K et L d'éléments différents qui peuvent perturber l'analyse et réduire la sensibilité ; et le fait que cette méthode, adaptée aux échantillons très fins, devient plus complexe et moins performante avec des échantillons épais. L'utilisation de programmes de déconvolution de pics et de prise en compte de l'atténuation des rayons X dans la matière sont bien souvent nécessaires pour atteindre une quantification précise (GUPIX [132], GEOPIXE [133], PIXAN [134] par exemple).

La méthode analytique PIXE est largement utilisée, dans de nombreux domaines d'applications : sciences des matériaux, environnement, géosciences, archéologie, art, biologie, botanique, etc. (voir par exemple les publications de la conférence PIXE 2015 [135]). Des méthodes PIXE portables (avec source alpha) ont même été développées [136], pour analyses hors laboratoire, voire pour des utilisations extraterrestres comme l'Alpha-Particle X-ray Spectrometer (APXS) utilisé pour les explorations martiennes [137] [138].

PIXE à haute énergie

En utilisant des particules incidentes de plus haute énergie, on peut améliorer grandement les deux principaux inconvénients associés à la méthode PIXE « usuelle » : d'une part les projectiles sont plus pénétrants, et surtout ils excitent préférentiellement les couches K, produisant des rayons X plus énergétiques et moins entrelacés [139] [140]. La méthode PIXE à haute énergie (HEPIXE) a déjà été utilisée, notamment dans le domaine des objets d'arts et archéologiques [141] [142], mais il existe de par le monde assez peu d'installations permettant de faire ce type d'analyse.

Les caractéristiques des faisceaux d'ARRONAX (protons, deutons et particules alpha jusqu'à 70 MeV) sont très bien adaptées pour la méthode PIXE à haute énergie. La Figure 82 présente le parcours de différents projectiles délivrés par le cyclotron Arronax dans une matrice d'aluminium (calculs SRIM [143]) ; si les deutons de 16 MeV s'arrêtent après 600 µm, les particules alpha de 68 MeV ont un parcours de 1,2 mm et les protons de 70 MeV un parcours de l'ordre de 2 cm. De plus, pour des cibles d'épaisseur bien inférieure au parcours de la particule incidente, il est à noter que cette dernière ne perdra que peu d'énergie dans la matière, limitant l'endommagement et présentant des sections efficaces d'ionisation constantes en première approche sur toute l'épaisseur, simplifiant de fait l'analyse.



Figure 82 – parcours dans une matrice de type aluminium de différents projectiles disponibles à Arronax (calculs SRIM [143]).

Mais si les projectiles pénètrent assez profondément dans la matière, encore faut-il que le signal généré soit suffisamment intense et puisse ressortir de la cible pour pouvoir être analysé. Pour la méthode PIXE avec des protons de basse énergie (3 à 4 MeV), les éléments légers sont généralement analysés par leurs raies K et les éléments lourds par leur raies L car la section efficace de production des raies K chute drastiquement avec Z (voir courbe en noir sur la Figure 83). Avec des protons incidents de plus grande énergie, et a fortiori des particules alpha (autour de 70 MeV), on constate sur cette même figure que les sections efficaces de production de rayons X de type K restent à peu près dans le même ordre de grandeur sur la gamme 30-70 MeV, et ce jusqu'aux éléments les plus lourds. Il est donc possible d'utiliser les rayons X de type K pour l'analyse de tous les éléments (à partir de Z=11, voire un peu plus en fonction de conditions expérimentales). Outre le fait qu'il n'y a plus (ou beaucoup moins) de problème de recouvrement des pics comme c'est le cas avec les rayons X de type L, les rayons X de type K sont suffisamment énergétiques (entre 8 et 9 keV pour le cuivre et autour de 80 keV pour le plomb) pour pouvoir traverser une plus grande épaisseur de matière et permettre une analyse en profondeur, notamment pour les éléments lourds dans une matrice légère.



Figure 83 – variation de la section efficace de production de rayon X de type K en fonction du numéro atomique pour différents projectiles (calculs ISICS [144]).

Cependant, l'utilisation de particules de haute énergie (dizaines de MeV) va générer un bruit de fond plus important, dû principalement au rayonnement de freinage des particules incidentes et des électrons secondaires dans l'échantillon [145] ainsi qu'à la diffusion Compton du rayonnement gamma émis par la cible et l'environnement de l'expérience, qui peut contribuer à une baisse de la sensibilité de l'analyse [146]. Nous avons étudié ces contributions du bruit de fond [147] en fonction de la nature et de l'énergie des projectiles, ainsi que de l'épaisseur de la cible lors de la thèse de Diana El Hajjar [148]; un blindage adapté (voir ci-après) a été conçu pour diminuer le bruit de fond ambiant dû à l'environnement. L'utilisation de particules alpha permet de diminuer la contribution du bruit de fond (par rapport à des protons de même énergie). La sensibilité de la mesure pour la quantification d'un élément donné dépendra essentiellement du rapport signal sur bruit pour l'élément considéré. L'adaptation de conditions expérimentales (angles, distances, faisceau, etc.) nous permet d'atteindre des sensibilités de l'ordre de la ppm (mg/kg) pour des éléments de numéro atomique Z>25 dans des matrices légères (voir ci-après paragraphe « Analyse d'éléments traces par HEPIXE et limite de détection »).

Un autre inconvénient lié à l'utilisation de projectiles de haute énergie concerne la possible transmutation des noyaux de la cible ; pour rester dans le cadre d'analyses « non-destructives » et ne pas activer l'échantillon au-delà d'un niveau acceptable (dépendant de la nature de l'objet à étudier), il faut contrôler cette éventuelle activation et utiliser des intensités faisceaux et des temps d'irradiation les plus faibles possibles en regard de la sensibilité attendue. Cela dit, pour certaines applications et si l'échantillon le permet, la détection par spectrométrie hors ligne des gammas émis suite à une irradiation permet de compléter l'analyse PIXE, notamment pour les éléments situés en profondeur dans l'échantillon [147].

Dispositif expérimental

Notre banc expérimental a tout d'abord été équipé d'un détecteur de rayons X au germanium (LEGe de chez Canberra, fenêtre en béryllium et refroidi à l'azote liquide) et d'un porte échantillon permettant de passer plusieurs cibles (avec translation et rotation). Un blindage ad-hoc (multicouche Pb>Cu>Al) a rapidement était conçu pour diminuer la contribution du bruit de fond ambiant (voir Figure 84) [148]. La distance entre la cible et le détecteur peut varier entre 5 cm et 25 cm en fonction des conditions expérimentales (et notamment si un blindage est utilisé ou non).



Figure 84 – première version du banc expérimental PIXE à Arronax.

Ce dispositif a été complété depuis par l'adjonction d'un détecteur silicium de type SDD (Silicon Drift Detector) pour la détection des rayons X émis par les éléments légers et d'un détecteur germanium pour la détection des rayons gamma (PIGE, Particle Induced Gamma-ray Emission).

Le faisceau incident est extrait à l'air à travers une feuille de kapton (de 75 µm) et peut être mis en forme par différents collimateurs. La mesure du nombre de particules incidentes est effectuée grâce à différents moyens selon les conditions expérimentales (cage de Faraday si le faisceau traverse la cible, chambre d'ionisation ou mesure des rayons X émis par une feuille moniteur ou l'argon de l'air en amont de la cible). Le faisceau présente typiquement un profil de quelques millimètres de diamètre et une intensité inférieure à 1 nA.

La variété des différents faisceaux disponibles à ARRONAX nous permet d'adapter la particule utilisée et son énergie en fonction de l'application et des caractéristiques recherchées. D'une façon générale, les protons seront privilégiés pour les études « en profondeur » dans des cibles épaisses (en raison de leur parcours élevé, revoir Figure 82) et les particules alpha quand une bonne sensibilité (éléments traces) est souhaitée (meilleure section efficace de production de rayons X de type K, revoir la Figure 83)) ; les deutons seront quant à eux les mieux adaptés, du moins aux énergies disponibles à ARRONAX, à la méthode PIGE (plus grandes sections efficaces associées).

Analyse d'éléments traces par HEPIXE et limite de détection

Les premières analyses d'éléments traces que nous avons menées sont présentées dans l'article [149] reproduit à la fin de ce document et dans la thèse de Diana El Hajjar [148]. Elles concernent la comparaison d'échantillons de sodalite naturelle et de synthèse (fournis par l'Institut des matériaux Jean Rouxel de Nantes) un matériau dont l'origine des propriétés photochromiques n'est pas encore bien comprise. Cette étude a été menée en utilisant un standard de référence pour la quantification, ce qui permet de s'affranchir de la détermination précise d'un certain nombre de paramètres (en particulier l'efficacité de détection et la section efficace de production des rayons X). Le matériau de référence doit présenter des

caractéristiques et une composition des éléments majeurs proches de celui étudié pour minimiser les effets d'auto-absorption des rayons X par les éléments de la matrice (en cible épaisse). Nous avons donc utilisé le standard IAEA RM SL1 (sédiment de lac), une matrice proche de celle des sodalites, contenant en certain nombre d'éléments mineurs et traces dont la concentration est certifiée.

Nous avons choisi un faisceau de particules alpha de 68 MeV pour atteindre la meilleure sensibilité possible. Ces analyses nous ont permis d'identifier un certain nombre d'éléments présents dans les échantillons, de les quantifier jusqu'au niveau de la ppm (mg.kg⁻¹) et de comparer les compositions des échantillons naturels et de synthèse.

Ces premières expériences nous ont également permis de déterminer la limite de détection¹² de notre méthode ; ou plutôt la limite de détection dans cette configuration expérimentale et pour ce type de matrice. La Figure 85 présente la limite de détection en fonction du numéro atomique de l'élément à détecter dans une matrice de type sédiment de lac, avec le détecteur LEGe situé à 16 cm de la cible à un angle de 135° par rapport à la direction du faisceau, dans l'air, pour des protons et particules alpha autour de 70 MeV.

Nous constatons bien que la limite de détection est meilleure avec les particules alpha qu'avec les protons (section efficace de production de rayons X plus importante et bruit de fond moins important) et que l'on atteint une limite de détection de l'ordre de la ppm pour les éléments de numéro atomique Z « intermédiaire » (entre 25 et 60). La remontée de cette limite de détection pour les faibles Z est principalement due à l'absorption des rayons X dans toute matière entre le point d'émission et la zone active du détecteur (cible, air, fenêtre d'entrée du détecteur) et au faible rendement de fluorescence pour les éléments légers ; la remontée (moins marquée) de cette limite de détection pour les éléments les plus lourds correspond à la baisse de la sections efficace de production des rayons X (revoir Figure 83).



Figure 85 – limite de détection dans une matrice de type sédiment de lac IAEA RM SL-1 (pastille de 500µm d'épaisseur, détecteur LEGe avec blindage à 16 cm de l'échantillon)

Cette limite de détection étant dépendante des conditions expérimentales, nous pouvons l'améliorer si besoin, notamment pour les éléments légers, en diminuant la distance cible détecteur et en utilisant un détecteur avec une meilleure efficacité pour les rayons X de faible énergie (<3keV).

¹² Nous considérerons qu'un élément A est détectable si le nombre de coups N_A dans le pic qui le caractérise est tel que $N_A \ge 3\sqrt{N_B}$ où N_B est le nombre de coups dans la contribution du bruit de fond sous ledit pic [108].

Analyse d'échantillons épais et multicouches

Nous l'avons déjà souligné, un des intérêts majeurs de la méthode PIXE à haute énergie est de pouvoir analyser des échantillons épais. Nous allons illustrer cette capacité avec la détermination de la composition stœchiométrique, la densité et l'épaisseur d'un alliage de nickel/gallium électrodéposé sur un support en or. Ce développement se fait dans le cadre de la conception de cibles pour la production à Arronax de ⁶⁸Ge, père du ⁶⁸Ga, émetteur β^+ pour l'imagerie TEP (générateur ⁶⁸Ge/⁶⁸Ga) [150].

Pour cette application, nous utilisons un faisceau de protons de 70 MeV pour leur grand parcours dans la matière et leur section efficace de production de rayons X quasiment constante sur de grandes épaisseurs.

Le spectre en énergie des rayons X détectés est représenté sur la Figure 86, accompagné d'une photographie du dépôt. On distingue les raies K_{α} et K_{β} des trois éléments : nickel, gallium et or.



Figure 86 – spectre des rayons X émis par un alliage nickel/gallium (électrodéposé sur un substrat d'or) irradié par des protons de 70 MeV (détecteur LEGe à 25 cm de la cible).

La fraction massique en nickel et gallium ainsi que la densité de l'alliage sont déterminées par un calcul itératif basé sur les intensités détectées des raies K de ces deux éléments ; l'épaisseur de l'alliage est ensuite déterminée grâce à l'atténuation des raies K de l'or du support. Les résultats obtenus pour la stœchiométrie sont présentés dans le Tableau 8, où ils sont comparés à deux autres méthodes, destructives et/ou surfaciques. Les résultats obtenus sont en bon accord. La masse volumique obtenue est 6,9 g.cm⁻³ et l'épaisseur de l'alliage 317 ± 32 µm.

Elément	HE PIXE [%]	ICP-AES [%]	MEB/EDX [%]
Ni	34,81 ± 0,7	34,15 ± 0,4	34,04 ± 0,3
Ga	65,19 ± 0,8	65,85 ± 1,6	65,96 ±1,3

Tableau 8 – pourcentages massiques en nickel et gallium obtenus par trois méthodes différentes (dont HE PIXE).

Nous avons également développé le même type de méthodes itératives pour l'analyse d'échantillons multicouches type « sandwich ». Un exemple est présenté dans l'article [149] reproduit à la fin de ce document où nous avons pu déterminer « à l'aveugle » la constitution (ordre et épaisseur des couches) d'un assemblage test constitué d'une feuille de titane (130 µm), suivie d'une feuille d'argent (50 µm) puis d'une feuille d'or (10 µm). Pour des échantillons plus complexes, des irradiations à différents angles d'incidence permettent de modifier l'épaisseur apparente des couches de l'échantillon vue par le faisceau, mais surtout par les rayons X émis avant qu'ils n'atteignent le détecteur, modifiant ainsi leurs taux d'atténuation. Il est alors possible de déterminer la nature et l'épaisseur de couches dans des assemblages, même « derrière » des couches d'éléments (légers) non détectables (dans nos conditions expérimentales). Un exemple d'analyse est présenté dans l'article Subercaze et al. [151]. Nous avons pu identifier la présence, la position et l'épaisseur des couches de titane et d'argent dans un échantillon multicouches
« idéal » (aluminium, titane, aluminium, argent) réalisé à partir de feuilles de matériaux purs. Bien que l'aluminium n'ait pas été détecté (voir spectre de la Figure 87), la présence de ces deux couches a un impact sur les rayons X (émis par les atomes de titane et d'argent) qui les traversent. L'analyse des rapports K_{α}/K_{β} pour le titane et l'argent pour deux angles de détection (3° et 45°) a permis de remonter à l'épaisseur de leurs couches (de l'ordre de 10 µm chacune), à leur séquence (l'argent « derrière » le titane) et au fait qu'il y avait un « autre » matériaux devant l'assemblage et entre les deux couches. Pour détecter les éléments légers et/ou améliorer les performances de ces méthodes, nous pouvons également utiliser l'information additionnelle des rayons gamma émis [152].



Figure 87 – spectre des rayons X détectés suite à l'irradiation d'une cible multicouche (aluminium, titane, aluminium, argent) par des protons de 68 MeV pour un angle de 3° entre le détecteur LEGe et la normale à la cible ; la cible est précédée d'un feuille de cuivre de 2μm pour mesurer le nombre de particules incidentes.

Analyse des éléments légers et matériaux hétérogènes (granulaires)

Pour améliorer l'analyse des éléments légers, nous avons ajouté un détecteur de rayons X de type *silicon drift detector* (SDD) qui présente une meilleure efficacité aux rayons X entre 1 et 3 keV et est plus compact, ce qui permet de le positionner plus près de la cible (< 5 cm). Ceci nous permet de gagner en sensibilité pour les éléments de numéro atomique compris entre Z=11 et Z=20 (voir spectre de la Figure 88) ;



Figure 88 – spectre des rayons X émis par un sable volcanique (de La Réunion) irradié par des deutons de 16 MeV (détecteur SDD situé à 2,5 cm de la cible).

Pour les éléments plus légers que le sodium (Z=11), la très faible énergie des rayons X qu'ils émettent ne permet pas leur détection et leur identification, du fait de leur très forte absorption (a fortiori pour des expériences dans l'air et non sous vide). Pour détecter les éléments très légers, comme le carbone, l'azote ou l'oxygène, il faut alors utiliser la méthode PIGE qui peut permettre leur identification grâce aux rayons gamma émis suite à des réactions ou excitations nucléaires. Cependant, les sections efficaces nucléaires

étant bien plus faibles, la sensibilité sera moins bonne qu'avec PIXE. La Figure 89 représente des spectres de rayons gamma émis par deux échantillons de sables différents, fournis par des équipes de l'IFSTTAR et du CEREMA. Les éléments principaux du sable, le silicium et l'oxygène, sont détectés via les réactions identifiées dans le tableau reproduit sur la figure. Comme indiqué précédemment, nous avons choisi ici les deutons de 16 MeV car ce sont les projectiles délivrés à Arronax qui présentent les plus grandes sections efficaces de production de rayons gamma avec les éléments légers.



Figure 89 – spectre des rayons gamma émis par un sable volcanique (de La Réunion) et un sable plus « pur » (de Fontainebleau) irradiés par des deutons de 16 MeV (détecteur Ge à 1 m de la cible).

Une analyse PIXE/PIGE est en cours pour étudier l'effet de la taille des grains et de l'humidité (présence d'eau) sur les mesures [153]. Nous avons premièrement déterminé la composition du sable volcanique : les éléments majeurs (Si, O) par PIGE, puis les autres éléments par méthode PIXE itérative. En utilisant différents projectiles (protons 70 MeV et deutons 16 MeV), nous pouvons de plus remonter à la fois à la densité (nombre d'atomes par unité de volume) et à la fraction massique des éléments. Nous avons ensuite montré que l'humidité en surface avait une influence sur la mesure, dépendante de la taille des grains ; cette étude va être poursuivie dans le cadre de la collaboration avec l'IFSTTAR et le CEREMA, notamment dans le but de comparaison avec et de caractérisation de la technique P-XRF (*portable X-ray fluorescence*), habituellement utilisée dans le cadre de l'analyse des sols.

Sections efficaces d'ionisation avec des projectiles de haute énergie

Les différentes mesures que nous venons de présenter sont réalisées grâce à des méthodes relatives en utilisant des échantillons de référence pour la quantification. Pour effectuer une quantification absolue, il est nécessaire de maîtriser tous les paramètres expérimentaux (efficacités de détection, distances, angles, angles solides, matériaux traversés,...) mais aussi de connaître parfaitement les sections efficaces d'ionisation, rendements de fluorescence et intensités relatives de raie pour les différents éléments et pour les différents projectiles incidents (nature et énergie). Si les sections efficaces d'ionisations sont bien connues à basse énergie et paramétrées dans des logiciels comme ISICS [144] et utilisées dans GUPIX [132], leur extrapolation pour des projectiles de plus haute énergie peut poser question. Si l'extension de GUPIX pour des protons jusqu'à 100 MeV a bien été implémentée [154], seules quelques séries de valeurs expérimentales ont été mesurées, pour quelques éléments, et notamment autour de 68 MeV [140] [155]. Le travail de thèse de Mostafa Hazim (en cours) consiste à déterminer les paramètres nécessaires pour une quantification absolue, en particulier les efficacités de détection et les sections efficaces d'ionisation des couches K dans nos domaines d'énergie.

Concernant l'efficacité intrinsèque du détecteur LEGe, nous l'avons déterminée en ajustant les paramètres du modèle proposé dans l'article [156] avec des données obtenues avec notre banc expérimental (voir Figure 90 à gauche) en utilisant des sources radioactives certifiées en lieu et place de la cible et à partir des caractéristiques du détecteur fournies, mesurées ou estimées (taille du cristal, fenêtre d'entrée, zone morte, géométrie, etc.). À ces fins, une radiographie de la tête de détection a été effectuée (voir Figure 90 à droite) avec le tomographe à rayons X de notre plateforme CND multi-modalité.



Figure 90 –configuration expérimentale pour la mesure de l'efficacité de détection (détecteur LEGe à 20 cm en face de la cible et des sources (à gauche) ; radiographie du détecteur LEGe (à droite).

La Figure 91 présente l'efficacité de détection ainsi obtenue avec le détecteur LEGe situé à 20 cm en face d'une cible. On retrouve bien la bonne efficacité intrinsèque du détecteur (proche de 100%) entre 20 et 60 keV) et qui reste tout à fait acceptable au-delà (rayons X de type K du plomb autour de 80 keV) ; pour les plus basses énergies, on note l'effet de la couche morte et de l'échappement pour le germanium autour de 10 keV et une chute de l'efficacité pour les énergies inférieures. Nous avons déjà mentionné que pour détecter les rayons X d'énergie de l'ordre du ou de quelques keV, les détecteurs silicium sont plus adaptés.



Figure 91 – détermination de l'efficacité de détection du LEGe à 20 cm en face d'une cible.

Concernant les sections efficaces d'ionisation des couches K, les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 92 pour différents éléments cibles (titane, cuivre, argent et or) ; nos mesures à partir de la détection de différents rayons X de type K (selon la cible) sont comparés à des données de la littérature et à des calculs avec ISICS, de types PWBA (Plan wave Born Approximation) et ECPSSR (Energy-loss Coulomb-repulsion Perturbed-Stationary-State Relativistic theory) qui permet de prendre en compte certains termes correctifs [144].

En première approche, nous observons un bon accord global entre nos points expérimentaux, ceux de la littérature et les calculs ECPSSR pour les protons de basses énergies (< 10 MeV); pour les énergies incidentes les plus élevées (70 MeV), nos données sont bien reproduites par les calculs RECPSSR, mais diffèrent (sauf pour l'or) des quelques données expérimentales existantes. Pour les énergies

intermédiaires, les calculs s'éloignent sensiblement des données. Ces travaux autour des sections efficaces d'ionisation à haute énergie vont se poursuivre afin d'affiner les mesures, les calculs théoriques et de mieux comprendre les écarts observés.



Figure 92 – sections efficaces d'ionisation de la couche K du titane (Ti), du cuivre (Cu), de l'argent (Ag) et de l'or (Au) en fonction de l'énergie du proton incident ; les valeurs obtenues à partir des mesures faites à Arronax dans le cadre de la thèse de M. Hazim, référencées "this work" [157], sont comparées aux valeurs expérimentales déjà publiées et à des modèles.

Perspectives pour les analyses par faisceaux d'ions

Nous avons engagé un programme scientifique autour de l'analyse par faisceaux d'ions à Arronax. Nous avons déjà obtenu un certain nombre de résultats, et montré l'intérêt d'utiliser toute la gamme de faisceaux disponibles : les protons pour leur grand parcours et les particules alphas pour leur sensibilité (meilleure section efficace de production de rayon X de type K) en PIXE, et les deutons pour PIGE. Nous allons maintenant continuer de faire évoluer la plateforme (ajout d'un détecteur LaBr pour la détection de rayons gamma, etc.) pour pouvoir engager de nouvelles collaborations sur des applications bien ciblées (objets d'art, archéologie, géologie, industrie, etc.), en relation avec les points forts de nos méthodes : matériaux épais et /ou multicouches. En parallèle, nous allons continuer notre programme fondamental de mesure de sections efficaces de production de rayons X et gamma, et développer des méthodes pour atteindre les profils de concentration en profondeur.

Dosimétrie et Radiobiologie

Ces travaux ont notamment été menés dans le cadre des stages de master 2 de **Coralie Le Deroff** (2012), **Lucas Schwob** (2013), **Gaëtan Le Nezet** (2014) et **Antoine Basset** (2015).

La radiothérapie pour le traitement de tumeurs cancéreuses n'a cessé de se développer depuis la découverte des rayons X et de la radioactivité ; de nos jours, la radiothérapie externe par faisceaux de rayons X produits par accélérateurs linéaires (linac) est la technique la plus utilisée, avec des développements technologiques innovants permettant d'adapter les traitements et d'améliorer l'irradiation des tumeurs en limitant la toxicité sur les organes sains et/ou à risques. Cependant, l'utilisation de particules plus ionisantes que les rayons X doit également être envisagée, que ce soit en radiothérapie externe (avec faisceaux de particules) ou interne (avec radionucléides). On parle ici d'électrons (β - ou électrons Auger), mais aussi de protons ou de particules alpha, voire d'ions plus lourds comme le carbone (les neutrons sont parfois utilisés pour des applications bien spécifiques). En effet, ces particules très ionisantes vont avoir des propriétés et comportements très différents des photons, depuis leur mode d'interaction avec la matière (transfert d'énergie linéique (TEL), courbe de Bragg, etc.) jusqu'à leur efficacité biologique (efficacité biologique relative ou RBE, effet oxygène, etc.).

À Nantes, des équipes du CRCNA mènent depuis de nombreuses années des travaux de recherche autour de la radiothérapie externe (équipe 14 « Radiobiologie et ciblage de l'endothélium » de F. Paris) et de la radiothérapie interne vectorisée (équipe 13 « Recherche en Oncologie Nucléaire » de F. Kraeber-Bodéré et M. Chérel). Ces recherches visent notamment à mieux comprendre la réponse biologique induite, dans les cellules, tumeurs et tissus sains, après irradiations.

Dans le cadre d'ARRONAX et de la plateforme 4 du projet ArronaxPlus, nous nous sommes rapprochés de ces équipes pour développer des collaborations autour de l'utilisation des faisceaux délivrés par le cyclotron dans le cadre d'études de radiobiologie pour l'hadronthérapie. Si l'étude des effets biologiques concerne essentiellement les biologistes, notre contribution en tant que physiciens concerne le contrôle du faisceau et des paramètres d'irradiation, et notamment de la dose délivrée. Une des problématiques de base en radiobiologie concerne la quantification des effets des irradiations sur les cellules. Les courbes de survie cellulaire en fonction de la dose sont un des moyens couramment utilisés. Des exemples de telles courbes sont présentés sur la Figure 93. Nous pouvons notamment y voir une illustration du modèle linéaire quadratique dont les paramètres α et β permettent de reproduire le comportement de ces courbes de survie cellulaire [158], et étudier le fractionnement de la dose [159].



Figure 93 – courbes de survie en fonction de la dose pour des cellules soumises à des photons (x-ray) et à des particules ('particle', 'neutrons' or ' α -rays') ; illustration du modèle linéaire quadratique d'après [160] et références incluses (à gauche) et de la définition de l'efficacité biologique relative ou RBE (à droite) [161].

Sur cette Figure 93, nous pouvons remarquer que, pour une dose équivalente, l'effet délétère des rayonnements est bien plus important (survie cellulaire bien plus faible) avec des particules qu'avec des photons ; ce phénomène est quantifié par l'efficacité biologique relative ou RBE, qui est le rapport entre la dose à délivrer en photons sur celle à délivrer en particules pour obtenir un même effet. Ceci est relié au transfert d'énergie linéique (TEL) qui caractérise l'interaction de la particule incidente avec la matière.



Figure 94 –efficacité biologique à 50% (courbe 1) et 1% (courbe 2) de survie cellulaire (culture de cellules humaines de rein) et effet oxygène (courbe a) en fonction du transfert d'énergie linéique (LET) dans le cas de deutons et particules alpha [162].

Sur la Figure 94, cette dépendance du TEL sur les effets biologiques est mise en évidence [162]. Pour les faibles TEL (région I), l'efficacité biologique relative (RBE) est proche de 1 et l'effet des particules est proche de celui des photons ; lorsque le TEL augmente (région II), la RBE augmente du fait de la densité d'ionisation plus importante, pour atteindre un maximum pour un TEL autour de 100 keV/ μ m ; augmenter encore le TEL (région III) n'a plus d'intérêt car la densité d'ionisation dans les cellules est déjà suffisante pour la détruire (« *overkill effect* ») et l'excès d'énergie n'est donc pas « utilisé », faisant diminuer la RBE.

La courbe (a) de cette même Figure 94 représente l'effet oxygène (oxygen enhancement ratio ou OER), qui est défini comme le rapport entre la dose nécessaire pour provoquer un certain effet lorsque la cellule est en hypoxie¹³ à la dose nécessaire pour produire le même effet lorsque la cellule est normalement oxygénée. Lorsque cet OER est proche de 1, le pouvoir de destruction des cellules est le même, que la cellule soit oxygénée ou non ; c'est le cas avec des particules de fort TEL (autour de 100 keV/µm). En revanche, avec des particules de plus faible TEL (ou des photons), la dose à apporter devra être plus élevée (jusqu'à un facteur 4) que celle nécessaire pour des cellules normalement oxygénées.

Ces deux effets, complémentaires dans le cas de cellules hypoxiques, mettent en avant l'intérêt des particules à fort TEL, qui nécessitent des doses bien plus faibles que les photons (ou particules à faibles TEL) pour obtenir les mêmes effets.

Etude de la réponse de films radiosensibles Gafchromic

Les films radiosensibles de type Gafchromic sont couramment utilisés pour les contrôles de dosimétrie, notamment avec les faisceaux de photons. Ces films s'obscurcissent lors de leur interaction avec des rayonnements ionisants et la mesure de la densité optique résultante permet de remonter à la dose, après étalonnage. Cette mesure est effectuée avec un scanner (de bureautique) performant en respectant un protocole de lecture établi. Nous avons premièrement étudié les films radiosensibles de type Gafchromic EBT2, en comparant leur réponse à des particules alpha de 48,3 MeV délivrés par le cyclotron ARRONAX à celle de photons issus d'un accélérateur linéaire clinique (6 MV NOVALIS, BrainLab) de l'Institut de Cancérologie de l'Ouest (ICO) René Gauducheau. Un système de feuille mince de cuivre (moniteur) est utilisé pour estimer indépendamment la dose (après calibration) en mesurant les rayons X émis lors du passage du faisceau (cf. PIXE). La courbe de réponse en dose (densité optique) des films présente un effet de saturation pour les particules alpha, en comparaison avec les photons de haute énergie, à peu près du

¹³ Les tumeurs solides, souvent caractérisées par leur vascularisation très hétérogène, contiennent de larges régions ayant une faible pression partielle en oxygène et donc des cellules en condition d'hypoxie.

même ordre de grandeur (efficacité relative RE \approx 0,5 à 0,6) sur la gamme de doses investiguée (de 0,1 à 15 Gy) [163]. Cet effet avait déjà été observé avec des ions carbone par Martisikova et Jäkel [164].

Nous avons ensuite souhaité faire varier le transfert d'énergie linéique des particules alpha incidentes pour étudier son effet sur la réponse des films. Nous avons utilisé le dispositif expérimental présenté sur la Figure 95 en constituant un *stack* (empilement) de films de dernière génération (EBT3) présentant une meilleure stabilité. Ce dispositif a été conçu pour pouvoir obtenir différentes valeurs de TEL, sur le plateau pour les premiers films et au niveau du pic de Bragg pour le dernier. Les valeurs de TEL au niveau des zones actives des 5 films sont présentées sur la Figure 96.



Figure 95 – dispositif d'irradiation d'un « stack » de films Gafchromic EBT3.



Figure 96 – énergie des particules alpha dans chacune des zones actives des 5 films Gafchromic du stack (calculs SRIM [143]) ; la configuration est conçue pour que le dernier film corresponde au (début du) pic de Bragg.

Nous pouvons constater sur la Figure 97 que, si la réponse pour les premiers films (TEL relativement faible et constant sur le plateau) est sensiblement la même, la réponse au niveau du pic de Bragg (TEL de l'ordre de 72 keV/µm) est bien différente et présente un effet de saturation : il faut des doses plus importantes pour obtenir la même densité optique. Les particules à fort TEL vont provoquer une densité d'ionisation très importante autour de la trace ; on peut supposer que localement, il peut y avoir des recombinaisons ou que la réponse du film sature et qu'une bonne partie de l'énergie déposée est « perdue » et ne sert plus à activer la zone sensible du film (qui l'a déjà été). De travaux se poursuivent autour de cette étude, en comparant notamment la réponse des films à différents rayonnements et particules incidentes et pour différents TEL. L'efficacité relative RE des films (par rapport à des photons de haute énergie) va être déterminée pour des électrons (à l'ICO), photons de basse énergie (25kV et 225kV à l'ICO et au GANIL), protons et alpha (à Arronax) et ions carbone (au GANIL).



Figure 97 – densité optique mesurée sur les films Gafchromic du stack en fonction de la dose absorbée pour un faisceau incident de particules alpha ; chaque film correspond à un TEL différent et est comparé à un film de référence (résultats préliminaires).

Vers une dosimétrie en ligne

Nous avons également orienté nos travaux vers le développement de moyens de mesure en ligne de la dose déposée lors d'irradiations sous faisceau. Si l'utilisation d'une feuille moniteur émettrice de rayons X comme présenté précédemment peut être utilisée pour mesurer le nombre de particules incidentes, nous envisageons d'étudier des méthodes utilisant directement les émissions (X et/ou visible) du milieu soumis à l'irradiation, qui ont l'avantage d'être totalement non intrusives et de fournir directement l'information insitu. Nous avons publié une première étude présentant une mesure basée sur la détection du rayonnement de freinage (bremsstrahlung) émis par le milieu lors de l'interaction d'un faisceau incident [165]. Les expériences ont été faites sur du PMMA¹⁴ soumis à des particules alpha de 68 MeV à Arronax (63 MeV à l'entrée de la cible). La cible était, là encore, précédée d'une mince feuille de cuivre (2 µm) pour la détermination de l'intensité faisceau. Les rayons X émis par la cible (et la feuille de cuivre) étaient mesurés par un détecteur LEGe situé à 6,5 cm. Le spectre obtenu est présenté sur la Figure 98 : à gauche le spectre brut ; à droite le spectre du bremsstrahlung émis par le PMMA extrait après soustraction des contributions de la feuille de cuivre et de l'argon de l'air. Un modèle comprenant les différentes contributions du bremsstrahlung (des électrons secondaires SEB, des électrons quasi-libre QFEB et atomique AB, voir [145]) a été construit et reproduit bien le spectre expérimental. À partir de ce modèle, nous avons pu estimer le nombre de photons de bremsstrahlung qui seraient détectés par un détecteur SDD (Silicon Drift Detector) à 2cm de la cible ; dans une cible épaisse (centaines de μ m) de PMMA, ce spectre comporterait environ 1000 photons par gray, ce qui rend envisageable une mesure directe de la dose par cette méthode. D'autres investigations sont en cours pour étudier la contribution des rayonnements de fluorescence émis dans le domaine du visible (et/ou proche UV) par une cible irradiée (typiquement de l'eau).

¹⁴ poly(methyl methacrylate)



Figure 98 – spectres du rayonnement X émis par une cible de PMMA dans l'air, précédée d'une feuille de cuivre de 2 μm, soumise à un faisceau de particules alpha de 63 MeV (détecteur LEGe) ; à gauche le spectre brut, à droite le spectre (et les composantes modélisées) du bremsstrahlung dans le PMMA après soustraction des contributions du cuivre et de l'argon de l'air.

De l'irradiation de cellules...

En 2015, les premières irradiations de cellules vivantes à Arronax ont été réalisées en collaboration avec l'équipe du Pr Cherubini (Laboratori Nazionali di Legnaro, INFN, Italie). Des cellules (Chinese Hamster V79) ont été irradiées avec des protons de 66 MeV, selon différentes doses. Un exemple de courbe de survie obtenue est présenté sur la Figure 99. Cela nous a permis de valider notre dispositif et notre maitrise du faisceau sur des cellules connues, dans des conditions *a priori* connues.



Figure 99 – courbe de survie de cellules « Chinese Hamster V79 » après irradiation par des protons de 66 MeV à Arronax (cf. R. Cherubini, communication privée, préliminaire).

Des développements sont en cours pour l'irradiation de cellules vivantes à Arronax pour des expériences de radiobiologie, en collaboration avec le CRCNA, incluant l'installation d'un microscope de fluorescence time lapse pour observations sous faisceau.

Perspectives pour la radiobiologie

Nous sommes partie prenante de programmes scientifiques et de collaborations autour de recherches en radiobiologie sous faisceau à Arronax. L'étude des films radiosensibles va se poursuivre avec pour objectif une comparaison exhaustive de leur réponse à différents rayonnements (photons, électrons, protons, particules alpha, ions) et différentes énergies et TEL. Les développements autour d'outils de dosimétrie en ligne vont également se poursuivre, tout comme le développement d'outils pour l'irradiation de matière vivante (cellules, petites animaux) à Arronax. Nous envisageons de mener des projets en collaboration avec d'autres équipes, radiobiologistes et physiciens, autour de problématiques liées à la radiothérapie et notamment la hadronthérapie (Dose ? Débit de dose ? TEL ? Fractionnement ?...). Des projets ont déjà été rédigés et des discussions engagées, notamment dans le cadre du GDR MI2B (avec Caen, Lyon et Strasbourg, en plus des forts liens locaux avec le CRCNA et l'ICO René Gauducheau). Une grande partie des approches expérimentales déployées pour les analyses par faisceaux d'ions et pour les outils pour la radiobiologie sont liées, et développées conjointement dans le cadre de la plateforme 4 « étude de la matière inerte et vivante sous irradiation » du projet ArronaxPlus.

Conclusion générale sur les travaux et projets scientifiques

J'ai tenté de présenter dans ces quelques pages vingt ans de mes recherches autour des interactions d'ions, particules et rayonnements avec la matière, pour des problématiques de recherches fondamentales et plus appliquées. J'ai volontairement mis l'accent sur les développements expérimentaux, peut-être au détriment de « la physique ». C'est le fil conducteur que j'ai choisi pour ce document, mais c'est effectivement celui qui m'a guidé lors de mes différentes activités. J'ai appris énormément au début de ma carrière, au niveau scientifique et technique, mais aussi quant au fonctionnement des grandes collaborations internationales et des grands projets à (très) longs termes. Je suis admiratif de la persévérance de certains chercheurs qui peuvent poursuivre leur même quête scientifique pendant plusieurs dizaines d'années, mais pour ce qui me concerne,... ma curiosité est souvent plus forte que ma patience ! C'est pourquoi, au lieu de suivre une ligne toute tracée, j'ai parfois choisi des « chemins de traverse » pour conduire mes recherches. Mais je me suis nourri de ces différentes communautés rencontrées (physique nucléaire, physique des hautes énergies, R&D détecteurs, recherche plus industrielle autour du CND, analyse de matériaux, physique/biologie/médicine,...) et de leurs différentes approches scientifiques pour mener mes recherches actuelles, à la frontière de plusieurs disciplines. En tant qu'enseignant-chercheur, j'ai également essayé, autant que possible, de mettre en adéquation mes activités de recherche et d'enseignement (voir CV détaillé ci-après).

Je mène donc actuellement au sein du groupe PRISMA de SUBATECH des travaux de recherche autour de l'utilisation des faisceaux d'ARRONAX pour des applications en santé et matériaux. Nous utilisons ces faisceaux pour étudier les meilleures voies de production pour des radio-isotopes innovants pour l'imagerie médicale et/ou la thérapie, notamment en mesurant leurs sections efficaces de production avec des projectiles non conventionnels. Ces données viennent compléter les bases existantes et permettent de mieux contraindre les modèles théoriques. Nous développons également des méthodes d'analyses par faisceaux d'ions en tirant partie des caractéristiques des faisceaux « de haute énergie » d'ARRONAX (jusqu'à 70 MeV). Ces méthodes (PIXE et PIGE) sont particulièrement adaptées à l'analyse de matériaux épais et/ou multicouches. Nous étendons notre approche et transposons les méthodes développées à la dosimétrie en ligne pour des collaborations autour d'applications en radiobiologie pour la hadronthérapie.

Dans les prochaines années, je vais continuer à contribuer au développement de ces trois axes, avec l'étude de nouveaux radio-isotopes prometteurs (émetteurs Auger, paires pour la théranostique), l'adaptation et l'utilisation de nos techniques d'analyses par faisceaux d'ions pour des applications ad-hoc (peintures et objets d'art, objets manufacturés et pièces industrielles) et le développement de nos outils dosimétriques pour des irradiations de cultures de cellules, voire de petits animaux à ARRONAX.

Mais la route est encore longue et qui sait si, une fois ces développements aboutis, je ne suivrai pas d'autres chemins de traverse...

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] W. Herschel, "Experiments on the Refrangibility of the Invisible Rays of the Sun," *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, vol. 90, pp. 284-292, 1800.
- [2] D. Das and for the ALICE Collaboration, "Performance and First Physics Results of the ALICE Muon Spectrometer," *Nuclear Physics A*, vol. 862-863, pp. 223-230, 2011.
- [3] A. Lavoisier, *Traité élémentaire de chimie, Présenté dans un ordre nouveau, et d'après les découvertes modernes, Tome Premier*. Paris: Cuchet, Libraire, 1789.
- [4] H. Poincaré, "La Théorie de Lorentz et le principe de réaction," *Archives néerlandaises des sciences exactes et naturelles*, vol. 5, pp. 252-278, 1900.
- [5] A. Einstein, "Das Prinzip von der Erhaltung der Schwerpunktsbewegung und die Trägheit der Energie (The Principle of Conservation of Motion of the Center of Gravity and the Inertia of Energy)," Annalen der Physik, vol. 20, pp. 627-633, 1906.
- [6] W.C. Röntgen, "On a new kind of rays," Nature, vol. 53, pp. 274-276, 1896.
- [7] H. Becquerel, "Sur les radaitions invisibles émises par les corps phosporescents," *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, vol. 122, pp. 501-503, 1896.
- [8] P. Curie and M. Curie, "Sur une substance nouvelle radioactive, contenue dans la pechblende," Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, vol. 127, pp. 175-178, 1898.
- [9] H. Geiger and E. Marsden, "On a Diffuse Reflection of the α-Particles," *Proc. Roy. Soc.*, vol. 82, pp. 495-500, 1909.
- [10] E. Rutherford, "The scattering of α and β particles by matter and the structure of the atom," *Philosophical Magazine Serie 6*, vol. 21, pp. 669-688, 1911.
- [11] E. Rutherford, "Collision of alpha Particles with Light Atoms. IV. An Anomalous Effect in Nitrogen," *Phil. Mag.*, vol. 37, pp. 581-587, 1919.
- [12] J. Chadwick, "The Neutron," Proc. Roy. Soc. A, vol. 142, p. 1, 1933.
- [13] E. Fermi, E. Amaldi, O. D'Agostino, F. Rasetti, and E. Segrè, "Artificial Radioactivity produced by Neutron Bombardment," *Proc. Roy. Soc. A*, vol. 146, p. 483, 1934.
- [14] K. Wideröe, "Uber ein neues Prinzip zur Herstellung hoher spannungen," Arch. Elektrotech., vol. 21, pp. 387-406, 1928.
- [15] J. D. Cockcroft and E. T. S. Walton, "Experiments with High Velocity Positive Ions," Proc. Roy. Soc. A, vol. 129, pp. 477-489, 1930.

- [16] E. O. Lawrence and M. S. Livingdton, "The production of High speed light ions without the use of high voltages," *Phys. Rev.*, vol. 40, pp. 19-37, 1932.
- [17] E. Rutherford and H. Geiger, "An electrical method of counting the number of alpha particles from radio-active substances," *Proc. Roy. Soc.A*, vol. 81, pp. 141-161, 1908.
- [18] J. S. Townsend, *The theory of ionization of gases by collision*. London: Constable & Company Ltd, 1910.
- [19] H. Geiger and W. Muller, "Das elektronenzahlrohr i wirkungsweise und herstellung eines zahlrohrs," *Phys Zeit*, vol. 29, pp. 839-841, 1928.
- [20] C. F. v. Weizsäcker, "Zur Theorie der Kernmassen," Zeitschrift für Physik, vol. 96, pp. 431-458, 1935.
- [21] H. A. Bethe and R. F. Bacher, "Nuclear Physics A. Stationary States of Nuclei," *Reviews of Modern Physics*, vol. 8, pp. 82-229, 1936.
- [22] N. Bohr, "transmutations of Atomic Nuclei," Science, vol. 86, p. 161, 1937.
- [23] V. Weisskopf, "Statistics and Nuclear Reactions," Physical Review, vol. 52, pp. 295-303, 1937.
- [24] E. Suraud, C. Grégoire, and B. Tamain, "Birth, life and death of hot nuclei," *Progress in Particle and Nuclear Physics*, vol. 23, pp. 357-467, 1989.
- [25] E. V. Shuryak, "Quantum chromodynamics and the theory of superdense matter," *PHYSICS REPORTS*, vol. 61, no. 2, pp. 71-158, 1980.
- [26] H. H. Gutbrod, L. Luquin, and V. Métivier, "Recent results from the CERN lead beam experiments: How close have we come to the quark-gluon plasma?," *IL NUOVO CIMENTO*, vol. 111 A, no. 8-9, pp. 921-932, 1998.
- [27] I. N. Mishustin, "Possible links between the liquid-gas and deconfinement-hadronization phase transitions," *The European Physical Journal A*, vol. 30, pp. 311-316, 2006.
- [28] J. Bondorf, R. Donangelo, I. N. Mishustin, and H. Schulz, "Statistical Multifragmentation of nuclei (II). Application of the model to finite nuclei disassembly," *Nuclear Physics A*, vol. 444, pp. 460-476, 1985.
- [29] F. Karsch, "Lattice Results on QCD Thermodynamics," Nuclear Physics A, vol. 698, pp. 199c-208c, 2002.
- [30] D. Durand, E. Suraud, and B. Tamain, "Nuclear Dynamics in the Nucleonic Regime," *Series in Fundamental and Applied Nuclear Physics, CRC PRess*, 2000.
- [31] G. D. Westfall and al., "Nuclear Fireball Model for Proton Inclusive Spectra from Relativistic Heavy-Ion Collisions," *Physical Review Letters*, vol. 37, pp. 1202-1205, 1976.
- [32] N. Bohr, "Neutron Capture and Nuclear Constitution," Nature, vol. 137, pp. 344-348, 1936.
- [33] I. Gurevich, "Phase Transitions in Nuclear Matter," *Nature*, vol. 144, pp. 326-327, 1939.

- [34] L. G. Moretto, "Statistical emission of large fragments: a general theoretical approach," *Nuclear Physics A*, vol. 247, pp. 211-230, 1975.
- [35] J. Lukasik, J. Benlliure, V. Métivier, and al., "Dynamical effects and intermediate mass fragment production in periphera land semicentral collisions of Xe+Sn at 50 MeV/nucleon," *Physical Review C*, vol. 55, pp. 1906-1916, 1997.
- [36] E. Plagnol and al., "Dynamical Aspects of Fragment Production in Heavy Ion collisions.," *Nuclear Physics A*, vol. 654, pp. 815c-821c, 1999.
- [37] J. Pouthas and al., "INDRA, a 4π charged product detection array at GANIL," Nuclear instruments and Methods in Physics Research A, vol. 357, pp. 418-442, 1995.
- [38] J.C. Steckmeyer et al., "The phoswich detector array of the forward ring of INDRA," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 361, pp. 472-481, 1995.
- [39] D. Gourio and al., "Emission time scale of light particles in the system Xe+Snat 50 AMeV. A probe for dynamical emission?," *The European Physical Journal A*, vol. 7, pp. 245-253, 2000.
- [40] Ph. Eudes and al., "Proposition de programme expérimental sur INDRA," *Rapport Interne SUBATECH* 95-12, 1995.
- [41] E. Laesgaard, "Position-sensitive semiconductor detectors," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 162, pp. 93-111, 1979.
- [42] V. Métivier and al., "Mass scaling of reaction mechanisms in intermediate energy heavy ion collisions," *Nuclear Physics A*, vol. 672, pp. 357-375, 2000.
- [43] N. Marie and al., "A hot expanding source in 50 A MeV Xe + Sn central reactions," *Physics Letters B*, vol. 391, pp. 15-21, 1997.
- [44] M. Germain and al., "Evidence for dynamical proton emission," *Physics Letters B*, vol. 488, pp. 211-217, 2000.
- [45] C. O. Bacri and al., "Onset of vaporization for the Ar+Ni system," *Physics Letters B*, vol. 353, pp. 27-31, 1995.
- [46] M. F. Rivet and al., "Vaporization events from binary dissipative collisions," *Physics Letters B*, vol. 388, pp. 219-223, 1996.
- [47] Y.-G. Ma and al., "Surveying the nuclear caloric curve," *Physics Letters B*, vol. 390, pp. 41-48, 1997.
- [48] J. Pochodzalla and al., "Probing the Nuclear Liquid-Gas Phase Transition," *Physical Review Letters*, vol. 75, pp. 1040-1043, 1995.
- [49] J. B. Natowitz and al., "Caloric curves and critical behavior in nuclei," *Physical Review C*, vol. 65, p. 034618, 2002.

- [50] B. Borderie and al., "Constrained caloric curves and phase transition for hot nuclei," *Physics letters B*, vol. 723, pp. 140-144, 2013.
- [51] B. Borderie and M.F. Rivet, "Nuclear multifragmentation and phase transition for hot nuclei," *Progress in Particle and Nuclear Physics*, vol. 61, pp. 551-601, 2008.
- [52] R. Bougault and al., "The FAZIA project in Europe: R&D phase," *The European Physical Journal A*, vol. 50:47, 2014.
- [53] T. Matsui and H. Satz, "J/ψ suppression by quark-gluon plasma formation," PHYSICS LETTERS B, vol. 178, pp. 416-422, 1986.
- [54] A. Morsh and for the ALICE collaboration, "The ALICE Forward Muon Spectrometer at the LHC," *Nuclear Physics A*, vol. 638, pp. 571c-574c, 1998.
- [55] ALICE collaboration, "The Forward Muon Spectrometer of ALICE, Addendum to the Technical Proposal for A Large Ion ColliderExperiment at the CERN LHC," Technical Proposal CERN/LHCC/96-32, LHCC/P3-Addendum 1, 1996.
- [56] ALICE collaboration, "The ALICE experiment at the CERN LHC," JINST, vol. 3 S08002, 2008.
- [57] F. Carminati and the ALICE collaboration, "ALICE: Physics Performance Report, Volume I," *J. Phys. G: Nucl. Part. Phys.*, vol. 30, pp. 1517-1763, 2004.
- [58] B. Allessandro and the ALICE collaboration, "ALICE: Physics Performance Report, Volume II," J. Phys. G: Nucl. Part. Phys., vol. 32, pp. 1295–2040, 2006.
- [59] J.P. Cussonneau and al., "Tracking performances of several front absorber designs," ALICE/98-27 Internal Note/DIM, 1998.
- [60] J. P. Cussonneau and al., "CsI results of the absorber test experiment for the ALICE dimuon spectrometer," ALICE/96-33 Internal Note/DIM, 1996.
- [61] A. Baldit and al., "Test experiment for the beam shielding in ALICE," ALICE/96-14 Internal Note/DIM, 1996.
- [62] A. Morsch, P. Akishin, G. Chabratova, and et al., "The Meissner Shield as an Option of the Open Geometry Beam Shielding for ALICE Muon Arm," ALICE/99-44 Internal Note/DIM, 1999.
- [63] J.P. Cussonneau and al., "A Toroidal Magnet Option," ALICE 96-28 Internal Note/DIM, 1996.
- [64] J.P. Cussonneau and al., "Tracking performances of the dimuon spectrometer with a dipole magnet," ALICE/96-32 Internal Note/DIM, 1996.
- [65] J.P. Cussonneau and al., "Test of a MICROMEGAS Detector for the Muon Tracking Chambers of ALICE," ALICE 97-28 Internal Note/DIM, 1997.
- [66] J.P. Cussonneau and al., "An Integration of MICROMEGAS Based Muon Tracking Chambers in ALICE,"

ALICE/98-54 Internal Note/DIM, 1998.

- [67] R. Arnaldi and al., "The ALICE dimuon trigger: overview and electronics prototypes," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 456, pp. 126-131, 2000.
- [68] ALICE Collaboration, "Dimuon Forward Spectrometer," Technical Design Report CERN/LHCC/99-22, 1999.
- [69] R. Arnaldi and al., "The trigger of the ALICE dimuon arm: Architecture and detectors," *Nuclear Physics A*, vol. 661, pp. 712c-715c, 1999.
- [70] Y. Giomataris, Ph. Rebourgeard, J.P. Robert, and G. Charpak, "MICROMEGAS: a high-granularity position-sensitive gaseous detector for high particle-flux environments," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 376, pp. 29-35, 1996.
- [71] B. Alessandro and al., "A new measurement of J/ ψ suppression in Pb-Pb collisions," *The European Physical Journal C*, vol. 39, pp. 335-345, 2005.
- [72] A. Adare and al., "J/ ψ suppression at forward rapidity in Au + Au collisions at \sqrt{sNN} = 200 GeV ," *Physical review C*, vol. 84, p. 054912, 2011.
- [73] ALICE Collaboration, "Centrality, rapidity and transverse momentum dependence of J/ ψ suppression in Pb-Pb collisions at $\sqrt{sNN} = 2.76$ TeV," *Physics Letters B*, vol. 734, pp. 314-327, 2014.
- [74] ALICE Collaboration, "Suppression of Υ (1S) at forward rapidity in Pb-Pb collisions at $\sqrt{sNN} = 2.76 \text{ TeV}$," *Physics Letters B*, vol. 738, pp. 361-372, 2014.
- [75] Archana Sharma, "Properties of some gas mixtures used in tracking detectors," *ICFA Instrumentation Bulletin*, vol. 16, no. 3, 1998.
- [76] G. Charpak, R. Bouclier, T. Bressani, J. Favier, and C Zupancic, "The use of multiwire proportional counters to select and localize charged particles," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 62, pp. 262-268, 1968.
- [77] G. Hempel, F. Hopkins, and G. Schatz, "Development of parallel-plate avalenche counters for the detection of fission fragments," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 131, pp. 445-450, 1975.
- [78] Herbert Stelzer, "A large area parallel plate avalanche counter," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 133, pp. 409-413, 1976.
- [79] R. Santonico and R. Cardarelli, "Development of Resistive Plate Counters," Nuclear Instruments and Methods, vol. 187, pp. 377-380, 1981.
- [80] R. Cardarelli and R. Santonico, "Progress in resistive plate counters," Nuclear Instruments and MEthodes in Physics Research A, vol. 263, pp. 20-25, 1988.
- [81] V. V. Parkhomchuck, Yu. N. Pestov, and N. V. Petrovykh, "A spark counter with large area," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 93, pp. 269-270, 1971.

- [82] Yu. N. Pestov, "Status and future developments of spark counters with a localized discharge," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 196, pp. 45-47, 1982.
- [83] A. Oed, "Position-sensitive detector with microstrip anode for electron multiplication with gases," Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, vol. 263, pp. 351-359, 1988.
- [84] F. Sauli, "GEM: A new concept for electron amplification in gas detector," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 386, pp. 531-534, 1997.
- [85] R. Arnaldi and al., "A low-resistivity RPC for the ALICE dimuon arm," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 451, pp. 462-473, 2000.
- [86] R. Arnaldi and al., "Response of a resistive plate chamber to particles leaking latterally from a thick absorber," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 455, pp. 390-396, 2000.
- [87] R. Arnaldi and al., "Study of the resistive plate chambers for the ALICE dimuon arm," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 456, pp. 73-76, 2000.
- [88] R. Arnaldi and al., "Influence of temperature and humidity on bakelite resistivity," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 456, pp. 140-142, 2000.
- [89] J.P. Cussonneau et al., "Test of the spatial resolution of MIROMEGAS detectors," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 419, pp. 452-459, 1998.
- [90] J. P. Cussonneau and al., "2D localization using resistive strips associated to the Micromegas structure," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 492, pp. 26-34, 2002.
- [91] D. Thers et al., "New prospects on particle detection with a Parallel Ionization Multiplier (PIM)," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 535, pp. 562-565, 2004.
- [92] J. Beucher et al., "Parallel ionization multiplier: A gaseous detector dedicated to the tracking of minimum ionization particles," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 573, pp. 294-297.
- [93] L. Luquin et al., "Parallel Ionization Multiplier (PIM): application of a new concept of gaseous structure to tracking detectors," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 518, pp. 135-138, 2004.
- [94] J. Samarati et al., "b-Imaging with the PIM device," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 535, pp. 550-553, 2004.
- [95] Jérôme Samarati, "Développement et caractérisation d'un détecteur gazeux : application à l'autoradiographie bêta," Université de Nantes, Thèse de Doctorat 2006.
- [96] Jérôme Donnard, "Etude et conception d'un imageur β à très haute résolution spatiale," Université de Nantes, Thèse de Doctorat 2008.
- [97] C. Grignon et al., "Nuclear medical imaging using $\beta+\gamma$ coincidences from 44Sc radio-nuclide with liquid xenon as detection medium," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 571, pp.

142-145, 2007.

- [98] D. Thers et al., "A proposal for a high performance γ-camera based on liquid Xenon converter and gaseous photomultiplier for PET," in *Proceedings of XeSAT 2005 - Applications of Rare Gas Xenon to Science And Technology*, Waseda (Japan), 2005.
- [99] National Nuclear Data Center. (2016, Octobre) Chart of Nuclides. [Online]. http://www.nndc.bnl.gov/chart/
- [100] S. Pavageau, R. Dallier, N. Servagent, and T. Bosch, "High-accuracy optical measurement of flatness for large objects," *Measurement Science & Technology*, vol. 14, pp. 2121-2126, 2003.
- [101] V. Métivier, N. Servagent, and E. Morteau, "The Optical Sensor and Related Electronics 'ROLLING, An integrated system to measure load and stress on tracks during train transit'," contribution to the Final Report, European Cooperative Research – CRAFT - Contract G3ST-CT-2000-5046, 17 p., 2003.
- [102] N. Khélifa, H. Fang, J. Xu, P. Juncar, and M. Himbert, "Refractometer for tracking changes in the refractive index of air near 780 nm," *Applied Optics*, vol. 37, pp. 156-161, 1998.
- [103] V. Métivier, E. Ouisse, G. Plantier, and N. Servagent, "Mesure des variations de l'indice d'un gaz par rétro diffusion laser," in Actes du deuxième colloque francophone 'Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie', club CMOI, SFO, Trégastel, France, 2001, pp. 24-30.
- [104] H. C. Seat, E. Ouisse, E. Morteau, and V. Métivier, "Vibration–displacement measurements based on a polarimetric extrinsic fibre Fabry–Perot interferometer," *Measurement Science and Technology*, vol. 14, pp. 710-716, 2003.
- [105] Elisabeth OUISSE, "Capteur polarimétrique à fibre optique : applications en vibrométrie et réfractométrie," Université de Nantes, Thèse de Doctorat N ° ED 0366-153, 2004.
- [106] Stéphane Auffray, Vincent Métivier, and Blandine Verneret, "Caractérisation des joints collés par méthodes non destructives," *Revue des composites et matériaux avancés*, vol. 20, no. 2, pp. 259-281, 2010.
- [107] Benjamin CAMPAGNE, Hubert VOILLAUME, Lucile GOUZERH, and Franck BENTOUHAMI, "Laser Ultrasonic Developments for NDT of Aeronautic Composite Parts," in *13th International Symposium on Nondestructive Characterization of Materials (NDCM-XIII)*, Le Mans, France, 2013.
- [108] Y Brelet, V Métivier, N Servagent, F Bentouhami, and B Campagne and H Voillaume, "Transient temperature distribution in a finite unidirectional composite material irradiated by a moving pulsed laser," in 2nd International Symposium on Laser-Ultrasonics – Science, Technology and Applications, Talence, France, 2010.
- [109] E. Lys, F. Bentouhami, B. Campagne, V. Métivier, and H. Voillaume, "Simulation of the temperature change induced by laser pulse on CFRP composite using a finite element code for non-destructive testing," *Mechanics and Properties of Composed Materials and Structures, Advanced Structured Materials*, vol. 31, pp. 103-115, 2012.

- [110] "Règlement de transport des matières radioactives," AIEA, Prescriptions de sûreté particulières № SSR-6, Édition de 2012.
- [111] C. Koumeir et al., "Évaluation et caractérisation non destructives de matériaux par rayons X. Application à la mesure de densité d'enrobés bitumineux.," ECND-PdL, Pays de la Loire, Rapport d'activité, 33 p., 2012.
- [112] Claude Leroy and Pier-Giorgio Rancoita, *Principles of radiation interaction in matter and detection*, 2nd ed.: World Scientific, 2009.
- [113] V. Métivier et al., "Toward Non Destructive Density Measurement Using X-ray Scattering for Roadway Inspection," in International Symposium "Non Destructive Testing and Evaluation: Physics, Sensors, Materials and Information", Nantes, 2011.
- [114] F. Haddad et al., "ARRONAX, a high-energy and high-intensity cyclotron for nuclear medicine," Eur J Med Mol Imaging, vol. 35, pp. 1377-1387, 2008.
- [115] Françoise Kraeber-Bodéré et al., "Tumor Immunotargeting Using Innovative Radionuclides," International Journal of Molecular Sciences, vol. 16, pp. 3932-3954, 2015.
- [116] Müller C et al., "Promising prospects for 44Sc-/47Sc-based theragnostics: application of 47Sc for radionuclide tumor therapy in mice," *The Journal of Nuclear Medicine*, vol. 55, pp. 1658-1664, 2014.
- [117] A.J. Koning and D. Rochman, "Modern nuclear data evaluation with the TALYS code system," Nuclear Data Sheets, vol. 113, pp. 2841-2934, 2012.
- [118] C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, and N. Michel and V. Métivier, "232Th(d,4n)230Pa cross-section measurements at ARRONAX facility for the production of 230U," *Nuclear Medicine and Biology*, vol. 41, pp. e19-e22, 2014.
- [119] C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, and V. Métivier, "232Th(d,xn)230;232;233Pa Cross Section Measurements," *Nuclear Data Sheets*, vol. 119, pp. 267-269, 2014.
- [120] A. Guertin, C. Duchemin, F. Haddad, and N. Michel and V. Métivier, "Measurements of 186Re production cross section induced by deuterons on natW target at ARRONAX facility," *Nuclear Medicine and Biology*, vol. 41, pp. e16-e18, 2014.
- [121] C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, and V. Métivier, "Cross section measurements of deuteron induced nuclear reactions on natural tungsten up to 34 MeV," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 97, pp. 52-58, 2015.
- [122] C Duchemin, A Guertin, F Haddad, N Michel, and V Métivier, "Production of scandium-44m and scandium-44g with deuterons on calcium-44: cross section measurements and production yield calculations," *Physics in Medicine & Biology*, vol. 60, pp. 6847-6864, 2015.
- [123] C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, and V. Métivier, "Production of medical isotopes from a thorium target irradiated by light charged particles up to 70 MeV," *Physics in medicine and biology*, vol. 60, pp. 931-946, 2015.

- [124] IAEA Nuclear Data Services. (2016, Octobre) Charged-particle cross section database for medical radioisotope production. [Online]. <u>https://www-nds.iaea.org/medical/</u>
- [125] R. Capote and al., "CRP on Nuclear Data for Charged-particle Monitor Reactions and Medical Isotope Production," CRP CODE: F4.10.29, 2012-2016.
- [126] Charlotte Duchemin, "Étude de voies alternatives pour la production de radionucléides innovants pour les applications médicales," Université de Nantes, Thèse de Doctorat 2015.
- [127] Huclier-Markai S et al., "Optimization of reaction conditions for the radiolabelling of DOTA and DOTApeptide with 44m/44Sc and experimental evidence of the feasibility of an in vivo PET generator," *Nuclear Medicine and Biology*, vol. 41, pp. e36-e43, 2014.
- [128] C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, and V. Métivier, "Deuteron induced Tb-155 production, a theranostic isotope for SPECT imaging and auger therapy," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 118, pp. 281-289, 2016.
- [129] V. Metivier, C. Duchemin, A. Guertin, N. Michel, and F. Haddad, "Thorium-232 fission induced by light charged particles up to 70 MeV," in *International Conference on Nuclear Data for Science and Technology, ND2016*, Bruges, Belgium, 2016, p. accepted in EPJ Web of conference.
- [130] C. Duchemin et al., "How to produce high specific activity tin-117m using alpha particle beam," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 115, pp. 113-124, 2016.
- [131] Sven A. E. Johansson and Thomas B. Johansson, "Analytical application of particle induced X-ray emission," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 137, pp. 473-516, 1976.
- [132] J.L. Campbell, D. Higushi, J.A. Maxwell, and W.J. Teesdale, "Quantitative PIXE microanalysis of thick specimens," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 77, pp. 95-109, 1993.
- [133] C.G. Ryan, D.R. Cousens, S.H. Sie, and W.L. Griffin, "Quantitative analysis of PIXE spectra in geoscience applications," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 49, pp. 271-276, 1990.
- [134] E. Clayton, P. Duerden, and David D. Cohan, "A discussion of PIXAN and PIXANPC: the AAEC PIXE analysis computer packages," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 22, pp. 64-67, 1987.
- [135] Wojciech Józef Przybyłowicz and Carlos Pineda-Vargas, "Particle Induced X-ray Emission, 14th International Conference on Particle Induced X-ray Emission," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 363, 2015.
- [136] L. Pappalardo, F. P. Romano, and S. Garraffo, "The improved LNS PIXE-alpha protable system: archaeometric applications," *Archaeometry*, vol. 45, no. 2, pp. 333-339, 2003.
- [137] R. Rieder, H. Wänke, T. Economou, and A. Turkevich, "Determination of the chemical composition of Martian soil and rocks: The alpha proton X ray spectrometer," *Journal of Geophysical Research*, vol. 102, no. E2, pp. 4027-4044, 1997.

- [138] R. Rieder et al., "The new Athena alpha particle X-ray spectrometer for the Mars Exploration Rovers," *Journal of Geophysical Research*, vol. 108, no. E12, p. 8066, 2003.
- [139] J.J.G. Durocher, N.M. Halden, F.C. Hawthorne, and J.S.C. McKee, "PIXE and micro-PIXE analysis of minerals at Ep = 40 MeV," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 30, pp. 470-473, 1988.
- [140] C.A. Pineda and M. Peisach, "Prompt analysis of heavy elements by high-energy-induced (p,X) reactions," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 299, pp. 618-623, 1990.
- [141] A. Denker and K.H. Maier, "High-energy PIXE using 68 MeV protons," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 150, pp. 118-123, 1999.
- [142] Thomas Dupuis et al., "Preliminary experiments: High-energy alpha PIXE in archaeometry," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 268, pp. 1911-1915, 2010.
- [143] James F. Ziegler, M.D. Ziegler, and J.P. Biersack, "SRIM The stopping and range of ions in matter (2010)," Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, vol. 268, pp. 1818-1823, 2012.
- [144] Sam J. Cipolla, "ISICS2008: An expanded version of ISICS for calculating K-, L-, and M-shell cross sections from PWBA and ECPSSR theory," *Computer Physics Communications*, vol. 180, pp. 1716-1717, 2009.
- [145] Keizo Ishii, "Continuous X-rays produced in light-ion-atom collisions," Radiation Physics and Chemistry, vol. 75, pp. 1135-1163, 2006.
- [146] C.M. Romo-Kröger, "How the sensitivity in PIXE elemental analysis is affected by the type of particle, cross-sections, background radiation and other factors?," *Vacuum*, vol. 84, pp. 1250-1253, 2010.
- [147] C. Koumeir, F. Haddad, V. Metivier, N. Servagent, and N. Michel, "A new facility for High energy PIXE at the," in *PROCEEDINGS OF THE 14TH EUROPEAN CONFERENCE ON X-RAY SPECTROMETRY*, Figueira da Foz, Coimbra, Portugal, 2010, pp. 23-33.
- [148] Diana El Hajjar, "Développement de la méthode PIXE à haute énergie auprès du cyclotron ARRONAX," École Nationale Supérieure des Mines de Nantes, Thèse de doctorat Thèse N° 2014EMNA0137, 2014.
- [149] D. Ragheb et al., "Development of a PIXE method at high energy with the ARRONAX cyclotron," Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, vol. 302, pp. 895-901, 2014.
- [150] T. Sounalet et al., "Strontium-82 and Future Germanium-68 Production at the ARRONAX Facility," *Nuclear Data Sheets*, vol. 119, pp. 261-266, 2014.
- [151] A. Subercaze et al., "Thick multi-layers analysis using high energy PIXE," in 12th European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology (ECAART12), Jyväskylä, Finland, 2016, p. à paraitre dans Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B.
- [152] C. Koumeir et al., "High Energy PIXE at the ARRONAX Facility for Multi Elemental Analysis of Thick Samples," in *Applications of nuclear techniques. AIP Conf Proc* 1412, 2011, pp. 105-112.

- [153] A. Subercaze et al., "Une plateforme pour l'analyse de matériaux par faisceaux d'ions à ARRONAX : étude de l'effet d'humidité sur les échantillons.," *Instrumentation, Mesure, Métrologie*, 2016 (à paraitre).
- [154] A. Denker, J. Optiz-Coutureau, J.L. Campbell, J.A. Maxwell, and T. Hopman, "High-energy PIXE: quantitative analysis," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 219-220, pp. 130-135, 2004.
- [155] A. Denker et al., "High-energy PIXE using very energetic protons: quantitative analysis and crosssections," *X-Ray Spectrometry*, vol. 34, pp. 376-380, 2005.
- [156] B.P. Mohanty et al., "Comparison of experimental and theoretical efficiency of HPGe X-ray detector," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 584, pp. 186-190, 2008.
- [157] Mostafa Hazim, Thèse de doctorat à paraitre, 2016.
- [158] K. H. Chadwick and H. P. Leenhouts, "A Molecular Theory of Cell Survival," *Physics in Medicine and Biology*, vol. 18, no. 1, pp. 78-87, 1973.
- [159] J.F. Fowler, "The linear-quadratic formula and progress in fractionated radiotherapy," *British Journal of Radiology*, vol. 62, no. 740, pp. 679-694, Aug. 1989.
- [160] Chul-Seung Kay and Young-Nam Kang, "Curative Radiotherapy in Metastatic Disease: How to Develop the Role of Radiotherapy from Local to Metastases," in *Frontiers in Radiation Oncology*, Tejinder Kataria, Ed.: InTech, 2013, ch. 7.
- [161] G. Kraft, "Radiobiological effects of highly charged ions," in *The Physics of Multiply and Highly Charged Ions, Vol. 1*, F.J. Currell, Ed.: Kluwer Acdemic Publishers, 2003, ch. 5, pp. 149-196.
- [162] G. W. Barendsen, "Radiobiological dose-effect relations for radiation characterized by a wide spectrum of LET; implications for their application in radiotherapy," in *Proceedings of the conference* on Particle accelerators in radiation therapy, Los Alamos Scientific Lab., New Mexico (USA), 1972, pp. 120-125.
- [163] C. Le Deroff et al., "EBT2 films response to alpha radiation at 48.3 MeV," Radiation Protection Dosimetry, vol. 161, no. 1-4, pp. 428-432, 2014.
- [164] Maria Martisikova and Oliver Jäkel, "Dosimetric properties of Gafchromic EBT films in monoenergetic medical ion beams," *Physics in Medicine and Biology*, vol. 55, pp. 3741-3751, 2010.
- [165] L. Schwob et al., "New beam monitoring tool for radiobology experiments at the cyclotron ARRONAX," *Radiation Protection Dosimetry*, vol. 166, no. 1-4, pp. 257-260, 2015.

CURRICULUM VITAE DETAILLE

État civil

Vincent MÉTIVIER	Marié, 2 enfants
Né le 27 août 1968	Nationalité française
Adresse professionnelle :	Laboratoire SUBATECH - École des mines de Nantes 4 rue Alfred Kastler – La Chantrerie – BP 20722 – 44 307 Nantes Cedex 3
Email :	vincent.metivier@subatech.in2p3.fr
Téléphone :	bureau 02 51 85 83 37 Mobile 06 89 70 33 68

Diplômes et formation

Doctorat en physique nucléaire de l'université de Caen (1995) Mécanismes de réaction et de dissipation de l'énergie dans les collisions symétriques noyau-noyau de 25 à 74 MeV/u : apport des mesures exclusives du multidétecteur Indra [RAP4] Directeur de thèse : B. Tamain Jury : D. Guerreau, J.F. Lecolley, H. Nifenecker, E. Plagnol, B. Remaud, B. Tamain

D.E.A. physique de la matière et du rayonnement, université de Caen, 1992 Stage de recherche sous la direction de R. Bougault (LPC Caen)

Maîtrise de physique appliquée, université de Tours, 1991

Parcours professionnel

Enseignant-chercheur (Maître-assistant) à l'école des Mines de Nantes,

Laboratoire SUBATECH (1997-2000 et depuis 2003), Département Automatique-Productique (2000-2002) <u>Recherche</u> : physique nucléaire et des hautes énergie expérimentale, détecteurs et instrumentation, contrôle non destructif, applications industrielles et médicales.

<u>Enseignement</u> : physique nucléaire, instrumentation nucléaire, électronique analogique et numérique, contrôle non destructif, matière et lumière, nucléaire et société, sources optiques, etc. ; encadrement et suivi de projets étudiants ; jurys.

Responsabilités et administration : voir rubrique suivante.

Post-doc à l'école des Mines de Nantes,

Laboratoire SUBATECH (1995-1997)

<u>Recherche</u> : physique des hautes énergie - études pour le détecteur ALICE (LHC, CERN) <u>Enseignement</u> : développement de méthodes pédagogiques innovantes (APA - apprentissage par l'action)

Doctorant-Moniteur de l'enseignement supérieur à l'université de Caen,

Laboratoire de Physique Corpusculaire (1992-1995)

<u>Recherche</u> : mise au point, participation aux expériences et à l'analyse des données du multidétecteur Indra (GANIL) : collisions d'ions lourds, mécanismes de réaction, noyaux chauds, multifragmentation. <u>Enseignement</u> : Travaux dirigés et pratiques de mécanique, électricité et biophysique en DEUG A et B.

Responsabilités et encadrement

Responsabilité de groupes de recherche :

Responsable du Groupe InCa (Instrumentation et Capteurs), département automatique et productique de l'école des mines de Nantes, 2000-2002.

Responsable du Groupe PARI (Physique nucléaire, Applications et Recherches Interdisciplinaires), laboratoire SUBATECH, 2007-2010.

Responsable du Groupe PRISMA (Physics of Radiation InteractionS with Matter and Applications), laboratoire SUBATECH, depuis 2010.

Autres fonctions et responsabilités (actuelles et/ou passées)

Directeur adjoint de l'école doctorale Matière, Molécules et Matériaux en pays de la Loire, ED 500 3MPL (*2009-2012*)

Responsable du Master 2 ARS, Applications et Recherches Subatomiques, co-habilité Université et école des mines de Nantes (2008-2014)

Responsable du Master 2 RIA, Rayonnements Ionisants et Applications, co-habilité Université et école des mines de Nantes (2006-2008)

Membre du Conseil d'enseignement du DQPRM

Membre du Conseil de Laboratoire de SUBATECH (2004-2008)

Membre du CODIR du Département Automatique et Productique (école des mines de Nantes, 2000-2002)

Adjoint Enseignement du département SUBATECH pour l'école des mines de Nantes (1998-2000)

Membre du Conseil Scientifique et du Comité Technique du GIP ARRONAX

Membre du **Conseil Scientifique** du GIP GEMAC (**Technocampus EMC2**) (Groupement de recherche pour soutenir les études dans le domaine des matériaux composites)

Membre du **Comité de Pilotage** du pôle de compétences **ECND-PDL** (Evaluation et Contrôle Non Destructifs en Pays de la Loire)

Membre du **Comité de Labellisation** et Expert pour le pôle de compétitivité **EMC2** (Ensembles Métalliques et Composites Complexes)

Expert auprès de l'ANRT (dossiers CIFRE)

Co-encadrement de thèses

Alexandre SUBERCAZE, 2014-2017, directeur de thèse : F. Haddad, Développement de la technique d'analyse multiélémentaire PIXE/PIGE à haute énergie auprès d'ARRONAX [COM22]	(encadrement effectif : 40%)
Diana EL HAJJAR (RAGHEB), 2010-2014, directeur de thèse : F. Haddad, Développement de la méthode PIXE à haute énergie auprès du cyclotron ARRONAX [ACT42, ACL35, COM22]	(encadrement effectif : 60%)
Olivier GAUGAIN , 2005-2008, directeur de thèse : L. Luquin, « Étude et développement d'un détecteur gazeux en vue d'applications à l'imagerie médicale et industrielle utilisant les rayons X. »	(encadrement effectif : 60%)
Élisabeth OUISSE (LYS), 2001-2004, directeur de thèse : C. Boisrobert, Capteur polarimétrique à fibre optique : applications en vibrométrie et réfractométrie [ACL23, ACT34, ACT35, ACT36, ACT37]	(encadrement effectif : 60%)

Participation à des jurys de thèse :

Charlotte DUCHEMIN, université de Nantes,

Étude de voies alternatives pour la production de radionucléides innovants pour les applications médicales, Le 29 septembre 2015 à l'école des mines de Nantes (invité).

Jessica PICARD, université de Bourgogne,

Développement de la LIBS pour l'analyse en ligne de produits uranifères et plutonifères solides, Le 22 janvier 2015 à l'INSTN Saclay (examinateur).

Diana EL HAJJAR (RAGHEB), école des mines de Nantes, Développement de la méthode PIXE à haute énergie auprès du cyclotron ARRONAX, Le 24 juin 2014 à l'école des mines de Nantes (examinateur).

Camille THÉROINE, université Paris XI, Étude de la réaction de capture neutronique radiative pour le noyau instable ¹⁷³Lu par méthode directe et par réaction de substitution, Le 01 février 2013 à l'INSTN Saclay (examinateur).

Élisabeth OUISSE (LYS), université de Nantes, Capteur polarimétrique à fibre optique : applications en vibrométrie et réfractométrie, le 30 septembre 2004 à l'école des mines de Nantes (examinateur).

Encadrement de Post-Docs

Charbel KOUMEIR, 2010-2011, bourse région Pays de la Loire (projet ECND PDL), Évaluation et caractérisation non destructives de matériaux du génie civil par rayons X [RAP17,COM19]

Yoann BRELET, 2008-2010, projet FUI/TSCNG, Développements autour de la technologie Ultrasons Laser [COM17]

Han Cheng SEAT, 2001-2003, bourse région Pays de la Loire (Egide) et ressources propres, Développement de capteurs à fibres optiques [ACL23,ACT33,ACT34,ACT35]

Encadrement de Stages de DEA / M2 / Mastère

Julien GAUDILLOT, Analyse élémentaire d'échantillons par les rayons gamma et X émis lors de l'interaction avec un faisceau de deutons de 16 MeV, Master 2 Applications et Recherches Subatomiques, université de Nantes, 2013

Blandine VERNERET, L'Inspection Non Destructive des Composites : des matériaux nouveaux, des méthodes à adapter, Mastère « Structures composites », école centrale de Nantes, 2010

Olivier GAUGAIN, Étude de la détection de rayons X avec un détecteur gazeux sous pression de type PIM (Parallel Ionization Multiplier), DEA Physique Subatomique et Applications, université de Nantes, 2005

Élisabeth OUISSE, Capteur de variation d'indice par Self-Mixing, DEA Micro-Ondes et Télécommunication Optique, INP Toulouse, 2001

Tuteur école de projets de fin d'études (formation ingénieurs et masters, Mines Nantes)

Romain RENOULT, EDF SEPTEN, Lyon, 2016

Modélisation des grappes hafnium utilisées sur la dixième campagne d'exploitation de la centrale nucléaire de Penly avec la chaîne de calcul ANDROMEDE d'EDF

Flora GIACOMELLO, ANDRA, Chatenay Malabry, 2016

Révision des limites d'activités des sources scellées usagées pour le centre de stockage de l'Aube

Wojciech KAPICA, SUBATECH, Nantes, 2016 Study of the evolution of concrete degradation under sulphate attack by X-ray tomography

Neha CHAUHAN, IRSN, Cadarache, 2015, Development of automatic graph visualization features in XASTEC

Headley WILLACY, ITER, Cadarache, 2015, Corrosion Monitoring and Instrumentation for the ITER Vacuum Vessel

Michal RAPALA, CEA, Saclay, 2015 Study of the nuclear fission process of Uranium-235 by prompt gamma-ray spectrometry

Floriane POIGNANT, SAHMRI, University of Adelaide, Australia, 2014, Development of a Monte Carlo toolkit to optimize the production of radioisotopes in cyclotrons

Jérémy PICOSSON, EDF SEPTEN, Lyon, 2014, Analyse de la situation des tranches de Fukushima vis-à-vis de la progression du corium en accident grave

Cécile DALLER, ONIRIS ENV, Nantes, 2013, Développement d'un modèle dosimétrique du foie pour la RIT-alpha

Romain GELOT, DCNS, Indret, 2013, Contribution à l'optimisation du système de conversion d'énergie couplé à un petit réacteur électrogène

Emmanuel THOISON, AREVA NP, Lyon, 2013, Recherche et optimisation neutronique de nouveaux matériaux pour les grappes de contrôle

Laura GUÉRIN, INSERM CRCT, Toulouse, 2012, Modélisation d'une gamma-caméra à l'aide du code Monte-Carlo GATE

Héloïse MORIN, CEA LIST, Saclay, 2012, Amélioration d'un projecteur et évaluation des performances de sources X pour la tomographie

Marie CAMBON, EDF, CNPE Saint-Alban, 2011, Rénovation du Référentiel de Crise & Réalisation d'un exercice dans le cadre du Plan d'Urgence Interne en situation d'inondation

Paul RÉTIF, Service de radiothérapie, CHR METZ-Thionville, 2011, Optimisation du système d'assurance qualité et techniques innovantes

Pierre BENOIST, AREVA RMC, Aix-en-Provence, 2010,

Étude comparative des dossiers réglementaires de démantèlement exigés par les autorités de sûreté françaises et britanniques

Guillaume CREUSOT, AREVA TA, Aix-en-Provence, 2009, Optimisation de la radioprotection lors des opérations de maintenances sur les futurs sous-marins nucléaire d'attaque BARRACUDA

Johann DANAN, SGN, Montigny-le-Bretonneux, 2009, Étude du Mixage de fûts de matières fissiles différentes en entreposage

Quentin NGUYEN CANH, IRSN, Fontenay-aux-Roses, 2008, Réalisation du bilan d'exploitation de la machine MERCURE

Nathanaël SCHMIDT, ITENA, Pierrelatte, 2008, Constitution du référentiel de sûreté nucléaire dans le cadre du démantèlement d'installations nucléaires de base (INB)

Rodolphe LE RUYET, Canberra France, Saint Quentin en Yvelines, 2007 Élaboration d'un plan de formations internes

Christelle BRIAND, Hôpital Européen Georges Pompidou, PARIS, 2006, Mise en place du contrôle qualité d'un scanner multi-barrette dédié à la radiothérapie Jérôme DONNARD, CEA DAPNIA, Saclay, 2005, Étude et caractérisation d'un nouveau concept de détecteur : le compteur proportionnel sphérique

Anthony HÉDIN, EDF-CIDEN, Brennilis, 2003 Refonte des pratiques et documents assurant la radioprotection sur un chantier de déconstruction d'une centrale nucléaire

Marie de GOUVILLE, Louis Vuitton, Paris, 2002 Assistant qualité réseau et développement du site intranet qualité

Laurent GUENNEUGUES, ALCATEL CIT, Orvault, 2001 Analyseur et collecteur de comptes rendus de taxation

Sébastien KAGAN, THOMCAST, Cesson-Sévigné, 2001 Gestion de l'accès conditionnel sur la carte PIAPLUS

Ludovic PROUTIÈRE, Air France, Roissy, 2001 Développement, déploiement et suivi de l'application de gestion des contrats firmes SURCOUF

Garance HUMEZ, Framatome, Paris La Défense, 2000, Analyse des performances des injecteurs condenseurs

Nawal SAAD, ANDRA, Chatenay Malabry, 2000, Pilotage de l'élaboration des dossiers réglementaires en vue de la création du premier centre de stockage de déchets de très faible activité (TFA)

Julien LEFORT, Framatome, Paris La Défense, 1999, Étude des possibilités d'amélioration du logiciel SAMARIA et d'optimisation de son utilisation

Implications dans projets et programmes de recherche collaborative

Membre de la collaboration INDRA (1992-1996)

Membre de la collaboration ALICE (1996-2000)

Responsable pour l'EMN du **projet européen** '**ROLLING**, An integrated system to measure load and stress on tracks during train transit', European Cooperative Research – CRAFT - Contract G3ST-CT-2000-5046 (Seme PCRDT)

Participation au projet européen JRA4, RII3-CT-2004-506078 (FP6)

Participation au **projet de recherche collaborative régionale MP16 T5** « Soudage thermoplastique » et membre du comité de pilotage (AAP Région PdIL)

Participation au **projet de recherche collaborative MP32** « Assemblage multi-matériaux » et membre du comité de pilotage (FUI)

Participation au projet de recherche collaborative TSCNG/LUCIE (FUI)

Participation au projet de recherche collaborative DEFI COMPOSITE Lot 2.10 « CND » (OSEO)

Responsable de l'opération « Technocampus EMC²CND EMN » et membre de la COSAS du projet de recherche « Matériaux : caractérisation, procédés, contrôle » (**CPER 2007-2012**)

Participation au **projet régional PENF** « pôle énergie nucléaire du futur » (AAP Région Pays de la Loire, 2010-2014)

Participation au **projet régional émergence collective ECND-PDL** « Evaluation et contrôle non destructifs en Pays de la Loire » et membre du comité stratégique (AAP Région Pays de la Loire, 2010-2014)

Participation à l'**Equipex ArronaxPlus**, plateforme 4 « étude de la matière inerte et vivante sous rayonnements» (ANR-11-EQPX-0004)

Implication dans des actions spécifiques de formation

En tant qu'enseignant-chercheur, j'ai eu l'occasion de dispenser des cours magistraux, travaux dirigés, travaux pratiques et encadrer des projets, principalement dans les domaines de la physique, de l'instrumentation et de l'électronique, à raison de 180 à 200 heures par an depuis 1996.

Parallèlement, j'ai participé à un certain nombre d'actions pédagogiques spécifiques, notamment reliées aux thématiques que j'ai développées au cours de mes recherches et présentées dans le présent document :

Autour du Master 2 Rayonnements ionisants et Application

J'ai créé le Master 2 « rayonnements ionisants et applications » (RIA) qui a démarré en septembre 2006 et qui est devenu le master « applications et recherches subatomiques » (MARS) en septembre avec l'ouverture d'une option « recherche en physique subatomique » (RPS). Ce master (RIA) figure sur la liste des formations permettant de présenter le concours d'accès au Diplôme de Qualification en Physique Radiologique et Médicale (DQPRM).

Projets M1 (Formation par la Recherche, TER, Projets OSE) :

Caractérisation d'un détecteur silicium à localisation.

Mesure de l'efficacité de détection gamma d'un système couplant un cristal scintillant et un détecteur gazeux.

Développement d'une balise destinée à la mesure de la contamination radioactive de l'atmosphère d'une zone contrôlée (en collaboration avec SMART).

Étude d'un détecteur de rayons X – Mesure du gain.

Automatisation d'un protocole d'élution d'un générateur Ac-225/Bi-213 dans le cadre de recherche en alpha immunothérapie (en collaboration avec l'équipe INSERM de M. Chérel).

Intégration d'une tour de détecteurs chambres à fils pour visualiser le rayonnement cosmique.

Innovations pédagogiques

Membre du Comité de Pilotage du projet UNIT Optique pour l'instrumentation (Université Numérique Ingénierie et Technologies, 2006 - 2008)

Mise en place de la réalisation d'un compteur Geiger Muller dans le cadre de la méthode « Apprentissage Par l'Action » (APA) à l'école des mines de Nantes (voir Figure 100)



Figure 100 –compteur Geiger-Muller et son électronique associée ; à réaliser par les étudiants dans le cadre du programme Apprentissage par l'action (APA) en 1^{ère} année de la formation ingénieur à l'école des mines de Nantes.

LISTE COMPLETE DES PUBLICATIONS

Articles dans revues à comité de lecture

ACL1.	The phoswich detector array of the forward ring of INDRA J.C. Steckmeyer, D. Cussol, J. Duchon, J.M. Gautier, J.L. Laville, P. Le Botlan, A. Leconte, J. Lelandais, V. Métivier, P. Mosrin, E.Rosato, J. Tillier, A. Wieloch, Nucl. Inst. and Meth. A361 (1995) 472-481
ACL2.	Study of the nuclear multifragmentation: recent results obtained with the INDRA detector in the intermediate energy domain F. Saint-Laurent for the INDRA Collaboration, Nucl. Phys. A583 (1995) 481–490
ACL3.	Onset of Vaporization for the Ar+Ni System Ch.O. Bacri et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Lett. B353 (1995) 27-31
ACL4.	Kinematical properties and composition of vaporizing sources: is thermodynamical equilibrium achieved? B. Borderie et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Lett. B388 (1996) 224-228
ACL5.	Vaporization events from binary dissipative collisions M. F. Rivet et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Lett. B388 (1996) 219-223
ACL6.	Surveying the nuclear caloric curve Ma YG et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Lett. B390 (1997) 41-48
ACL7.	Dynamical Effects and IMF Production in Peripheral and Semi-central Collisions of Xe+Sn at 50 MeV/nucleon J. Lukasik, J. Benlliure, V. Métivier et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Rev. C55 (1997) 1906-1916
ACL8.	A hot expanding source in 50 A MeV Xe + Sn central reactions N. Marie et al., for the INDRA Collaboration, Phys. Lett. B391 (1997) 15-21
ACL9.	The ALICE Forward Muon Spectrometer at the LHC A. Morsch For the ALICE Collaboration Nucl. Phys A638 (1998) 571c-574c
ACL10.	Recent results from the CERN lead beam experiments: How close have we come to the quark-gluon plasma? H. H. Gutbrod, L. Luquin and V. Métivier, Il Nuovo Cimento 111A (1998) 921-932
ACL11.	Test of the spatial resolution of MICROMEGAS detectors J.P. Cussonneau, M. Labalme, P. Lautridou, L Luquin, V. Métivier, A. Rahmani, V. Ramillien, T. Reposeur, <i>Nucl. Instr. and Meth.</i> A419 (1998) 452-459
ACL12.	Dynamical aspects of fragment production in heavy ion collisions E. Plagnol et al., for the INDRA Collaboration, <i>Nucl. Phys</i> A654 (1999) 815c-821c

- ACL13. The trigger of the ALICE dimuon arm: Architecture and detectors R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, *Nucl. Phys.* A661 (1999) 712c-715c
- ACL14. Emission time scale of light particles in the system Xe+Sn at 50 AMeV.
 A probe for dynamical emission?
 D. Gourio et al., for the INDRA Collaboration, Eur. Phys. J. A7 (2000) 245–253
- ACL15. Evidence for dynamical proton emission in peripheral Xe+Sn collisions at 50 MeV/u M. Germain et al., INDRA collaboration, for the INDRA Collaboration, *Phys. Lett.* **B488** (2000) 211–217
- ACL16. Mass scaling of reaction mechanisms in intermediate energy heavy ion collisions V. Métivier et al., for the INDRA Collaboration, *Nucl. Phys.* A672 (2000) 357–375
- ACL17. A low-resistivity RPC for the ALICE dimuon arm R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, Nucl. Instr. and Meth. A 451 (2000) 462-473
- ACL18. Response of a resistive plate chamber to particles leaking laterally from a thick absorber R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, *Nucl. Instr. and Meth.* A 455 (2000) 390-396
- ACL19. Study of the resistive plate chambers for the ALICE Dimuon Arm R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, Nucl. Instr. and Meth. A 456 (2000) 73-76
- ACL20. The ALICE dimuon trigger: overview and electronics prototypes R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, Nucl. Instr. and Meth. A 456 (2000) 126-131
- ACL21. Influence of temperature and humidity on bakelite resistivity R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, *Nucl. Instr. and Meth.* **A 456** (2000) 140-142
- ACL22. 2D localization using resistive strips associated to the Micromegas structure
 J. P. Cussonneau, M. Labalme, P. Lautridou, L. Luquin, V. Métivier, A. Rahmani and T. Reposeur, Nucl. Instr. and Meth. A492 (2002) 26-34
- ACL23. Vibration-displacement measurements based on a polarimetric extrinsic fibre Fabry-Perot interferometer H.C. Seat, E. Ouisse, E. Morteau and V. Métivier, *Meas. Sci. Technol.* **14** (2003) 710-716
- ACL24. Parallel Ionization Multiplier (PIM): application of a new concept of gaseous structure to tracking detectors
 L. Luquin, R. Dallier, P. Laloux, M. Leguay, P. Leray, S. Lupone, V. Métivier, E. Morteau, J. Samarati, N. Servagent, D. Thers, G. Charpak, P. Coulon, M. Meynadier, Nucl. Instr. and Meth. A518 (2004) 135-138
- ACL25. β-Imaging with the PIM device
 J. Samarati, G. Charpak, P. Coulon, M. Leguay, P. Leray, S. Lupone, L. Luquin,
 V. Métivier, M. Meynadier, E. Morteau, D. Thers,
 Nucl. Instr. and Meth. A 535 (2004) 550-553
- ACL26. New prospects on particle detection with a Parallel Ionization Multiplier (PIM)
 D. Thers, Y. Bedfer, J. Beucher, P. Coulon, F. Kunne, M. Leguay, V. Lepeltier, P. Leray, S. Lupone,
 L. Luquin, V. Métivier, E. Morteau, D. Neyret, J. Samarati, N. Servagent,
 Nucl. Instr. and Meth. A 535 (2004) 562–565

ACL27.	Nuclear medical imaging using beta+ gamma coincidences from Sc-44 radio-nuclide with liquid xenon as detection medium C. Grignon, J. Barbet, M. Bardies, T. Carlier, J.F. Chatal, O. Couturier, J.P. Cussonneau, A. Faivre, L. Ferrer, S. Girault, T. Haruyama, P. Le Ray, L. Luquin, S. Lupone, V. Métivier, E. Morteau, N. Servagent, D. Thers <i>Nucl. Instr. and Meth.</i> A 571 (2007) 145–145
ACL28.	Parallel ionization multiplier: a gaseous detector dedicated to the tracking of minimum ionization particles J. Beucher, S. Girault, P.Leray, S. Lupone, L. Luquin, V. Métivier, E. Morteau, J. Samarati, N. Servagent, D. Thers, Nucl. Instr. and Meth. A 573 (2007) 294–297
ACL29.	Caractérisation des joints collés par méthodes non destructives – application des ondes longitudinales S. Auffray, V. Métivier, B. Verneret, Revue des Composites et Matériaux Avancés, Volume 20 – n°2/2010 (2010) 259-281
ACL30.	 Simulation of the temperature change induced by laser pulse on CFRP composite using a finite element code for non-destructive testing E. Lys, F. Bentouhami, B. Campagne, V. Métivier, H. Voillaume, Mechanics and Properties of Composed Materials and Structures, Advanced Structured Materials, Volume 31 (2012) 103-115
ACL31.	Measurements of ¹⁸⁶ Re production cross section induced by deuterons on ^{nat} W target at ARRONAX facility A. Guertin, C. Duchemin, F. Haddad, N. Michel and V. Métivier, Nuclear Medicine and Biology 41 (2014) e16-e18
ACL32.	 ²³²Th(d,4n)230Pa cross-section measurements at ARRONAX facility for the production of ²³⁰U C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel and V. Métivier, Nuclear Medicine and Biology 41 (2014) e19-e22
ACL33.	²³² Th(d,xn) ^{230;232;233} Pa Cross Section Measurements C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier, <i>Nuclear Data Sheets, Vol. 119 (2014) p.267-269</i>
ACL34.	EBT2 films response to alpha radiation at 48.3 MeV C. Le Deroff, M. Cherel, A. Guertin, F. Haddad, C. Koumeir, V. Métivier, N. Michel, F. Poirier, N. Servagent, N. Varmenot <i>Radiation Protection and Dosimetry Vol.</i> 161 , <i>Issue 1-4, May 2014, P. 428-432</i>
ACL35.	Development of a PIXE method at high energy with the ARRONAX cyclotron D. Ragheb, C. Koumeir, V. Métivier, J. Gaudillot, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, N. Servagent, <i>J Radioanal Nucl Chem (2014)</i> 302 :895–901
ACL36.	Cross section measurements of deuteron induced nuclear reactions on natural tungsten up to 34 MeV C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier, Applied Radiation and Isotopes, 97 (2015) 52-58
ACL37.	Production of medical isotopes from a thorium target irradiated by light charged particles up to 70 MeV C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier Physics in medicine and biology, 60 (2015) 931-946

- ACL38. Is there an interest to use deuteron beams to produce non-conventional radionuclides?
 F. Haddad, A. Vidal, C. Alliot, N. Audouin, J. Barbet, A.C. Bonraisin, V. Bosse, C. Bourdeau, M. Bourgeois, C. Duchemin, A. Guertin, S. Huclier-Markai, R. Kerdjoudj, J. Laize, V. Métivier, N. Michel, M. Mokili and M. Pageau,
 Frontiers in Medicine, Vol. 2, Article 31 (2015) 1-7
- ACL39. Cross section measurements of deuteron induced nuclear reactions on natural titanium up to 34 MeV
 C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier Applied Radiation and Isotopes, 103 (2015) 160-165
- ACL40. Production of Scandium-44m and Scandium-44g with Deuterons on Calcium-44: Cross Section measurements and Production Yield Calculations
 C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier, Phys. Med. Biol., 60 (2015) 6847-6864
- ACL41. New beam monitoring tool for radiobology experiments at the cyclotron ARRONAX
 L. Schwob, C. Koumeir, N. Servagent, M. Cherel, A. Guertin, F. Haddad, V. Métivier, N. Michel,
 F. Poirier, N. Varmenot,
 Radiation Protection and Dosimetry Vol. 166, Issue 1-4, September 2015, P.257-260
- ACL42. How to produce high specific activity tin-117m using alpha particle beam C. Duchemin, M. Essayan, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier Applied Radiation and Isotopes, **115** (2016) 113-124
- ACL43. New excitation functions for proton induced reactions on natural titanium, nickel and copper up to 70 MeV
 E. Garrido, C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier Nucl. Instr. and Meth. In Phys. Res. B 383 (2016) 191-212
- ACL44. Deuteron induced Tb-155 production, a theranostic isotope for SPECT imaging and auger therapy C. Duchemin, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, V. Métivier Applied Radiation and Isotopes, **118** (2016) 281-289

Actes de conférences

- ACT1. Recent results from NAUTILUS and INDRA

 F. Saint-Laurent and the INDRA collaboration,
 XXII International Workshop on Gross Properties of Nuclei and Nuclear Excitations, Hirschegg,
 Proceedings ed. by H. Feldmeier and W. Nörenberg, GSI Darmstadt (1994) 162

 ACT2. INDRA: a 4π detector for multifragmentation studies at GANIL

 E. Plagnol for the INDRA collaboration
 - E. Plagnol for the INDRA collaboration XVII Symposium on Nuclear Physics, Oaxtepec, Mexico, Revista Mexicana de Fisica, Vol. 40, Sup. 1 (1994) 175
- ACT3. Multifragmentation studied with INDRA Ch. O. Bacri et al., for the INDRA Collaboration, Tours Symposium on Nuclear Physics II, Tours, France, World Scientific (1994)
- ACT4. First results with the 4 pi indra detector J.C. Steckmeyer et al., for the INDRA Collaboration, XXXII International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 97 (1994) 19

ACT5.	First results with the 4π charged particle detector INDRA at GANIL R. Dayras et al., for the INDRA Collaboration, <i>Third IN2P3-RIKEN Symposium on Heavy Ion Collisions, Saitama, Japan, World Scientific (1994)</i> <i>189-198</i>
ACT6.	Vaporization of the Ar + Ni system studied with the 4π multidetector INDRA, Ch. O. Bacri et al., for the INDRA Collaboration, International Workshop on Multiparticle Correlations and Nuclear Reactions CORINNE II, Nantes, France, World Scientific (1994) 338-353
ACT7.	Evolution of reaction mechanisms for the reaction 36Ar+58Ni studied from 32 to 95 AMeV with the INDRA multidetector E. De Filippo et al., for the INDRA collaboration <i>XXXIII International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by</i> <i>I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 101 (1995) 217</i>
ACT8.	Evolution of reaction mechanisms in symmetrical nucleus-nucleus collisions as a function of the total mass of the system from 25 to 74 MeV/u V. Métivier et al., for the INDRA collaboration <i>XXXIII International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by</i> <i>I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 101 (1995) 255</i>
ACT9.	Vaporization of the Ar+Ni system B. Borderie et al., for the INDRA Collaboration, ACS Nuclear Chemestry Award Symposium in Honor of Prof. J.B. Natowitz, Anaheim, California, USA, Proceedings edited by G. Nebbia and M.N. Namboodiri, Heavy-Ion Dynamics and Hot Nuclei World Scientific (1995) 109
ACT10.	Dominance of deep inelastic binary processes in symmetric nucleus-nucleus collisions from 25 to 75 MeV/u V. Métivier et al., for the INDRA Collaboration, ACS Nuclear Chemestry Award Symposium in Honor of Prof. J.B. Natowitz, Anaheim, California, USA, Proceedings edited by G. Nebbia and M.N. Namboodiri, Heavy-Ion Dynamics and Hot Nuclei World Scientific (1995) 133
ACT11.	Evolution of Fragment Distributions and Reaction Mechanisms for the ³⁶ Ar+ ⁵⁸ Ni System from 32 to 95 A.MeV L. Nalpas et al., for the INDRA collaboration XIth Winter Workshop on Nuclear Dynamics, Key West, Florida, Proceedings edited by W. Bauer and A. Mignerey, Plenum Press (1996) 31
ACT12.	Life-time measurement by light particle interferometry with INDRA D. Gourio et al., for the INDRA collaboration XXXIV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 106 (1996) 168
ACT13.	Search for Coulomb-induced multifragmentation in the reaction Gd+U at 38 MeV/u Ch.O. Bacri et al., for the INDRA collaboration XXXIV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 106 (1996) 46
ACT14.	Dynamical effects and IMF production in peripheral and semi-central collisions

of Xe+Sn at 50 MeV/nucleon

J. Lukasik, J.F. Lecolley, V. Métivier et al., for the INDRA collaboration XXXIV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 106 (1996) 36
ACT15.	Some dynamical aspects of heavy ions collisions Ch.O. Bacri et al., for the INDRA collaboration XXXIV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 106 (1996) 17
ACT16.	Multifragment production in heavy ion induced reactions at intermediate energy R. Dayras et al., for the INDRA collaboration 7th French-Japanese Colloquium: Frontier and Perspective of Nuclear Science, Dogashima, Japon, 30 Septembre-4 October 1996
ACT17.	Dynamics of nucleus-nucleus collisions up to 100 MeV/u and the caloric curve J. Péter et al., for the INDRA Collaboration, International research workshop on heavy ion physics at low, intermediate and relativistic energies using 4 detectors, Piona Brasov, Roumanie, 7-14 October 1996
ACT18.	 Thermodynamical properties and deexcitation of sources involved in collisions between light nuclei around 100 A.MeV incident energy B. Borderie et al., for the INDRA Collaboration, International research workshop on heavy ion physics at low, intermediate and relativistic energies using 4 detectors, Piona Brasov, Roumanie, 7-14 October 1996
ACT19.	Radial collective flow in heavy-ion collisions at intermediate energies B. Borderie et al., for the INDRA Collaboration, International Symposium on Large-Scale Collective Motion of Atomic Nuclei, Brolo (Messina), Italy, 15-19 October 1996
ACT20.	Apparent temperatures in hot quasi-projectiles and the caloric curve J. Péter et al., for the INDRA Collaboration, Thirteenth Winter Workshop on Nuclear Dynamics, Marathon, The Keys (Florida), U.S.A., February 1-8, 1997
ACT21.	Temperature Measurements from relative populations of excited states with INDRA M. Assenard et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 465
ACT22.	Thermodynamical equilibrium up to the gas phase F. Gulminelli et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 396
ACT23.	Search for dynamical effects in the multifragmentation process at intermediate energy M. Germain et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 343
ACT24.	Selection of single-source multifragmentation events for collisions of ¹⁵⁵ GD+ ²³⁸ U at 36 MeV/u studied with INDRA J. D. Frankland et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 323
ACT25.	Multi-fragment partitions in the 32 to 95 A.Mev ³⁶ Ar+ ⁵⁸ Ni Reactions J. L. Charvet et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 309

ACT26.	A possible scenario for the time dependence of the multifragmentation process in Xe+Sn collisions (an explanation of the ³ He puzzle) R. Bougault et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 251
ACT27.	Multifragmentation of heavy systems : Characteristics and scaling laws M. F. Rivet et al., for the INDRA collaboration XXXV International Winter Meeting On Nuclear Physics., Bormio : Italy, Proceedings edited by I. Iori, Ricerca Scientifica ed Educazione Permanente, Supplemento N. 110 (1997) 225
ACT28.	 Thermodynamical equilibrium for nuclear matter produced in heavy ion collisions around 100 A.MeV? B. Borderie et al., for the INDRA Collaboration, 8th International Conference on Nuclear Reaction Mechanisms, Varenna, Villa Monastero, Italy, 9-14 June 1997
ACT29.	Dynamical and Statistical aspects in nucleus-nucleus collisions around the Fermi energy B. Tamain et al., for the INDRA Collaboration, XXV Mazurian Lakes School of Physics, Piaski, Poland, august 27-september 6, 1997, ACTA PHYSICA POLONICA B29 (1998) 259-271
АСТ30.	Caloric Curves of Hot Nuclei formed in reactions induced by 50 MeV/u Xe and 52-95 MeV/u Ar projectiles J. Péter et al., for the INDRA Collaboration, Symposium on Nuclear Physics, Oaxtepec, Mexico, January 05-08, 1998, REVISTA MEXICANA DE FISICA 44 Supplement: 2 (1998) 97-101
ACT31.	Study of Resistive Plate Chambers for the Alice dimuon spectrometer R. Arnaldi et al., For the ALICE collaboration, Nucl. Phys. B78 Proc. Suppl. (1999) 84-89
ACT32.	Mesure des variations de l'indice d'un gaz par rétro diffusion laser V. Métivier, E. Ouisse, G. Plantier, N. Servagent, Actes du deuxième colloque francophone 'Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie', club CMOI, SFO, Trégastel, France, 20-23 novembre 2001 (2001) 24-30
АСТ33.	Demonstration of a dual-cavity extrinsic fibre Fabry-Perot interferometer for vibration-displacement measurements H. C. Seat, E. Ouisse, V. Métivier and E. Morteau 5th International Conference on Vibration Measurements by Laser Techniques, Ancona, Italy, june 18-21, 2002,Proceedings of SPIE Vol. 4827 (2002) 298-306
АСТ34.	Dual-cavity extrinsic fibre Fabry-Pérot interferometer for vibration-displacement measurements V. Métivier, E. Morteau, E. Ouisse and H. C. Seat <i>EUROSENSORS XVI The 16th European Conference on Solid-State Transducers September 15-18,</i> 2002, Prague, Czech Republic, Proceedings (2002) 383-386
ACT35.	Capteur interférométrique extrinsèque Fabry-Pérot à fibre optique (EFFPI) applique à la vélocimétrie E. Ouisse,V. Métivier, H. C. Seat, N. Servagent, C. Boisrobert, Journées Nationales de l'Optique Guidée, Valence, France (2003) 343-345
АСТ36.	Capteur polarimétrique à fibre optique à cavité de Fabry-Pérot externe appliqué à la vélocimétrie E. Ouisse, V. Métivier, N. Servagent, C. Boisrobert Journées Scientifiques du Comité National Français de Radioélectricité Scientifique (CNFRS) « Métrologie et capteurs en électromagnétisme », 29 - 30 mars 2004 (2004) C22

ACT37. Extrinsic fiber Fabry-Perot interferometer for vibration and displacement measurement: the benefit of polarization decomposition,

E. Ouisse, V. Métivier, N. Servagent, C. Y. Boisrobert, Proceedings of SPIE Vol. 5459 (2004) 309-318

ACT38. A proposal for a high performance γ-camera based on liquid Xenon converter and gaseous photomultiplier for PET

D. Thers, A. Breskin, T. Carlier, R. Chechik, O. Couturier, J. P. Cussonneau, L. Ferrer, C. Grignon, L. Luquin, V. Metivier, V. Peskov, F. Pheron, N. Servagent, A. Vasseur,

Proceedings of XeSAT 2005 - Applications of Rare Gas Xenon to Science And Technology, Waseda, Japan (2005)

ACT39. Simulation and evaluation of a new PET system based on liquid xenon as detection medium J. P. Cussonneau, T. Carlier, O. Couturier, L. Ferrer, C. Grignon, L. Luquin, V. Métivier, F. Phéron, N. Servagent, D.Thers, A.Vasseur,
Proceedings of VaCAT 2005 - Applications of Pare Cas Yapan to Science And Technology, Wapan to Science And Technology, Neurophy, Neurophy,

Proceedings of XeSAT 2005 - Applications of Rare Gas Xenon to Science And Technology, Waseda, Japan (2005)

ACT40. Simulation of a high performance gamma-camera concept for PET based on liquid xenon and gaseous photomultiplier,

C. Grignon, A. Breskin, T. Carlier, O. Couturier, J.P. Cussonneau, L. Ferrer, L. Luqin, V. Métivier, V. Peskov, F. Pheron, N. Servagent, D. Thers, A. Vasseur, 15th IEEE International Conference on Dielectric Liquids, 26 June - 1st July, 2005, Coimbra, Portugal, proceedings (2005) 357-360

ACT41. A new facility for High energy PIXE at the ARRONAX Facility C. Koumeir, F. Haddad, V. Metivier, N. Servagent, N. Michel, Proceeding of European Conference On x-ray spectrometry, 20-25 June 2010, Figueira da Foz, Coimbra, PORTUGAL (2011) 23-33 ; arXiv:1011.4057v1 [nucl-ex]

- ACT42. High Energy PIXE at the ARRONAX Facility for Multi Elemental Analysis of Thick Samples C. Koumeir, F. Haddad, V. Metivier, N. Servagent, X. de la Bernardie, E. Garrido, D. Ragheb, *APPLICATIONS OF NUCLEAR TECHNIQUES, AIP Conf. Proc.* **1412** (2011) 105-112
- ACT43. Beam monitoring and dosimetry tools for radiobiology experiments at cyclotron Arronax
 C. Koumeir, M. Cherel, A. Guertin, F. Haddad, V. Métivier, N. Michel, F. Poirier, L. Schwob,
 N. Servagent, N. Varmenot
 Radiotherapy & Oncology, Journal of the European Society for Radiotherapy and Oncology, 110
 Suppl. 1 (2014) S53

ACT44. Measurement of ²³⁰Pa and ¹⁸⁶Re production cross sections induced by deuterons at ARRONAX facility C. Duchemin, A. Guertin, F.Haddad, N.Michel and V.Metivier, International Journal of Modern Physics: Conference Series 27 1460149 (2014) 9 p.

ACT45. Une plateforme pour l'analyse de matériaux par faisceaux d'ions à ARRONAX : étude de l'effet d'humidité sur les échantillons.
A. Subercaze, A. Guertin, F. Haddad, M. Hazim, L. Jean-Soro, C. Koumeir, V. Métivier, N. Michel, C. Neel, A. Rahmani, N. Servagent, 7ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I 2016), à paraitre dans la revue Instrumentation, Mesure, Métrologie

ACT46. Thick multi-layers analysis using high energy PIXE A. Subercaze, A. Guertin, F. Haddad, C. Koumeir, V. Métivier, N. Servagent, 12th European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology, ecaart 12, Jyväskylä, Finland, to be published in Nucl. Instr. and Meth.B

ACT47. Thorium-232 fission induced by light charged particles up to 70 MeV

V. Métivier, C. Duchemin, A. Guertin, N.Michel and F.Haddad, International Conference on Nuclear Data for Science and Technology, ND2016, to be published in EPJ Web of Conferences

ACT48. How nuclear data collected for medical radionuclides production could constrain nuclear codes A. Guertin, C. Duchemin, F.Haddad, N.Michel and V. Métivier, International Conference on Nuclear Data for Science and Technology, ND2016, to be published in EPJ Web of Conferences

Autres publications et rapports

- RAP1. **First results from Indra** J. Benlliure et al., for the INDRA Collaboration, Nouvelles du Ganil 49 (1994) 3-12
- Fragment-Fragment Azimuthal Angular Correlations in 32 A.MeV ³⁶Ar+⁵⁸Ni Dissipative Collisions RAP2. J. Benlliure et al., for the INDRA Collaboration, Nouvelles du Ganil 54 (1995) 23
- RAP3. A study of dynamical effects in nucleus nucleus collision J.F. Lecolley, J. Lukasik, V. Métivier, E. Plagnol and B. Tamain for INDRA collaboration, Nouvelles du Ganil 56 (1995) 10
- RAP4. Mécanismes de réaction et de dissipation de l'énergie dans les collisions symétriques noyaunoyau de 25 à 74 MeV/u : apport des mesures exclusives du multidétecteur INDRA V. Metivier,

Thèse de doctorat, Université de Caen (1995) LPCC T 95-03

- RAP5. Proposition de programme expérimental sur INDRA Ph. Eudes, A. Rahmani, C. Lebrun, M. Assenard, M. Germain, D. Gourio, F. Guilbault, P ; Lautridou, J.L. Laville, V. Métivier, T. Reposeur Rapport Interne SUBATECH-95-12
- RAP6. The forward muon spectrometer – Addendum to the ALICE Technical Proposal ALICE Collaboration CERN / LHCC 96-32, LHCC/P3-Addendum 1
- Test Experiment for the Beam Shielding in ALICE RAP7. A.Baldit, N.Bastid, J.Castor, P.Dupieux, B.Espagnon, J.Fargeix, P.Force, F.Manso, O.Roig, A.Morsch, J.P.Coussonneau, P.Lautridou, L.Luquin, V.Metivier, V.Ramilien, L.Bimbot, D.Jouan, A.Rimai, ALICE/96-14 Internal Note/DIM

RAP8. **A Toroidal Magnet Option** J.P.Cussonneau, H.Gutbod, P.Lautridou, L.Luquin, V.Metivier, V.Ramillien, ALICE/96-28 Internal Note/DIM

- RAP9. Tracking performances of the dimuon spectrometer with a dipole magnet J.P.Cussonneau, H.Gutbrod, P.Lautridou, L.Luquin, V.Metivier, V.Ramillien, ALICE/96-32 Internal Note/DIM
- RAP10. CsI Results of the Absorber Test Experiment for the ALICE Dimuon Spectrometer J.P.Cussonneau, H.Gutbrod, P.Lautridou, L.Luquin, V.Metivier, A.Rahmani, V.Ramillien, ALICE/96-33 Internal Note/DIM
- RAP11. Test of a MICROMEGAS Detector for the Muon Tracking Chambers of ALICE J.P.Cussonneau, P.Lautridou, L.Luquin, V.Metivier, A.Rahmani, V.Ramillien, T.Reposeur, ALICE/97-28 Internal Note/DIM

RAP12.	Tracking Performances of Several Front-Absorber Designs J.P. Cussonneau, P. Lautridou, L. Luquin, V. Metivier, A. Rahmani, V. Ramillien, T. Reposeur, A. Morsch, ALICE/98-27 Internal Note/DIM
RAP13.	An Integration of MICROMEGAS Based Muon Tracking Chambers in ALICE J.P. Cussonneau and the DIMUON-ALICE group of Nantes, ALICE/98-54 Internal Note/DIM
RAP14.	Dimuon Forward Spectrometer, ALICE Technical Design Report ALICE Collaboration CERN / LHCC 99–22 - ALICE TDR 5 - 13 August 1999
RAP15.	The Meissner Shield as an Option of the Open Geometry Beam Shielding for ALICE Muon Arm A. Morsch, P. Akishin, G. Chabratova, V.I. Datskov, Y.A. Shishov, A.S. Vodopyanov, A. Ivanov, A.S. Khlebnikov, A. Zhitnik, J.P. Cussonneau, H.H. Gutbrod, M. Labalme, P. Lautridou, L. Luquin, V. Métivier, A. Rahmani, T. Reposeur, <i>ALICE/99-44 Internal Note/DIM</i>
RAP16.	The Optical Sensor and Related Electronics 'ROLLING, An integrated system to measure load and stress on tracks during train transit', European Cooperative Research – CRAFT - Contract G3ST-CT-2000-5046, contribution to the Final Report, December 2003, 17 p.
RAP17.	 Évaluation et caractérisation non destructives de matériaux par rayons X. Application à la mesure de densité d'enrobés bitumineux. C. Koumeir, V. Métivier, N. Servagent, JC. Robert, V. Lemasson, W. Bouchet, J. Bonal, L. Laguerre, Rapport d'activité, Pôle de compétences Évaluation et Contrôle Non Destructifs en Pays de la Loire, ECND-PDL (2012) 33 p.

Communications

COM1.	Étude de la multifragmentation pour les systèmes symétriques Ecole Joliot-Curie, Maubuisson, France, septembre 1993
COM2.	Evolution of reaction mechanisms in symmetrical nucleus-nucleus collisions as a function of the total mass of the system from 25 to 74 MeV/u <i>XXXIIIrd Int Winter Meeting on Nuclear Physics, Bormio, Italy, 23-28 January 1995</i>
COM3.	Study of dynamical effects in nucleus-nucleus collisions in the GANIL energy range 2ème Atelier INDRA, Ganil, Caen, 29-31 janvier 1996
COM4.	LVL2 trigger efficiency Dimuon trigger meeting, Clermont-Ferrand, 5-6 may 1997
COM5.	Dimuon Trigger Simulations Dimuon trigger meeting, Turin, 13 octobre 1997
COM6.	Study of the Trigger before the Iron Wall Alice week, Dimuon collaboration meeting, CERN, 3-4 novembre 1997
COM7.	Alternative trigger configurations Dimuon trigger meeting, Nantes, 12-13 janvier 1998
COM8.	Status on the L2 Dimuon Trigger Journées du Déclencheur Dimuon d'ALICE, Aussois, 7-9 janvier 1999
COM9.	Status on the LVL2 Dimuon Trigger Alice week, Dimuon collaboration meeting, CERN, 8-9 mars 1999
СОМ10.	Mesure des variations de l'indice d'un gaz par rétro diffusion laser Deuxième colloque francophone 'Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie', club CMOI, SFO, Trégastel, France, 20-23 novembre 2001
COM11.	Méthodes optiques pour le contrôle industriel SEIPRA, Nantes, 23 avril 2002
COM12.	Dual-cavity extrinsic fibre Fabry-Pérot interferometer for vibration-displacement measurements EUROSENSORS XVI The 16 th European Conference on Solid-State Transducers September 15-18, 2002, Prague, Czech Republic
COM13.	ARRONAX: perspectives pour l'enseignement 13ièmes journées d'étude de Chimie sous rayonnement, JECR2006, Le Croisic, France, 28 mai – 1 ^{er} juin 2006
СОМ14.	Présentation de la formation en radioprotection G. Meyer (INSTN), A. Rahmani (Univ. Nantes), V. Métivier (Mines Nantes), École d'été sur la radioprotection et la dosimétrie, 2-4 septembre 2009, Hôtel du Golf International, La Baule, France
СОМ15.	SUBATECH et le CND : de l'infrarouge aux rayonnements ionisants, du Technocampus EMC ² au cyclotron ARRONAX Journée CND - 40 ans de l'IUT Saint Nazaire - 19 mars 2010
COM16.	PIXE à haute énergie auprès d'ARRONAX : une méthode d'analyse multi-élémentaire non destructive Journée GRIM3, Nantes (France), avril 2010
СОМ17.	Transient temperature distribution in a finite unidirectional composite material irradiated by a moving pulsed laser Y. Brelet, V. Métivier, N. Servagent, F. Bentouhami, B. Campagne and H. Voillaume, Poster, 2nd International Symposium on Laser Ultrasonics, July 5th - 8th, 2010, Bordeaux, France

- COM18. PHYSIQUE, SUBATECH et ARRONAX : mesures de sections efficaces, analyse multiélémentaire par PIXE/PIGE à haute énergie et développements associés Journée ARRONAX, 16 juin 2011
- **COM19.** Toward Non Destructive Density Measurement Using X-ray Scattering for Roadway Inspection International Symposium « Non Destructive Testing and Evaluation: Physics, Sensors, Materials and Information », Nantes, France, 21-22 November, 2011
- COM20. Arronax, un équipement d'excellence pour les recherches du pôle Nucléaire et Santé du laboratoire SUBATECH Colloque Ingénierie et STIC pour la Santé Institut Mines Télécom, Paris, France, 6-7 mars 2012
- **COM21.** Développement de la méthode d'analyse multiélémentaire **PIXE/PIGE à haute énergie auprès du cyclotron Arronax,** X^e colloque Rayons X et Matière, La Cité – Nantes Events Center, 12 au 15 novembre 2013
- **COM22.** Combined PIXE/PIGE with the high energy beams of the ARRONAX Cyclotron 14th International Conference on Particle Induced X-ray Emission, PIXE 2015, Somerset West (Western Cape, South Africa), 25 February – 3 March 2015
- COM23. Ion beam Applications: Nuclear for Health and Nuclear for Materials at the ARRONAX Facility (Nantes, France) French - Indonesian Joint Seminar PEAC²E (Prosperity by Enhanced Activities on Clean Competitive Energy), Gedung 71 Puspiptek – Serpong, Indonesia, 12 - 13 October, 2015.
- **COM24.** Production de radionucléides innovants pour les applications médicales en diagnostic et en thérapie Séminaire PGO Santé, Telecom Bretagne, Brest, 19 - 20 novembre 2015
- **COM25.** Thorium-232 fission induced by light charged particles up to 70 MeV International Conference on Nuclear Data for Science and Technology, ND2016, Bruges, Belgium, 11-16/09/2016.

CINQ PUBLICATIONS LES PLUS REPRESENTATIVES

J'ai choisi d'extraire les 5 publications suivantes pour représenter mon activité, pour illustrer et couvrir au mieux le spectre de mes différentes thématiques de recherche. C'est un choix personnel qui ne correspond pas forcément aux publications les plus importantes en termes d'impact scientifique...

ACL16. Mass scaling of reaction mechanisms in intermediate energy heavy ion collisions V. Métivier et al., for the INDRA Collaboration, *Nucl. Phys.* A672 (2000) 357–375

Parmi de nombreuses publications, c'est celle qui synthétise ma contribution sur l'étude des mécanismes de réaction aux énergies intermédiaires, correspondant à mon premier sujet de recherches, menées avec le multidétecteur INDRA auprès du GANIL à Caen.

ACL10. Recent results from the CERN lead beam experiments: How close have we come to the quark-gluon plasma? H. H. Gutbrod, L. Luquin and V. Métivier, *Il Nuovo Cimento* **111A** (1998) 921-932

C'est la publication que je choisis pour illustrer ma contribution aux recherches sur le plasma de quarks et gluons ; j'aurais également pu choisir une publication plus liée aux développements expérimentaux que nous avons menés sur le spectromètre à muons d'ALICE, mais la rédaction de ce papier « en petit comité » a été pour moi très intéressante et enrichissante.

ACL23. Vibration-displacement measurements based on a polarimetric extrinsic fibre Fabry-Perot interferometer

H.C. Seat, E. Ouisse, E. Morteau and V. Métivier, Meas. Sci. Technol. 14 (2003) 710-716

C'est la publication que je choisis pour illustrer les développements autour de l'optoélectronique et des fibres optiques que nous avons menés dans le groupe « Instrumentations et Capteurs » de l'école des mines de Nantes au début des années 2000.

ACL25. β -Imaging with the PIM device

J. Samarati, G. Charpak, P. Coulon, M. Leguay, P. Leray, S. Lupone, L. Luquin, V. Métivier, M. Meynadier, E. Morteau, D. Thers, *Nucl. Instr. and Meth.* **A 535** (2004) 550-553

C'est la publication que je choisis pour illustrer ma contribution aux recherches sur les détecteurs gazeux (MPGD) ; j'aurais également pu choisir nos premiers papiers sur Micromégas, mais celle-ci a eu ma préférence car elle concerne une application dans le domaine de la santé, et souligne le privilège que nous avons eu de collaborer sur ce sujet avec Georges Charpak (Prix Nobel de Physique 1992).

ACL35. Development of a PIXE method at high energy with the ARRONAX cyclotron D. Ragheb, C. Koumeir, V. Métivier, J. Gaudillot, A. Guertin, F. Haddad, N. Michel, N. Servagent, J Radioanal Nucl Chem (2014) 302:895–901

C'est la publication que je choisi pour présenter nos travaux en cours et à venir dans le domaine de l'utilisation des faisceaux d'ARRONAX pour l'étude des interactions des rayonnements et particules avec la matière (inerte et vivante).





Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375



Mass scaling of reaction mechanisms in intermediate energy heavy ion collisions INDRA Collaboration

V. Métivier^{a,b}, B. Tamain^{a,*}, G. Auger^c, C.O. Bacri^d, J. Benlliure^h, F. Bocage^a, B. Borderie^d, R. Bougault^a, R. Brou^a, Ph. Buchet^e, J.L. Charvet^e, A. Chbihi^c, J. Colin^a, D. Cussol^a, R. Dayras^e, A. Demeyer^f, D. Doré^d, D. Durand^a, P. Ecomard^c, P. Eudes^b D. Gourio^b, D. Guinet^f, R. Laforest^a, P. Lautesse^f, J.L. Laville^b L. Lebreton^f, J.F. Lecolley^a, A. Le Fèvre^c, R. Legrain^e, O. Lopez^a, M. Louvel^a, N. Marie^c, L. Nalpas^e, M. Parlog^d, J. Péter^a, E. Plagnol^c, A. Rahmani^b, T. Reposeur^b, M.F. Rivet^d, E. Rosato^g, F. Saint-Laurent^c J.C. Steckmeyer^a, L. Tassan-Got^d, E. Vient^a, C. Volant^e, J.P. Wieleczko^c ^a LPC, IN2P3-CNRS, ISMRA et Université, 14050 Caen cedex, France ^b SUBATECH, École des mines de Nantes, IN2P3-CNRS et Université, 44070 Nantes cedex 03, France ^c GANIL, CEA et IN2P3-CNRS, 14076 Caen cedex 5, France ^d Institut de physique nucléaire, IN2P3-CNRS, 91406 Orsay cedex, France ^e CEA/SACLAY, DAPNIA/SPhn, 91191 Gif-Sur-Yvette cedex, France ^f Institut de physique nucléaire Lyon, IN2P3-CNRS et Université, 69622 Villeurbanne cedex, France ^g INFN, Universita di Napoli Federico II, 180126 Napoli, Italy h University of Santiago de Compostela, E15706 Santiago de Compostela, Spain Received 30 March 1999; revised 8 December 1999; accepted 20 December 1999

Abstract

Reaction mechanisms have been studied for two nearly symmetrical systems of different total mass, between 25 and 74 *A* MeV. It is shown that collisions are mostly binary whatever the system mass and the bombarding energy. From the slowing-down of the partners, it is possible to establish the continuous evolution from quasielastic to (completely) damped collisions. It turns out that results are independent of the total system mass if involved energies are expressed in *A* MeV. The occurrence of mid-rapidity emission is also considered and may be used to establish a link between mechanisms observed at low and high bombarding energy. Part of it corresponds to a fast decay of outgoing partners. © 2000 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

PACS: 25.70.-z

Keywords: NUCLEAR REACTIONS; Reaction mechanisms; Hot nuclei; Energy deposit; Decay properties

^{*} Corresponding author. E-mail: tamain@caelav.in2p3.fr

^{0375-9474/00/\$ –} see front matter $\,$ © 2000 Elsevier Science B.V. All rights reserved. PII: S0375-9474(99)00850-7

V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

1. Introduction

Reaction mechanisms involved in nucleus–nucleus collisions have been extensively studied at low (< 10 A MeV) [1–3] and high (A GeV) [4,5] bombarding energies. In the low energy regime, the violent collisions correspond either to fusion or to deep inelastic mechanisms, depending on the involved impact parameters or charge product ($Z_1 Z_2$) of the initial nuclei. In this case, moderately excited nuclei are released which further decay by fission or evaporation. For high bombarding energies, the generally proposed description is based on the participant–spectator picture in which the main ingredient is the geometrical overlap between the interacting nuclei.

In the low energy case, thermal equilibrium is achieved during the collision and the subsequent decay is described in a statistical approach. In the high energy case, single nucleon–nucleon collisions play a determinant role and a statistical description is far more questionable. In between, in the intermediate energy regime, the situation has been unprecise for many years. On the one side, some data have been interpreted in extending the high energy description [6] (participant–spectator mechanism). On the other side, an extension of the low energy picture has often been proposed [7–10]: deep inelastic collisions which have first been recognized in reference [11,12] for the Ar + Ag system have also been observed in the case of light [11,12] and heavy systems [13–18] at moderate bombarding energies, but many data have been interpreted by using the concepts of incomplete fusion or massive transfer with preequilibrium emission (see for example [7]).

From an experimental point of view, the distinction between incomplete fusion and deep inelastic collisions has not often been addressed because the experimental devices were not able to give a general insight of the collision products. For instance, the decay properties may be similar for an incomplete fusion nucleus and for a heavy target-like partner resulting from a deep inelastic process. In both cases, the excited nucleus will recoil in the forward direction with a velocity smaller than the center of mass one (in direct kinematic reactions). To distinguish between these two processes, it is necessary to detect also the remaining part of the system: in the fusion case, it will be preequilibrium particles escaping from the system; in the case of a deep inelastic process, it will be the light slowed down quasi projectile partner. A further difficulty lies in the fact that the decay step may be far more complicated than at lower bombarding energies since multi-fragment emission occurs. In order to get a better insight of the involved reaction mechanisms, it is necessary to perform experiments in which most of the outgoing products are detected in order to be able to "reconstruct" the original partner(s) (if any) before decay. Such an approach is possible with 4π devices which are now available. Of special interest is INDRA because of its large geometrical acceptance (about 90%), its good charge resolution (up to Z = 56), its ability to identify in mass up to Z = 5, and its low thresholds ($\approx 1-1.5 \text{ A MeV}$) [19]. Recent data obtained with this device have shown that binary collisions are quite dominant and that the fusion cross section is very small even for light systems [20-22]. It has also been possible to establish that dynamical effects play a sizeable role and that many intermediate mass fragments (IMF) and light charged particles (LPC) may be attributed to neck (intermediate velocity) emission [23]. Similar results have been obtained with

359

V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

other 4π devices [14,24–26]. In this paper, we address the question of the evolution of the observed reaction mechanisms with the total mass of the system and with bombarding energy. For this purpose, we consider two nearly symmetrical systems ³⁶Ar + KCl and ¹²⁹Xe + ^{nat}Sn studied from 32 (resp. 25) to 74 (resp. 50) *A* MeV bombarding energy. We will conclude that most collisions are binary for both systems at any bombarding energy. The dissipated energy distributions are very wide and extend in any case from zero (elastic scattering) to full damping. They are quite similar for the Ar + KCl and Xe + Sn systems if the dissipated energy is expressed in MeV/*A*. The deviation from a pure binary process (neck emission) is also clearly evidenced. It establishes a link between the low energy pure binary process and the participant spectator picture of the high energy limit in the sense that neck-emission results from the overlap region between both partners during the collision. In the last section, it is shown that neck emission do not result necessarily from a third participant zone but may reveal the formation of highly deformed final binary products.

2. Description of the experiment

The INDRA array has been used to study the (nearly) symmetrical systems Ar + KCl and Xe + Sn at 32, 40, 52, 74 *A* MeV and 25, 32, 39, 45, 50 *A* MeV respectively. The 410 μ g/cm² KCl target was deposited on a 24 μ g/cm² carbon backing. The 350 μ g/cm² natural Sn target was self-supported. The ³⁶Ar and ¹²⁹Xe beam intensities were adjusted low enough ($\approx 3 \times 10^7$ pps) to keep the random coincidence rate below 10⁻⁴. The trigger condition was based on the detected particle multiplicity. More than 2 (Ar + KCl) or 3 (Xe + Sn) INDRA modules should be fired to allow event registration. For such trigger conditions, all central and most of peripheral collisions were registered. Very low intensity "multiplicity 1" runs were also accumulated in order to carefully measure the involved cross sections. At last "empty-target" runs were used to test the negligible contribution of background and slit scattering.

Let us recall that INDRA modules consist of $\Delta E - E$ telescopes including gas, silicon and CsI detectors [19]. Identification was achieved from $\Delta E - E$ maps or from light pulse shape analysis in CsI detectors. It has been possible to achieve Z identification up to 56 (below 45°) and isotope identification up to Z = 5 with one charge (mass) unit resolution. Energy calibrations have been performed in various ways: radioactive sources have been used for alpha particles. Beam elastic scattering has been used for fragments. For lighter IMF or particles an intense 95 A MeV ¹⁶O beam was fragmented on a C target; the fragmentation products were then driven on the INDRA target (C or Ta target); the corresponding elastic scattering products could be detected in various INDRA modules. By using all these crossed methods, it has been possible to get precise energy calibration for any detected product. Special attention was given to pulse height defect in silicon detectors or light output from CsI scintillators [27]. V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

3. Event sorting

360

As described in Section 2, the trigger condition we used did not select a defined class of events. Instead, many peripheral and all central collisions were registered; it was thus necessary to achieve an off-line event sorting.

The INDRA efficiency reflects the geometrical space coverage (90%) and the identification thresholds ($\approx 1-1.5 A$ MeV). Despite their low values, identification thresholds are disturbing for peripheral reactions leading to a very slow target-like product. On the other hand, many projectile-like fragments are lost in the forward hole below 2°. Such inefficiencies are clearly noticed in Figs. 1(a)–(d) which are examples of two-dimensional plots for the total detected charge Z_{tot} and the total pseudo linear momentum $P_{\text{par}} = \sum Z_i V_{i//}$. Here the sum extends on all charged products detected in the event. For each product, Z_i is the charge and $V_{i//}$ the velocity component on the beam axis. In Fig. 1, Z_{tot} and P_{par} are normalized to their expected values (total available charge and projectile pseudo linear momentum).

In each plot, one can distinguish three zones: events with low Z_{tot} and P_{par} (zone A) correspond to peripheral collisions for which both the projectile-like (PLF) and target-like (TLF) fragments have not been detected because of the forward INDRA hole below 2° and threshold effects (respectively). For events located in zone B, the PLF has been detected but the TLF remains undetected. At last, for events located in zone C, a quasi "complete detection" is achieved. In the following, these events will be labelled "complete events".



Fig. 1. Contour plots "total pseudo linear momentum–total charge" for events detected in Ar + KCl and Xe + Sn systems at two bombarding energies. The measured quantities have been normalized to their expected values.



Fig. 2. Charged particle total multiplicity distributions for the Xe + Sn system at 39 *A* MeV. Full curve: all events; dashed curve: "complete events"; dotted curve: "complete events" (see text).

Most of central or violent collision events are located in this zone and most of peripheral ones in zones A and B. In order to establish more clearly such a feature, one has to sort the events according to the impact parameter, i.e., the violence of the collision. The total charged particle multiplicity in each event may be used for this purpose.

In Fig. 2, this quantity has been plotted for the Xe + Sn system at 39 A MeV: the full curve corresponds to all registered events. The dashed one is associated with complete events (zone C in Fig. 1). The dotted line corresponds to zone B + C. For event in zone B it has been assumed that only one large fragment (TLF) has been missed because of the thresholds and the event multiplicity is the measured one corrected for single TLF undetected fragment. In the following of the paper these "corrected" events will be included in some figures for the Xe + Sn system. The atomic number and momentum of the TLF have been obtained from conservation laws.

From Fig. 2 it turns out that most central events (multiplicities larger than 35) have been "completely detected", whereas "incomplete detection" occurs mainly for peripheral ones for which thresholds and forward hole effects are dramatic.

Another piece of information is obtained from Fig. 3 where the Intermediate Mass Fragment (IMF: $Z \ge 3$) multiplicity distributions are shown for both systems at various bombarding energies. "Complete events" have been selected. Large multiplicities are reached which indicate the contribution of violent collisions in which the system has been widely disintegrated. The fact that the distributions do not evolve strongly with the bombarding energy is an indication of a slow evolution of the mean deposited energy with the bombarding energy. Larger multiplicities are reached in the Xe + Sn case reflecting the fact that the Xe + Sn system mass is three times larger than the Ar + KCl mass. This scaling factor may be recognized in looking at the fragment ($Z \ge 9$) multiplicity distribution for the Xe + Sn system which looks quite similar to the IMF ($Z \ge 3$) distribution for the Ar + KCl one.

In order to sort the events according to the violence of the collision, it is better to use kinematical rather than static variables such as multiplicities [23]. In our case, we used the laboratory transverse energy measured in an event. The simplest one is the *total* transverse energy





Fig. 3. IMF ($Z \ge 3$) or fragment ($Z \ge 9$) multiplicity distributions for Ar + KCl and Xe + Sn systems at various bombarding energies. Only "complete events" have been considered.

$$E_{\rm t} = \sum_{i=1}^M e_i \sin \theta_i,$$

where e_i is the measured kinetic energy of particle *i* emitted at an angle θ_i to the beam, the summation extending over all the detected particles. However, the *total* transverse energy is not necessarily correlated with the violence of the collision (for instance, the total transverse energy can be large for elastic scattering). Moreover, threshold effects are stronger for heavy remnants. Hence, we considered only the transverse energy E_{t12} removed by light charged particles (Z = 1, 2). Indeed, the larger the dissipated energy (i.e., the violence of the collision) is, the larger are the number and the energy of emitted light charged particles. In Fig. 4 are shown E_{t12} distributions obtained for all events and for various systems and bombarding energies. The upper abscissa refers to an "experimental impact parameter" obtained in assuming a correlation with E_{t12} :

$$\pi b_{\exp}^2 = \int_{E_{t12}}^{E_{t12}\max} \frac{d\sigma}{dE_{t12}} dE_{t12}$$

The E_{t12} distributions shown in Fig. 4 are quite broad telling that a wide range of energy damping is explored by the collisions. It also appears that most violent events have been completely detected since dashed and solid curves are similar for large E_{t12} values.

6

10





Fig. 4. Light charged particle (Z = 1, 2) transverse energy (E_{t12}) distributions for Ar + KCl and Xe + Sn reactions at various bombarding energies (full lines). The experimental impact parameter (upper scale) has been obtained in assuming a correlation with E_{t12} . The dashed curves correspond to "complete events". The dotted distributions correspond to "completed events for the Xe + Sn system (see text). The transverse energy distributions are quite broad. The largest values correspond mostly to "complete" events, i.e., to events which have been completely detected (see text).

V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

For the following analysis of the paper, the distributions have been divided in 6 zones corresponding to a decreasing violence or increasing impact parameters. They have been arbitrarily defined according to selected ranges in b_{exp} : 0–1, 1–2, 2–3, 3–4, 4–6, > 6 fm for Ar + KCl and 0–1, 1–3, 3–5, 5–7, 7–9, > 9 fm for Xe + Sn.

4. General overview: dominance of binary mechanisms

The binary character of the collision may be easily recognized from Fig. 5 which are $Z - v_{//}$ plots for products with $Z \ge 3$ detected in complete (or "completed": see the figure caption) events. Z is the product charge number, $v_{//}$ is its velocity projection on the main axis of the event, i.e., the main axis of the ellipsoid describing the momentum tensor of fragments [28]. In Fig. 5, several $Z - v_{//}$ plots are shown corresponding to various E_{t12} bins selected in Fig. 4 for Ar + KCl and Xe + Sn at 50 A MeV. In most cases, the distributions exhibit clearly two contributions corresponding to PLF and TLF; only for very violent collisions, this separation becomes difficult or meaningless. Such a result of the dominance of binary behaviour has been observed in many cases but in our analysis we have made an exhaustive analysis of the events with a special emphasis on the most violent ones which are retained by selecting the complete (or completed) events. In Fig. 5, it also appears that light fragments are not so well correlated with PLF or TLF; instead their velocity distribution is rather wide, covering the whole velocity domain from the PLF to TLF velocity. Here is a signature of the so-called intermediate velocity or neck-emission already discussed in the introduction and in Refs. [23,29]. It is useful to try to extract the charge fraction corresponding to this emission. This has been achieved in Refs. [23,29] where a value of about 20% to 40% has been obtained for midperipheral Xe + Sn and Ar + Ni collisions.

5. Two source properties

Let us concentrate on the two sources clearly resolved from Fig. 5. We will call them quasi-projectile (QP) and quasi-target (QT). Our purpose in this section is to extract their velocities in order to deduce the corresponding slowing-down during the collision. This is not so simple since the QP–QT may multifragment and emit many products leading to detected PLF and TLF. It is hence necessary to find a way of reconstructing the primary sources before decay. This reconstruction procedure has to be such that the intermediate velocity contribution does not perturb it too much. It turns out that the thrust method described below is efficient to achieve this reconstruction if one reconstructs the QP and QT from the detected fragments in excluding Z = 1 (Ar + KCl case) or Z = 1, 2 (Xe + Sn case). The thrust method consists in looking for the repartition which maximizes the quantity [30]:

$$T = \frac{\left|\sum \overrightarrow{Pi}\right| + \left|\sum \overrightarrow{Pj}\right|}{\sum \left|\overrightarrow{Pk}\right|}.$$



V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357–375

Fig. 5. $Z - v_{//}$ distributions (linear scale) for products with $Z \ge 3$ emitted in events which have been sorted according to E_{t12} (from peripheral to central collisions). $v_{//}$ is the c.m. velocity projection on the event main axis. The two source behaviour is clearly recognized for all collisions but the most central ones. Complete (completed) events have been retained for Ar + KCl (Xe + Sn resp.) collisions.

In the numerator, each summation includes fragments which were attributed to one or the other source (QP or QT). The denominator is simply a scaling factor. Such a method is fully correct if only two sources are involved. It leads to underestimated (overestimated) laboratory velocities for QP (QT resp.) if some intermediate velocity contribution has been included. However, the corresponding errors are limited [23]. This conclusion may



V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

Fig. 6. Invariant $v_{//} - v_{\perp}$ plots from alpha emission from the Xe + Sn system at 50 A MeV ("completed events"). The reference axes are parallel and perpendicular to the main axes of the momentum tensor. Various plots correspond to various E_{t12} bins (see Fig. 4 and text). The circles are centered on the QP velocity calculated from the thrust method. Their radius is 2.25 cm/ns. They are in reasonable agreement with the Coulomb rings suggested from data.

be obtained from Fig. 6 where $v_{//} - v_{\perp}$ contour plots have been constructed for alpha particles. Only the QP contribution is shown in order to get rid of threshold effects. The plotted circles have been centered at the average source velocities calculated from the thrust method. They are coherent with the Coulomb rings exhibited by the data which indicates that the thrust method gives a good description of the involved QP and QT sources even if the observed ridge smears out for most violent collisions.

6. Wilczynski plots

It is then possible to correlate the QP–QT relative slowing-down with the event rotation angle, i.e., the polar angle θ between the beam and the main axis of the event. One gets plots quite similar to the Wilczynski plots obtained at low incident energies. Similar pictures have been obtained for heavier (Pb + Au [14]) as well as for lighter (Ar + Al [12]) systems. Figs. 7 and 8 correspond to Ar + KCl and Xe + Sn systems respectively. In the ordinate, the relative QP–QT velocity has been expressed in relative kinetic energy ($\frac{1}{8}v_{rel}^2$). This formula takes into account the fact that the systems of interest are almost mass symmetrical in the entrance channel. In the Xe + Sn case, "completed" events have been considered which



V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357–375

Fig. 7. Wilczynski plots (see text) for the Ar + KCl system at various bombarding energies (complete events). The ordinate is the reconstructed QP–QT relative kinetic energy (see text). The abscissa is the angle between the beam direction and the main axis of each event. A log scale has been used for the contour lines. The arrows correspond to the initial relative projectile–target velocity.



Fig. 8. Similar to Fig. 7 for Xe + Sn system completed events.

V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

explains why small relaxation events have been retained. As expected, small relaxations correspond to small rotation angles whereas maximum relaxation may correspond to any θ value (orbiting or fusion). The observed correlations are wider for Ar + KCl due to small size effects. Very small relaxations do not appear for this system because only complete events have been considered. On the other hand, maximum relaxation may correspond to fusion since the thrust method imposes two sources even if fusion occurs: in this case, the fusion source has been artificially cut in two pieces. It is important to notice that there is a continuous evolution from small to large relaxations and that there is no event accumulation around complete relaxation as at lower bombarding energies [2].

This result is also clearly seen in Fig. 9 which is obtained from a projection on the ordinate axis of Figs. 7–8. The relative QP–QT velocity v_{rel} has been expressed in A MeV and transformed in a mean "energy loss" from the relation $\varepsilon^* = \varepsilon_{cm} - \frac{1}{8}v_{rel}^2$, ε_{cm} being the available c.m. kinetic energy per nucleon. ε^* would be the dissipated energy and the total QP–QT excitation energy if the reaction mechanism would be purely binary (deep



Fig. 9. Dissipated energy distributions (see text) for Ar + KCl and Xe + Sn systems at various bombarding energies. Full curves: "complete events"; dotted curves: "completed events" (see text). The "completed event" curve could not be obtained for Ar + KCl system because of the target backing contribution. The arrows correspond to the maximum possible energy loss (available c.m. energy).

inelastic collisions). It is not really the case because of preequilibrium and intermediaterapidity emissions.

On the low energy side of the distributions, small ε^* values are not observed because they have been suppressed by the requirement of complete detection. If one includes incomplete events (zone B in Fig. 1: dashed curve for Xe + Sn system), lower ε^* values are obtained. The arrows correspond to the initial available energy. It turns out that for any bombarding energy, these limits are approximately reached, but with a small cross section. At this point, it is necessary to stress that the thrust method itself is incorrect for the events for which there is a single source (fusion events), since one assumes a priori that two sources are present. Fusion events are hence hidden in the high energy tail of the ε^* distributions. They were isolated and studied elsewhere [31].

An important conclusion of Fig. 9 is the large values reached by ε^* which may exceed 10 *A* MeV with a small, but sizeable cross section when the bombarding energy exceeds 50 *A* MeV. Moreover, the distributions obtained for Ar + KCl and Xe + Sn are quite similar and extend to similar high ε^* values. Hence, the energy deposit when expressed in *A* MeV does not depend on the system mass.

Of course one may wonder about the degree of equilibrium of ε^* , i.e., the degree of sharing of ε^* among the various possible degrees of freedom. In the extreme situation of strong preequilibrium emission ε^* would be removed by few particles with large kinetic energies. In the other extreme of complete equilibrium ε^* would be shared among many evaporated particles. The experimental results of Figs. 10 and 11 better support the second situation or at least a sharing of ε^* among many degrees of freedom. Indeed if it would not be the case, the correlation between ε^* and various mean detected multiplicities would significantly evolve with the bombarding energy, i.e., with the importance of preequilibrium emission. In any case, these results indicate that the stopping power of nuclear matter is significant even below the threshold of nucleon excitation.

From Figs. 10 and 11, it can be inferred that ε^* is a linear function of light charged particle multiplicity as expected for dissipated energies. The saturation at very large ε^* values for the Ar + KCl system reflects the finite size of the system. It turns also out that larger dissipation is really reached for increasing bombarding energies. The situation is a little more complicated for IMF because they are essentially emitted at intermediate velocity. At last, here again, one may note the mass scaling between both systems: similar behaviours are observed for fragments ($Z \ge 9$) and IMF ($Z \ge 3$) in the Xe + Sn and Ar + KCl cases respectively. The multiplicity around 2 reflects the multiplicity of heavy PLF and TLF remnants. For Xe + Sn at moderate energy, fission of the QP (or QT) may be responsible for fragment multiplicities larger than 2.

7. Reaction mechanisms for intermediate bombarding energies: the link between low and high energies

We have seen in previous sections how reaction mechanisms at intermediate bombarding energies are mainly two-body processes. From this point of view, they look like deep





Fig. 10. Various charged particle multiplicities (mean values — points — and RMS — bars —) as a function of ε^* (see text) for the Ar + KCl system at different bombarding energies. The observed correlations do not depend on the bombarding energy. "Complete events" have been selected.

inelastic collisions observed at low energy. However we also stressed that intermediaterapidity emission plays a sizeable role. It will be shown elsewhere [29] that it corresponds to the geometrical overlap region between target and projectile nuclei at the beginning of the collision. If two main bodies are released after the collision, this zone may first correspond to "emission" from primary nucleon–nucleon collisions and either lead to a third body reminiscent of the participant zone at high bombarding energies, or be attached to the outgoing QP or QT which are then created highly deformed and may undergo afterwards fast fragment decay. In this section, we will establish that this last scenario really takes place and may explain part of fragment emission. For this purpose, we will concentrate on the 50 A MeV Xe + Sn system. We will consider only events with three fragments ($Z \ge 9$). Our results will indicate that most of these fragments are really sequentially emitted from the QP (or QT) which justifies a posteriori the fact that they were considered in the thrust analysis as QP and QT decay products.

Let us first remark from Fig. 3 that three-fragment ($Z \ge 9$) events are very probable. We have selected such complete events and used the thrust method to attribute the fragments to QP or QT. The fragments belonging to the same source will be labelled 2 (the lightest) and 3 (the heaviest). The last one is labelled 1. We then sorted the events according to E_{t12} , as in Section 3.



V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357-375

Fig. 11. Various multiplicities (total, light charged particles, IMF: $Z \ge 3$ and fragments: $Z \ge 9$) as a function of ε^* (see text) for the Xe + Sn system at different bombarding energies. "Completed events" have been selected.

In Fig. 12, relative velocity distributions are shown for each fragment pair in an event for the six E_{t12} bins. For low E_{t12} values, the corresponding distributions are quite separated. One is peaked around the expected Coulomb value (the arrows have been obtained from the Viola systematics [32]) and two are centered at large relative velocity values which are reminiscent of the relative velocity of the outgoing QP and QT. The first distribution corresponds to fragments 2 and 3 which are attributed to the same source by the thrust method (solid line). The other distributions (dashed and dotted in Fig. 12) correspond respectively to fragment pairs 1-3 and 1-2. One observes that the mean relative velocity is larger for the heaviest fragment. For increasing E_{t12} the dashed and dotted distributions get closer to the solid one. They cannot be superimposed because of the thrust method itself. In any case the relative distribution of the two fragments attributed to the same source exhibits a Coulomb behaviour.

Correlatively, the Dalitz plots for fragment charges shown in Fig. 13 indicate that the most peripheral collisions (low E_{t12}) correspond to one big and two smaller fragments, which is coherent with a sequential QP (QT) decay, whereas the three fragments have



V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357–375

Fig. 12. Relative velocity distributions for various fragment pairs (see text) in three fragment ($Z \ge 9$) complete events. System Xe + Sn at 50 *A* MeV. Events have been sorted according to E_{t12} . E_{t12} is increasing from the upper-left corner to the lower-right one. The corresponding experimental impact parameters (see Section 3) are also indicated. The arrows correspond to the Coulomb velocity (Viola systematics).



Fig. 13. Dalitz plots for the fragment charges obtained in three fragment ($Z \ge 9$) events. System Xe + Sn at 50 *A* MeV. Events have been sorted according to E_{t12} as in Fig. 12. Let us remind that in a Dalitz plot, the three distances between the representing point of an event and the three sides of the reference triangle are proportional to the three correlated measured quantities (here the three fragment charges).

equal size for more central reactions. These two pictures are coherent with a scenario in which most reactions lead to two partners which further decay.

Figure 14 gives another interesting piece of information concerning fragment angular correlations. The plotted angular distributions refer to the relative angle α between the event main axis (QP–QT axis oriented from fragment 1 to the partner source: see upper part of Fig. 14) and the QP (QT) secondary break-up axis. The latter has been oriented from the lightest to the heaviest decay product. It turns out that α distributions are peaked at 0° for small E_{t12} values (semiperipheral reactions) and evolve to bell shaped curves centered at 90° for large E_{t12} . This means that the lightest QP (QT) decay product is



Fig. 14. Upper part: schematic representation of the three involved fragments and definition of α : α is the angle between the event main axis and the QP (QT) secondary break axis. Lower part: α distributions for various E_{t12} bins. System Xe + Sn at 50 A MeV. The lightest product is preferentially emitted between the QP and the QT for low E_{t12} values.

V. Métivier et al. / Nuclear Physics A 672 (2000) 357–375

preferentially emitted between the QP and the QT and that the heaviest one is emitted at larger c.m. velocity (This property was also visible in Fig. 5 where it appears that the heaviest PLF fragment has generally a large velocity.) The behaviour obtained for low E_{t12} is quite similar to results obtained by Stefanini et al. [26]. It may correspond to a primary dissipative process leading to an elongated QP or QT which is released beyond its saddle point and would irreparably undergo a fast decay before full equilibrium. Such a scenario is evidently connected with viscosity properties of nuclear matter and should be carefully studied in the future [33].

8. Conclusion

374

We have observed in this paper the continuous evolution of reaction mechanisms from peripheral to central collisions for two nearly symmetrical systems of total mass 80 and 250 u. Both systems exhibit the same behaviour in most of the collisions: two main bodies (QP and QT) are released which further decay. It has been possible to calculate the QP and QT velocities from their decay product characteristics. We observed a mass scaling between both systems. The multiplicities of IMF ($Z \ge 3$) and fragments ($Z \ge 9$) are about the same for Ar + KCl and Xe + Sn respectively. The dissipated energies in A.MeV are similar in both cases and can exceed significantly the binding energy of the system. In both cases, a small part of the cross section may correspond to full relaxation with a small contribution of fusion-like reactions. The dominance of binary mechanisms with a wide range of dissipated energies is also obtained in many theoretical works based on QMD [34] or Landau-Vlasov [35] or AMD [36] calculations. In every case the continuous evolution of damping from peripheral to central collisions is observed with the occurrence of dynamical effects responsible for neck emission at intermediate velocity. Such an intermediate emission is also observed in this experiment. Part of it corresponds to a decay of QP (QT) before full equilibrium of all, including shape, degrees of freedom. Such phenomena reflect the role of the geometrical overlap between the projectile and the target as the participant zone at larger bombarding energies. Their detailed study can be used to determine the evolution with temperature of viscosity properties of nuclear matter.

References

- [1] W.U. Schröder, J.R Huizenga, Ann. Rev. Nuc. Sci. (1977) 465.
- [2] M. Lefort, C. Ngô, Ann. Rev. Nuc. Sci. 3 (1978) 5.
- [3] T. Tanabe et al., Nucl. Phys. A 342 (1980) 194.
- [4] W. Greiner, H. Stöcker, The Nuclear Equation of State, NATO ASI Series B, Physics, Vol. 216A, Plenum, New York, 1989.
- [5] J. Gosset et al., Phys. Rev. C 16 (1977) 629.
- [6] R. Dayras et al., Nucl. Phys. A 460 (1986) 279.
- [7] E. Suraud et al., Prog. Nucl. Part. Sci. 23 (1989) 357, and references therein.
- [8] E. Plagnol et al., Phys. Lett. B 321 (1989) 11.

- [9] G. Auger et al., Phys. Lett. B 169 (1986) 161.
- [10] K. Hagel et al., Phys. Rev. Lett. 68 (1992) 2141; Phys. Rev. C 50 (1994) 2017.
- [11] B. Borderie et al., Phys. Lett. B 205 (1988) 26.
- [12] M.F. Rivet et al., in: Proc. XXXI Int. Winter Meeting on Nucl. Phys., Bormio, 1993, p. 92.
- [13] J.C Steckmeyer et al., Phys. Rev. Lett. 76 (1996) 4895.
- [14] J. Péter et al., Nucl. Phys. A 593 (1995) 95.
- [15] R.J. Charity et al., Z. Phys A 341 (1991) 53.
- [16] J.F Lecolley et al., Phys. Lett. B 325 (1994) 317.
- [17] L. Stuttgé et al., Nucl. Phys. A 539 (1992) 511.
- [18] R. Bougault et al., Nucl. Phys. A 587 (1995) 499.
- [19] B. Lott et al., Phys. Rev. Lett. 68 (1992) 3141.
- [20] E. Berthoumieux et al., Phys. Rev. C 57 (1998) 1788.
- [21] J. Pouthas et al., Nucl. Instrum. Methods A 353 (1995) 418.
- [22] V. Métivier et al., in: Proc. Conf. Heavy Ion Physics and Hot Nuclei, Anaheim, CA, 2–4 April 1996, p. 141.
- [23] J.L. Charvet et al., in: Proc. XXXV Int. Winter Meeting on Nuclear Physics, 1997, p. 309.
- [24] M.F. Rivet et al., Phys. Lett. B 388 (1996) 219.
- [25] J. Lukasik et al., Phys. Rev. C 55 (1997) 1906.
- [26] J. Töke et al., Phys. Rev. Lett. 75 (1995) 2920.
- [27] C.P. Montoya et al., Phys. Rev. Lett. 73 (1996) 3070.
- [28] A.A. Stefanini et al., Z. Phys. A 351 (1995) 167.
- [29] G. Tabacaru et al., Nucl. Instrum. Methods A 428 (1999) 379.
- [30] J. Cugnon, D. L'Hôte, Nucl. Phys. A 397 (1983) 519.
- [31] T. Lefort et al., Nucl. Phys.A, in press and E. Plagnol et al., Phys. Rev. C, in press.
- [32] M. Brandt et al., Phys. Lett. 12 (1964) 57.
- [33] N. Marie et al., Phys. Lett. B 391 (1997) 15.
- [34] V.E. Viola et al., Phys. Rev. C 31 (1985) 1550.
- [35] F. Bocage et al., submitted to Nucl. Phys. A.
- [36] R. Nebauer, J. Aichelin, Nucl. Phys. A 658 (1999) 67.
- [37] Z. Basrak, P. Eudes, in: Proc. 7th Int. Conf. on Clustering Aspects of Nucl. Struc. and Dyn., June 14–19, Rab, Croatia, 1999.
- [38] R. Wada et al., to be published.

375

VOL. 111 A, N. 8-9

Agosto-Settembre 1998

IL NUOVO CIMENTO

Recent results from the CERN **lead beam experiments: How close have we come to the quark-gluon plasma?**(*)

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER

SUBATECH - Ecole des Mines de Nantes, F-44070 Nantes Cedex 03, France

(ricevuto il 22 Giugno 1998; approvato il 28 Luglio 1998)

Summary. — Recent results from various heavy-ion SPS experiments are briefly discussed. Various observables, possibly affected by a quark-gluon plasma phase, are presented. Those data indicate strong interacting matter at the parton level and a thermalized system at the hadronic level. A short introduction into the future programs at RHIC and LHC is given.

PACS 25.75 – Relativistic heavy-ion collisions. PACS 01.30.Cc – Conference proceedings.

1. – Introduction

Ultrarelativistic heavy-ion physics is motivated by its search for the equation of state of matter in its most extreme form, one which must have existed during the first micro seconds after the beginning of the Universe, the Big Bang. At that time—we assume— the Universe was about 1 km in diameter, the deconfined quark-gluon plasma matter with a baryon chemical potential $\mu = 0$, underwent a phase transition into hadronic matter. If this transition was of first order, then the pressure went suddenly to zero, the Universe continued expanding in a free streaming mode, not any longer accelerated by the huge thermal pressure. Such a phase transition of first order is predicted by QCD lattice calculations for a finite lattice at an energy density around 2–3 GeV/fm³. When water vapour starts condensing at 100 degree Celsius one can reverse this transition by heating up the water. Most phase transitions we encounter each day, however, are not reversible, like cooking potatoes or other vegetables, or raw eggs. Through the cooking process irreversible structural changes are added which cannot be changed by simply changing back the temperature. The Frankfurt theory group has speculated that there may be another degree of freedom open for the condensation process of the quark-gluon plasma into a

^(*) Paper presented at the XVI Nuclear Physics Divisional Conference Structure of Nuclei Under Extreme Conditions, SNEC 98, Padova, March 31 - April 4, 1998.

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER

hadron plasma: the degree of strangeness. They call these particles "Strangelets" or "MEMOS" (Metastable Exotic Multistrange Objects). We assume today that the Early Universe was in a symmetric state, *i.e.* the number of particles equalled the number of antiparticles. Today we see this symmetry broken and we find up to today the Universe to consist of more than 99% of matter and only less than 1% of antimatter [1]. Somewhere in the history of the Universe this symmetry was broken.

We hope that nuclear collisions produce—for a fleeting moment— a mini-bang when thousands of particles and antiparticles are created and form a quark-gluon fireball which expands extremely fast via a phase transition into a hadronic fireball. With the largest nuclei now available at CERN we hope that the system of created particles and antiparticles gets thermalised and emits signals which we can identify as an unambigous signal of a phase transition.

Early on, Jan Rafelski has predicted that strangeness production should be enhanced in nuclear collisions where a QGP has been formed [2]. Many predictions were made for a "black-body" radiation of real and virtual thermal photons. Satz and Matsui predicted the melting of the c \bar{c} resonances like the J/ ψ when they pass through a quark-gluon plasma [3]. High-momentum particles and jets should be "quenched" in the QGP. Directed Baryon Flow should disappear due to the softening of the equation of state [4]. Creation and decay of a disoriented chiral condensate should give testimony of the QGP state via fluctuations in the ratio of charged-to-neutral particles [5]. The CERN SPS experimental program has focused on all these topics and will be reviewed here briefly.

Figure 1 shows the phase diagram of matter as temperature with respect to density and strangeness. From this plot it gets clear that the QGP-hadron gas phase transition might be more complex and contain an irreversible path like mentioned above.

The space-time evolution of a nuclear collision is viewed in fig. 2 and keywords describe the different phases as well as their most promising signals. The J/ψ production is considered to happen in the first collisions only. Each phase radiates its temperature radiation. The size of the mixed phase depends on the transition temperature, the size of the system as well as the expansion velocity of the QGP.

2. - Baryon stopping

One of the claims of this physics is to learn about the Early Universe. We certainly have no chance to study the Universe with its huge gravitational phenomena. Our interest, however, is to study the "little bang" with matter as close to what we think existed then: we like to have the produced matter in a "baryon-free" state, *i.e.* the number of baryons equals that of antibaryons. Since we produce the particles via "energy carriers", the beam particles, we need to know whether their quarks did leave the interaction region or not.

In nuclear collisions at all energies so far we have been surprised to observe a strong stopping power. This moves the incoming baryons into the center of mass of the collision and the fireball of produced particles and antiparticles has lost its symmetry. Hope is that we will surely obtain a baryon-free QGP at LHC energies, if not already at RHIC.

The NA49 experiment measured nearly all particles in a large TPC and could extraxt a rapidity distribution of protons and antiprotons, as well as of Λ and $\overline{\Lambda}$ particles. Figure 3 shows clearly that a large amount of baryons is found at mid-rapidity, however not as peaked as predicted from the early RQMD calculations.

We see no surprise in the global observables in Pb+Pb collisions, like, *e.g.*, the Transverse and Forward Energy Flow as measured in NA49 and WA98. The Stopping power—predicted to be very large in the early 90's by the RQMD calculations from the Frankfurt

922

Recent results from the ${\rm CERN}$ leadbeam experiments etc.



Fig. 1. – Phase diagram of matter.

group—is indeed seen as such in the proton rapidity distribution of NA49. An indication of a "boost invariance" is seen when looking at the inverse-slope parameters of the proton distribution as a function of rapidity (NA49).



Fig. 2. - Possible space-time evolution of a nuclear collision at very high energies.

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER



Fig. 3. – Rapidity distributions for net protons, net Λ and net baryons (solid line) for Pb+Pb. For comparison, net-baryon distribution for central S+S (triangle) is also shown, scaled by a factor 7 [6]. A large amount of baryons is found at mid-rapidity.

3. - Particle production

Since the entropy can be determined by the number of produced particles, it is important to measure multiplicities and to compare with realistic calculations. In the case of a quark-gluon plasma production, the entropy per baryon should be enhanced. Charged and neutral multiplicity distributions for minimum bias and central events are shown in fig. 4. Central-event multiplicities are well reproduced by calculations with the VENUS code based on the string model [7]. Precise analysis of the measured entropy per baryon should then be an indication on a QGP phase.



Fig. 4. – Charged and neutral multiplicity distributions for minimum bias (open circles) and central events (closed circles) measured by the WA98 experiment [19].

Recent results from the CERN leadbeam experiments etc.



Fig. 5. – Centrality dependence of the asymmetry in the baryon and pion emission at the target rapidity (WA98, [16]).

4. – Energy density

As the volume and the density reached in these collisions cannot be measured directly, we base our calculations on a simple picture developed by Bjorken [8]: we assume that all the produced particles originate in a cylinder with an area of the geometrical overlap and a length defined by the formation time of these particles. The transverse energy carried by these particles divided by the volume of this space-time yields the energy density according to the following formula:

$$\epsilon = \frac{(\mathrm{d}E_{\mathrm{T}}/\mathrm{d}\eta)_{\mathrm{max}}}{\pi R_0^2 \tau_0} \,.$$

Further differentiation of the geometry allows to describe the energy density profile within the fireball. Estimated values of more than 3 GeV/fm^3 can be reached in a central Pb+Pb collision at 158 A GeV. Thus, if we do not miss a large scaling factor this value is large enough to meet the criteria of a QGP formation set by the theory.

5. - Baryon flow/anti-flow of pions

At the Bevalac energies (below 1A GeV) directed flow phenomena were discovered by the Plastic Ball group in the early 80's [9]. This was interpreted as a sign of compression

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER

in the initial stage of the collision, which survives the dynamics and time evolution of the reaction zone. Since then, extensive studies are going on by the EOS collaboration at the Bevalac (and now at the AGS) and the FOPI collaboration at SIS.

Recently, directed baryon flow was observed at AGS energies (11A GeV) by E877 experiment [10]. Only RQMD model calculations with the inclusion of mean-field effects are capable of describing fairly the observed data, leaving room for improvements especially around mid-rapidity.

WA98 discovered the directed baryon flow even in Pb+Pb collisions at 160.4 GeV (the NA49 collaboration confirmed this findings). From the flow-pattern of the identified protons in the Plastic Ball, they could define the reaction plane through the baryon thrust vector in each event and analyse the degree of asymmetry shown in fig. 5. With respect to this vector pion, kaon and proton distributions were analyzed near mid-rapidity in a two-arm magnetic spectrometer and can be compared with theoretical predictions in the early '90's by the Frankfurt group [15] and the Bergen team [4].

Rapidity dependence of $\langle p_x \rangle$ is given in fig. 6. Sideward collective flow is a proof that entrance channel phenomenon, established very early in the collision process, persists even at these high energies. The existence of sidewards flow at semi-pheripheral collisions supports the idea of compression and large stopping in central collisions. The small value of p_x measured by WA98, however, is in agreement with hydrodynamical calculations including a phase transition [4].

Only now can we state that the flat pancake emission pattern observed by WA93 [11] and recently by NA49 in semi-central collisions at mid-rapidity [12] can really be attributed to a flow phenomenon and not just to a geometry effect of a flat source as outlined by Ollitrault [13]. Since then, these observed azimuthal asymmetries have been baptised "elliptical flow" [14].

As predicted by theory, we observe an anti-flow in the distribution of pions. This is as was stated by the theory groups [15] due to the strong absorption of pions in matter.

6. – π^0 production and question of thermalization

Thermal photons from a hot hadronic or from a quark-gluon plasma are one of the penetrating probes surviving the long expansion of the hadronic system. They are embedded, however, in a large quantity of photons coming dominantly from π^0 decay. Therefore, a thorough analysis and a precise determination of the π^0 and η momentum distribution and yield is necessary in order to be able to measure any excess of photons beyond the large quantity coming from hadronic decays.

At a first glance at the p_t spectra of π^{0} 's, one may conclude to see the typical thermal distribution and is tempted to extract a temperature. We want to point out that in high-precision data one can proof that this would be a mistake. For the friends of thermalization and radial flow, we would like to point to the report of Peitzmann and the WA98 collaboration [17]. They have measured p_t spectra out to 4.5 GeV/c entering the domain of hard collisions (fig. 7). The shape of high-precision π^0 spectra can be described by hydrodynamics (based on the "blast wave model" of Siemens-Rasmussen and later of Heinz which introduces a constant radial flow velocity β_t added onto the thermal expansion), but only when including resonance decay. Then WA98 have measured enhancement in Δ^{++} production as a function of the number of participants, a proof of the existence of baryon resonance excitation and of their importance.

However, looking at the absolute rate of particle production as a function of p_t and the number of wounded nucleons, one cannot hold on to the thermal picture anymore at large

Recent results from the ${\rm CERN}$ leadbeam experiments etc.



Fig. 6. – Rapidity dependence of $\langle p_x \rangle$ (WA98, [16]).



Fig. 7. – p_T spectra measured by WA98 in Pb+Pb central collisions compared to simulations; a pure thermal model does not reproduce the data [17].
928

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER



Fig. 8. – Strange object yields expressed in units of yield per collision observed in p-Pb data (WA97, [18]).

 $p_{\rm t}$. This increases the number of open questions we have in this field of physics and we need to use all the information available to advance our understanding.

7. – Strangeness production

Rafelski has predicted long ago the strangeness enhancement as one of the signals for QGP formation [2]. The K/ π ratio seems to saturate going from S+S to Pb+Pb collisions. Data from WA97 [18] show that more multistrange objects are produced in Pb+Pb reactions (fig. 8). Therefore, the saturation in the K/ π ratio cannot be called a "strangeness saturation". When non-strange hadrons exhibit a hydrodynamic behaviour, Ξ and Ω seem not to follow the same law and may originate from partonic coalescence (fig. 9).

Moreover, the event-by-event K/ π ratio (NA49) shows very small dynamical fluctuations in strangeness production.

8. – Iso spin fluctuations

Phenomena linked to large energy density fluctuations are discussed intensively these days in all domains of science (when egg white dissolved in water is irradiated with sound, the phenomenon of phonoluminescence leads to local energy density amplifications up to 10^{7-8} which cooks the egg white rendering it visible. Similar increase of local energy densities are observed as "cavitation" on ship propellers leading to holes welded into the metal and even to its destruction).

In the domain of nuclear collisions cosmic-ray experiments reported seeing intriguing

Recent results from the ${\rm CERN}$ leadbeam experiments etc.



Fig. 9. – Inverse m_{\perp} slope parameter T dependence on the particle mass [18].



Fig. 10. – S_z distribution for the experimental data is shown, overlaid with VENUS simulations incorporating 0%, 25% and 60% DCC in every event [19].



Fig. 11. – The ratio $(J/\psi)/DY$ vs. E_T at 158 GeV/c as measured by NA50 [20].

events with large fluctuations in the ratio of produced charge particles to produced photons. A possible explanation for this phenomenon was given by the decay of a disoriented chiral condensate produced in these collisions (a disoriented vacuum, *e.g.*, left behind in a *p*-state after a violent collision, can only decay back to the *s*-state either by neutral pions or by charged pions emission). WA98 is the only heavy-ion experiment [19] to look for such a phenomenon also called "baked Alaska" by Bjorken.

The first data from WA98 are fluctuation measurements in the ratio of $N_{\gamma}/N_{\rm ch}$ (S_z in fig. 10) and indicate that when looking for large domain sizes there are no such events down to at least the 10^{-4} level of central collisions. However, this has sparked further analysis of multiparticle correlations, and search for small DCC domains using powerful tools like wavelets.

9. – Some thoughts on the J/ψ suppression

The reports by NA50 [20] on the J/ψ suppression in Pb+Pb collisions as a function of E_t (fig. 11) is of utmost importance (we prefer the presentation as a function of the measured quantity E_t instead of a constructed length scale). Looking back at the data of NA38 right after the first experiments with oxygen and sulfur beams, the excitement of these days and the hope to have discovered a clear signal of quark-gluon plasma formation have all settled down and given much more insight into rescattering effects (co-movers). We should not forget that all these explanations are based on the picture of strongly interacting particles (*i.e.* rescattering phenomena) which is the necessary condition for thermalization.

The observed large structures in the Pb+Pb data from NA50 are absolutely puzzling. The sudden onset of the J/ψ suppression at semi-pheripheral collisions with further

146

Recent results from the ${\rm CERN}$ leadbeam experiments etc.

smaller "steps" at higher E_t calls for a detailed investigation. We would like to discuss the first drop of the J/ψ production in the light of the observed sidewards flow of hadronic matter. Since the stopping and the deflection is a collective effect, one is tempted to expect a decrease in the \sqrt{s} of the n-n collisions as the stopping process goes on, with the result that less J/ψ are formed per collision and therefore less can be quenched in total. However, the NA50 data on the Drell-Yan process show a linear dependence on A, *i.e.* all nucleon-nucleon collisions are at the same \sqrt{s} , rendering the above reflections rather obsolete, unless what we think is Drell-Yan is not only Drell-Yan.

Finally, these NA50 data point out the necessary radical change in data taking in many future experiments by requiring the acquisition of minimum-bias data or data samples over the whole range of impact parameters in small steps, and not "just" peripheral and central samples. Such a change in experimentation will require a much larger data flow and data amount to handle than presently discussed or foreseen in future experiments.

10. - Conclusion and outlooks

The lead beam data at the CERN SPS indicate strong interacting matter at the parton level and a thermalized system at the hadronic level. The ongoing heavy-ion program at CERN will improve our knowledge in the coming years. Our intention to study the partonic matter at zero baryon chemical potential as it existed in the Early Universe requires therefore collision at higher energies. Hope is that nuclei will pass through each other despite the known increase in n-n cross-section leaving behind a baryon-free quark-gluon plasma.

In 1999, the first heavy-ion collider RHIC at Brookhaven will see nuclear collisions at $\sqrt{s} = 200 A \text{ GeV}$ and two large experiments (STAR and PHENIX) and two small (BRAHMS and PHOBOS) will take data covering all signals produced by QGP.

In Europe, the top priority in heavy-ion physics is the ALICE experiment at the Large Hadron Collider, foreseen to start operating in 2005. LHC is designed as a p-p collider at 7+7 TeV as well as a nucleus-nucleus collider from p-A to Pb-Pb collisions at $\sqrt{s} = 5.5$ TeV. Since the luminosity will be ten times higher than RHIC, a shorter running time of 1 to 2 months must suffice to collect the nuclear collision data (however p-p reference collisions can be studied during the remaining 8 months). In comparison with RHIC physics, studies at LHC at more than 20 times more energy will focus on hard processes and gluon-gluon collisions. ALICE is based on the L3 magnet, with a new set of internal detectors designed for heavy-ion collisions plus a forward dimuon spectrometer dedicated to the study of heavy-meson production. This detector will allow a comprehensive study of the hadrons, electrons, muons and photons produced in the nuclear collisions [21].

We are very grateful to our collaborators from WA98, to F. ANTINORI from WA97, M. GONIN from NA50 and our colleagues from NA49 for their help in preparing this report. One of us (HHG) is grateful for the support obtained from the organizers of this conference.

* * *

REFERENCES

 [1] SMOOT G. S. et al., Phys. Rev. Lett., 35 (1975) 258. ORMES J. F. et al., Proc. ICCR, Rome, 3 (1995) 92.

932

H. H. GUTBROD, L. LUQUIN and V. MÉTIVIER

- [2] RAFELSKI J., TH.3685-CERN, August 1983; Phys. Lett. B, 190 (1987) 167.
- [3] MATSUI T. and SATZ H., Phys. Lett. B, 178 (1986) 416.
- [4] AMELIN N. S., CSERNAI L. P., STRAUBO E. F. and STROTTMAN D., Nucl. Phys. A, 544 (1992) 463c.
- [5] KOWALSKI K. L., BJORKEN J. D. and TAYLOR C. C., SLAC-PUB 6109, 1993.
- [6] ROLAND G. (NA49 COLLABORATION), Quark Matter '97 Proceedings.
- [7] WERNER K., Phys. Rep., 232 (1993) 87, 299.
- [8] BJORKEN J. D., Phys. Rev. D, 27 (1983) 140.
- [9] GUSTAFSSON H. A. et al., Phys. Rev. Lett., 52 (1984) 1590.
- [10] BARRETTE J. et al. (E877 COLLABORATION), Phys. Rev. Lett., 73 (1994) 2532.
- [11] VIYOGI Y. P. et al., Nucl. Phys. A, 590 (1993) 303.
- [12] WIENOLD T. (NA49 COLLABORATION), Nucl. Phys. A, 619 (1996) 76c.
- [13] OLLITRAULT J. Y., Phys. Rev. D, 48 (1993) 1132; 46 (1992) 229.
- [14] OLLITRAULT J. Y. and POSKANZER A. M., During Quark Matter '97.
- [15] SORGE H., VON KEITZ A., MATTIELLO R., STÖCKER H. and GREINER W., NATO-ASI Series B, 216 (1989) 425; HARTNACK C. et al., Nucl. Phys. A, 538 (1992) 53c.
- [16] NISHIMURA S. (WA98 COLLABORATION), Quark Matter '97 Proceedings.
- [17] PEITZMANN T. (WA98 COLLABORATION), Quark Matter '97 Proceedings.
- [18] KRALIK I. (WA97 COLLABORATION), Quark Matter '97 Proceedings.
- [19] AGGARWAL M., Phys. Lett. B, 420 (199) 169.
- [20] RAMELLO L. (NA50 COLLABORATION), Quark Matter '97 Proceedings.
- [21] ALICE COLLABORATION, Technical Proposal, CERN/LHCC 95-71, CERN/LHCC 96-32, LHCC/P3-Addendum 1.

Vibration–displacement measurements based on a polarimetric extrinsic fibre Fabry–Perot interferometer

H C Seat¹, E Ouisse, E Morteau and V Métivier

Groupe Instrumentation, Capteurs et Détecteurs, Laboratoire Subatech, Ecole des Mines de Nantes, La Chantrerie, 4 rue Alfred Kastler—BP 20722, 44307 Nantes Cedex 3, France

E-mail: hseat@emn.fr

Received 1 October 2002, in final form 24 February 2003, accepted for publication 26 March 2003 Published 24 April 2003 Online at stacks.iop.org/MST/14/710

Abstract

A polarization-based extrinsic fibre Fabry–Perot interferometric sensor for the measurement of velocity and displacement of a vibrating target is demonstrated in this work. It operates on the principle of dual interference within a single interferometric or 'sensing' arm which, in addition, provides a sense of direction of the moving target. This has been made possible by the introduction of a retarding film positioned along the optical path between the sensing fibre end and the intended target. Two sets of interference signals are thus propagated and detected along one fibre arm to give robust and repeatable displacement–velocity information which has been found to be relatively insensitive to other external effects such as minor temperature changes. The sensor has been found to be capable of measuring the desired velocity information of an inclined target while typical excitation frequencies investigated ranged from \sim 2 to 60 Hz. Experimental results from a sensor configuration employing a polarization-maintaining (PANDA type) fibre as the sensing arm and operated at 1310 nm are presented.

Keywords: extrinsic fibre Fabry–Perot interferometer, dual-interference, polarization, displacement direction, retro-reflection

1. Introduction

Combined with the inherent benefits of the optical fibre (light weight, small size, accessibility to confined spaces, immunity to electromagnetic and radio-frequency interferences, wide bandwidth and multiplexing capability) and the high-resolution, high-sensitivity capability of interferometry, fibre optic interferometric sensors (FOISs) enjoy many advantages over most conventional sensing techniques and have been widely exploited for the measurement of a large variety of parameters such as displacement, vibration, rotation, acceleration, velocity, strain and temperature, over the past two to three decades [1–5]. Concurrently, a great amount of interest has also been generated by the possibility of incorporating FOISs in smart structure applications where the fibre devices

¹ Author to whom any correspondence should be addressed.

provide closed-loop monitoring and pre-failure maintenance functions of civil structures such as bridges, tunnels etc [6].

Interferometers based on the Sagnac effect are perhaps the best known configurations in which two counter-propagating beams launched into a closed optical path are combined at the photodetector to produce interference signals [7, 8] and have been successfully commercialized as fibre optic gyroscopes (FOGs) for the detection of angular rotation and inertia. Other two-beam interferometers such as the Mach–Zehnder and the Michelson have also been widely developed into fibre equivalents, allowing highly flexible geometries for the measurement of many parameters [9–12]. Again, the phase difference of the light wave propagating within the reference and sensing arms can be processed to extract the desired disturbance information.

Among the various interferometers, the fibre Fabry-Perot interferometer (FFPI) is associated with multiple-beam interferometry [13, 14]. Interference signals can simply be obtained from multiple reflections off well cleaved fibre ends, with the advantage that no additional reference arm/fibre is required. This also reduces the optical components required for the operation of this type of sensor as compared to either the Mach-Zehnder or Michelson interferometer. Moreover, the FFPI generally has higher sensitivities compared to most interferometers, where its transfer function is described by the well known Airy function [15, 16]. Further, they can be used in the transmission or reflection mode, thereby enhancing the versatility of such devices. FFPI-based sensors have thus proved to be highly attractive due to their simple configuration and potential high measurement resolution. Notably, FFPI sensors are particularly sensitive to axial stress/displacement and have seen widespread uses in high-resolution strain and stiffness measurement applications [1, 2, 17–19].

In most applications employing FOISs, the detected outputs from such systems are generally of a sinusoidal or cosinusoidal nature, hence there is an ambiguity in distinguishing the directional sense of the interference signal or fringe motion to determine whether the optical path difference is increasing or decreasing [3]. In many instances, knowledge of this direction is an important factor in sensing systems where the measurand can displace in two directions along the same axis, for example, in the measurement of compressive and tensile stresses, and vibration. Although techniques such as additional interrogating cavities, wavelengths and phase-shifting detection may be used to overcome this ambiguity [16, 20, 21], these are relatively costly to apply and involved complicated signal processing schemes. Hence, this directional ambiguity remains one of the main motivations involved in this work. We attempt to address this question by exploiting the two orthogonal linearly polarized modes comprising the fundamental mode of the light wave launched into the fibre waveguide.

We therefore report in this work the preliminary results of studies carried out using an EFFPI sensor operating in the single-mode for velocity measurements of a vibrating The principal experimental configuration studied target. utilized all-fibre components at 1310 nm. This corresponds to the second optical communications wavelength window where many optical and fibre components are widely available. Another advantage is the reduced disturbance/interference from the surrounding luminous environment when working in the infrared (IR). A polarization-maintaining (PM) (PANDA type) optical fibre has also been used as the sensing fibre arm to enable more stable measurement as well as more convenient light injection. Further, reference signals obtained from an optical feedback interferometer based on the self-mixing effect inside a frequency-modulated diode laser [22] were used as a comparison for the data measured by the EFFPI sensor.

2. Sensing principles

The operating principles of the Fabry–Perot interferometer have been known for many years [15]. In the fibre optic equivalent, the cavity is formed by the cleaved end of the fibre and the surface of the sensing element, which is normally a mirror. The extrinsic fibre Fabry–Perot interferometer (EFFPI) serves as a low-finesse cavity interferometer and may be approximated as a two-beam system [19] in which the interference fringes, formed by reflections from the cleaved end of a fibre and the surface of a sensing element, have a cosinusoidal intensity modulation at the photodetector given by [13, 14]

$$I = I_r + I_s + 2\sqrt{I_r I_s} \cos(\theta_r - \theta_s)$$
(1)

where I_r and I_s are the intensities of the reference and sensing beams which are detected as a DC component by the photodetector, and $\Delta \theta = \theta_r - \theta_s$ the phase difference between the reference and sensing beams respectively. The last term on the right of equation (1) represents the cosinusoidally modulated intensity of the interference signal. Any change in the cavity length leads to an optical path length change for the interference signal which manifests itself as a phase shift term. This phase difference is in turn proportional to the propagation constant $k = 2\pi n/\lambda$ and the change in the optical path traversed by the two beams (represented by twice the resulting cavity length, 2d) and is simply expressed as

$$\Delta \theta = \frac{2\pi n}{\lambda} 2d \tag{2}$$

where λ is the wavelength of injected light, *n* the refractive index of the cavity (*n* = 1 for air) and *d* the cavity length. Thus by tracking the phase difference, any changes in the length of the cavity can be measured with relative ease and associated with the variation of the desired measurand(s), in this case the vibration velocity and displacement of a reflecting surface (or target). Experimentally, we calculated the velocity of the vibrating target by taking into consideration the induced Doppler frequency shift of the detected interference signals, given by

$$\Delta \upsilon_{Doppler} = f_b = \upsilon_0 \frac{2nV}{c} \tag{3}$$

where f_b is also known as the beat frequency, $v_0 = c/\lambda$ is the optical frequency of the injected light wave, V the velocity of the target and c the speed of light. Hence, at an instantaneous time, the desired absolute velocity of the vibrating target, |V|, may be obtained from the relation

$$|V| = \frac{\lambda}{2n} f_b \tag{4}$$

from which the beat frequency of the resulting interference signals may be given by

$$f_b = \frac{N-1}{T} \tag{5}$$

where *N* is the number of interference peaks observed and *T* the period between *N* successive peaks. *n* in equation (4) is the refractive index of the sensing cavity (=1). For displacement measurements, we observe that one complete fringe represents a displacement of $\lambda/2$. Therefore, by keeping the EFFPI sensor in 'quadrature' while interpolating the interference fringes at the 'zero-crossing' point [23], a measurement resolution better than $\lambda/8$ (~100 nm) can easily be achieved using this system. An additional advantage of the EFFPI sensor is that temperature-induced effects are reduced since the interference fringes are subjected to the same perturbations which are



Figure 1. Illustration of EFFPI: (a) without retarding film and (b) with retarding film.

cancelled out due to propagation along the common sensing fibre arm.

However, since the interference fringes are of a cosinusoidal nature, it would then be almost impossible to obtain any directional information of the vibrating target unless additional processing schemes, such as those mentioned earlier, were employed. To do that, we adopted a relatively simple technique by taking advantage of the orthogonality of the fundamental mode of the propagating light wave.

As illustrated in figure 1, the injected light vector, \vec{E} , is polarized elliptically at the end of the fibre and can be resolved into its two orthogonal components, \vec{E}_x and \vec{E}_y , with a certain phase delay between the two, represented by $\Delta \theta_1$. After reflection from the target, the two components are re-injected into the fibre and interfere with their respective counterparts which have been reflected off the fibre end at the fibre-air interface. Thus two sets of interference signals due to the E_x and \vec{E}_{y} components are generated within a single fibre arm, in effect, leading to what we term a dual-interference EFFPI. At perpendicular incidence (see figure 1(a)), the phase difference between the two interfering components undergoes no change and remains as $\Delta \theta_1$, hence the two interference fringes are observed to be in phase. The insertion of a retarding film along the optical path, which acts as a waveplate or retarder, creates a phase delay between the \vec{E}_x and \vec{E}_y components, which, after reflection and traversing the film a second time on its return path, results in a further phase retardation, $\Delta \theta_2 \ (\neq \Delta \theta_1)$. This can be seen in figure 1(b).

By oscillating the reflecting surface back and forth, a Doppler effect is 'seen' by the fibre end. This phenomenon can easily be observed on an oscilloscope as a phase lag or lead between the two interference signals, with the film behaving much like a retardation plate. At the point of change of the displacement direction, which occurs over a relatively short period of time with respect to that of either of the interference fringes, very little of the desired velocity and displacement information is sacrificed and the sensor is found to function as expected.

Instead of using a classical mirror as the reflecting or sensing surface, with the consequent problem of signal degradation due to alignment difficulties of the mirror tilt angle, we chose to employ retro-reflective surfaces to ensure that the reflected light is always retro-injected back into the sensing



Figure 2. Schematic diagram of experimental set-up for verifying birefringent properties of retro-reflecting micro-prism sheeting.

fibre arm. Two different types of retro-reflecting surface have been studied: retro-reflecting micro-spheres and microprisms. The surface imbued with micro-spheres was found to be unevenly distributed and with random density throughout the entire retro-reflective sheeting. The micro-prisms were observed to consist of a highly even micro-replication and have been selected for use as our target since the reflected light would have a generally uniform polarization orientation.

The polarization orientation has been investigated using a relatively simple experiment, a schematic diagram of which is shown in figure 2. 633 nm light from a He-Ne laser is polarized and first directed onto a mirror. The reflected light is next diverted via a beam splitter into an integrating sphere (I/S) to be detected while a linear polarizer placed just before the I/S acts as an analyser for the reflected light wave. The analyser is then rotated so that its polarization direction is orthogonal to the orientation of the first polarizer placed immediately after the laser and the intensity of reflected light off the mirror is verified to be totally extinguished. When the mirror is replaced with the retro-reflecting micro-prism sheeting and the same procedure carried out to measure the reflected polarization orientation, we find that it is not possible to fully extinguish the reflected light wave. A polarization extinction ratio of ~ 20 dB is obtained, implying that the incident linearly polarized light wave has been transformed into a slightly elliptic polarization upon reflection from the retro-reflecting surface. Similar phenomena have already been reported in the case of bulk corner-cubes [24-26], hence, for them to be exploited in interferometric systems, their axial orientation should be optimized in order to prevent signal fading problems.

We believe this weak polarization transformation is related to the birefringent nature of the acrylic-based retroreflective host material and is most probably incurred due to faults/imperfection during the fabrication process. However, this should not pose a serious problem in our case since the film employed in this work can be also considered as a filter to average out the resulting polarization anomalies.

3. Experiments

A schematic diagram of the experimental set-up of the polarimetric EFFPI sensor utilized for vibration measurement



Figure 3. Schematic diagram of dual-cavity EFFPI sensor for vibration measurement.

is shown in figure 3. Monochromatic light from a 1 mW APAC Opto distributed feedback fibre pigtailed laser diode operating at 1310 nm was injected into the input arm of a low-dispersionloss single-mode 1×2 fibre coupler from *Optiwork*. An optical isolator was integrated into the pigtail laser and the input port of the coupler terminated with an FC-APC connector to reduce or eliminate disturbances due to optical feedback from back-reflection. The 1310 nm light wave was then guided to the 'sensing' arm of the EFFPI sensor, where one portion of the light ($\sim 4\%$ from the uncoated cleaved end of the glass fibre) was reflected off the fibre-air interface back into the interferometer as a reference signal and the rest transmitted onto the target via the air gap/cavity through a retarding film as illustrated in figure 3. The 'sensing' fibre used here was an OZ Optics PANDA-type PM fibre centred at a wavelength of \sim 1310 nm. The PM fibre has a major extinction ratio of ~ 30 dB. We initially measured the output light wave at the end of the 'sensing' fibre without the film in place and found it to be elliptically polarized with a polarization extinction ratio of ~ -18 dB. The reflected signals from the target were then re-injected back into the 'sensing' arm and guided along the second or output port of the fibre coupler onto two highly sensitive InGaAs photodetectors. This has been achieved via a polarizing beam splitter (PBS), permitting the light wave to be split into its two orthogonal components. In order to eliminate disturbances to the laser diode due to optical feedback from back-reflection, the input port of the fibre coupler was terminated with an FC-APC connector. The resulting interference signals obtained due to the respective interfering \vec{E}_x and \vec{E}_y components were then displayed on an oscilloscope where the relevant data were acquired and processed by a dedicated microcomputer to extract the required velocity/displacement information.

The target used in this work is a retro-reflecting material made up of micro-prisms. Thus, reduced loss of reflected light intensities and a higher flexibility in the alignment process of the fibre-target, difficulties generally associated with using plane mirrors as reflectors, can be overcome. The retro-reflecting target is then mounted onto an oscillating piezo-electric transducer (PZT), which is, in turn, driven by an *HP 33120A* function generator. To extend the excitation and frequency ranges of the sensor, the PZT was simply



Figure 4. Oscilloscope trace of dual-cavity EFFPI sensor output with two sets of interference fringes ($\Delta t > 0$, movement towards fibre; $\Delta t < 0$, movement away from fibre).

replaced by a *PASCO Scientific SF-9324* mechanical wave generator. As shown earlier, two separate sets of interference signals which are orthogonal with respect to each other have been obtained within the same optical path, consequently eliminating the need of having another reference arm/external cavity for interrogating the resulting signals.

A screen-dump of the two sets of interference signals from the EFFPI sensor was obtained directly from the oscilloscope and is shown in figure 4 in order to demonstrate the directional characteristics of the sensor. The displacement trajectory of the target together with the behaviour of the two sets of interference fringes is clearly illustrated in the figure, where the time difference between the two fringes is used as an indication of the direction of target displacement/vibration. Positive Δt represents movement towards the 'sensing' fibre while, conversely, negative Δt indicates movement away from the fibre. Hence, it is clear that the EFFPI sensor can be exploited to not only provide information on the desired measurand (i.e. vibration velocity and displacement) but also has the important feature that the direction of vibration/displacement can be determined with relative ease.

Further, a reference sensor in the form of an optical feedback laser diode operating at 1310 nm has been employed as a comparison for the data obtained by the EFFPI sensor. It was positioned adjacent to the 'sensing' fibre albeit at a slight angle to it and served as an appropriate reference since it was found to have similar performance characteristics.



Figure 5. Temperature stability of output polarization properties.



Figure 6. Velocity stability of EFFPI sensor over 2 h period.

4. Results and discussion

As shown in figure 3, elliptically polarized light from the 'sensing' fibre of the EFFPI is transformed as described in section 2 by the retarding film–retro-reflecting surface upon reflection and decomposed into two approximately orthogonal sets of interference signals with a phase difference at the point of detection. These are then recovered through a PBS by two independent photodetectors. Data acquisition of our sensing system was performed via a programme written in LabVIEW and enabled the interference fringes displayed on the oscilloscope to be processed. The calculations of the peak positions of the desired fringes, period T and velocities of the EFFPI sensor were thus carried out automatically by a dedicated micro-computer.

The temperature stability of the output polarization from the end of the sensing fibre was verified using the experimental set-up shown in figure 3 but with the target replaced by an analyser/linear polarizer and an I/S. Over a temperature variation of \sim 19–30 °C, it can be seen from figure 5 that the two respective polarization orientations of the sensing light wave remained relatively constant, indicating little temperature dependence over the temperature range studied. This is due to the fact that any perturbation would be experienced by both interference components and negated since both components propagate along a common optical path.



Figure 7. Velocity measured by the EFFPI sensor as a function of target tilt angle (see the text).



Figure 8. Velocity measured by the EFFPI sensor as a function of PZT excitation frequency (the line serves as a reference linear regression).

The velocity stability of the EFFPI sensor at perpendicular incidence over a 2 h period was also investigated and was found to be relatively stable, with a standard deviation < 1%. Figure 6 shows the stability test with the sampling time adjusted to 15 s. In figure 7, the velocity measured by the EFFPI sensor as a function of target tilt angle is plotted. A gradual decrease in the measured velocity with increasing tilt angle is observed since the light wave would travel a longer optical path through the polarizing film and retro-reflector as the angle increases. The projected curve shows the trajectory of the actual velocity when the first measurement was used as a reference datum. Relatively good agreements have been achieved throughout the entire angular range studied (0°–28°).

Results from a series of velocity measurements at different vibrating frequencies are shown in figure 8 and are plotted as a function of the excitation frequency used to drive the PZT. It can be seen that a relatively high degree of linearity has been achieved although at increasingly high frequencies, beyond ~ 60 Hz, larger discrepancies are obtained. We attribute the discrepancies to the PZT trajectory being out of synchronization with the excitation frequency from the function generator. In addition, the EFFPI sensor was considered as being more accurate than the PZT, hence the latter is not an entirely appropriate reference.

The use of the mechanical vibrator enables us to extend the excitation frequency and amplitude constraints imposed



Figure 9. Oscilloscope trace of interference fringes from polarimetric EFFPI and reference sensors.



Figure 10. Plot of velocity measured by EFFPI sensor against velocity detected by reference optical feedback sensor (excitation amplitude = $1V_{p-p}$).

upon the EFFPI sensor by the PZT. An oscilloscope trace has been taken of the interference fringes detected by both the EFFPI and the reference optical feedback laser sensors. This is shown in figure 9 and demonstrates clearly the capability of the EFFPI sensor in distinguishing the direction of fringe motion with relative ease. The functionality and operation of the reference sensor have been described elsewhere [23] and will not be elaborated upon here. However, one note of importance is the saw-tooth pattern and the inherent orientation of the interference fringes detected by the sensor whereby the different inclination of the saw-teeth indicates the fringe or optical path change direction. This directly relates to the backward and forward movement of the oscillating target.

In figure 10, the velocity of the vibrating target measured by the EFFPI sensor is plotted against that detected by the reference feedback laser diode over a range of excitation frequencies from \sim 1 to 40 Hz. The maximum peak-to-peak amplitude of the excitation voltage used to drive the mechanical vibrator has been kept at a constant 1 V to enable consistent measurements. It can be seen that a high level of linearity between the velocities measured by the two sensors has been achieved. This validates the principles of operation of the EFFPI sensor.

5. Conclusions

A polarization-based extrinsic fibre Fabry–Perot interferometric (EFFPI) sensor has been demonstrated for the measurement of the velocity and displacement of a vibrating target. Displacement information can be inferred directly from the number of interference fringes obtained as one fringe period is equivalent to a displacement of $\lambda/2$. The polarimetric EFFPI sensor has been found to be relatively insensitive to minor temperature perturbations but the stability of the system can be perturbed by disturbing the fibre components. The physical limitations (frequency and amplitude ranges) imposed by the PZT may be overcome by the use of a mechanical wave generator. Operating at a wavelength of 1310 nm also helped to reduce/eliminate any undesired luminous interference effects from the surroundings while the use of a PM fibre as the sensing arm permitted better control of the exploited orthogonal polarization properties of the light wave. A reference sensor based on the optical feedback laser diode has been employed for verifying the results obtained by the EFFPI sensor. Finally, the most significant advantage as demonstrated in this work is the sensor's ability to distinguish the target's direction of vibration, without resorting to complicated signal processing techniques and additional interrogating cavities.

Acknowledgment

One of the authors (EO) wishes to acknowledge the financial support provided by the MINES PhD Scholarship scheme.

References

- Udd E 1995 An overview of fiber-optic sensors *Rev. Sci.* Instrum. 66 4015
- [2] Kersey A D 1996 A review of recent developments in fiber optic sensor technology Opt. Fiber Technol. 2 291
- [3] Jackson D A 1985 Monomode optical fibre interferometers for precision measurement J. Phys. E: Sci. Instrum. 18 981
- [4] Udd E (ed) 1991 Fiber Optic Sensors: an Introduction for Engineers and Scientists (New York: Wiley)
- [5] Steenkiste R J V and Springer G S 1997 Strain and Temperature Measurement with Fiber Optic Sensors (Lancaster, PA: Technomic)
- [6] Udd E (ed) 1995 Fiber Optic Smart Structures (New York: Wiley)
- [7] Hotate K 1997 Fiber sensor technology today Opt. Fiber Technol. 3 356
- [8] Lefevre H 1992 The Fiber-Optic Gyroscope (Norwood: Artech)
- [9] Jackson D A 1987 Monomode fibre optic interferometers and their applications in sensing systems *Optical Fiber Sensors* (*NATO ASI Series*) ed A N Chester, S Martellucci and A M Verga Scheggi (Dordrecht: Martinus Nijhoff) p 1
- [10] Dandridge A 1991 Fiber optic sensors based on the Mach–Zehnder and Michelson interferometers Fiber Optic Sensors: an Introduction for Engineers and Scientists ed E Udd (New York: Wiley) p 271
- [11] Shyu L H, Fu Y F and Shieh J Y 1996 Fiber optic strain sensing with phase-shifting interferometric techniques *Proc. SPIE* 2895 183
- [12] Meggitt B T, Hall C J and Weir K 2000 An all fibre white light interferometric strain measurement system Sensors Actuators A 79 1
- [13] Born M and Wolf E 1997 Principles of Optics 6th edn (Cambridge: Cambridge University Press) ch 7 p 256
- [14] Jenkins F A and White H E 1981 Fundamentals of Optics 4th edn (Singapore: McGraw-Hill) ch 14 p 286
- [15] Tolansky S 1955 An Introduction to Interferometry (London: William–Longman)

- [16] Rao Y J and Jackson D A 2000 Principles of fiber-optic interferometry *Optical Fiber Sensor Technology: Fundamentals* ed K T V Grattan and B T Meggitt (London: Kluwer) p 167
- [17] Barrett M D, Peterson E H and Grant J W 1999 Extrinsic Fabry–Perot interferometer for measuring the stiffness of ciliary bundles on hair cells *IEEE Trans. Biomed. Eng.* 46 331
- [18] Jiang M and Gerhard E 2001 A simple strain sensor using a thin film as a low-finesse fiber-optic Fabry–Perot interferometer Sensors Actuators A 88 41
- [19] Wang T, Zheng S and Yang Z 1998 A high precision displacement sensor using a low-finesse fiber-optic Fabry–Perot interferometer Sensors Actuators A 69 134
- [20] Murphy K A, Gunther M F, Vengsarkar A M and Claus R O 1991 Quadrature phase-shifted, extrinsic Fabry–Perot optical fiber sensors *Opt. Lett.* 16 273

- [21] Malacara D (ed) 1992 Optical Shop Testing 2nd edn (New York: Wiley)
- [22] Gouaux F, Servagent N and Bosch T 1998 Absolute distance measurement with an optical feedback interferometer *Appl. Opt.* 37 6684
- [23] Kirohi R S and Kothiyal M P 1991 Optical Components, Systems, and Measurement Techniques (New York: Dekker) ch 4 p 133
- [24] Player M A 1988 Polarization properties of a cube-corner reflector J. Mod. Opt. 35 1813
- [25] Park B C, Eom T B and Chung M S 1996 Polarization properties of cube-corner retroreflectors and their effects on signal strength and nonlinearity in heterodyne interferometers *Appl. Opt.* 35 4372
- [26] Liu J and Azzam R M A 1997 Polarization properties of corner-cube retroreflectors: theory and experiment Appl. Opt. 36 1554



Available online at www.sciencedirect.com





Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 535 (2004) 550-553

www.elsevier.com/locate/nima

β-Imaging with the PIM device

J. Samarati^{a,b,*}, G. Charpak^a, P. Coulon^a, M. Leguay^b, P. Leray^b, S. Lupone^b, L. Luquin^b, V. Metivier^b, M. Meynadier^a, E. Morteau^b, D. Thers^b

^aBiospace Mesures, 10 rue Mercoeur, 75011 Paris, France

^bSubatech, UMR Universite de Nantes, Ecole des Mines de Nantes, IN2P3/CNRS, 4, Rue Alfred Kastler, 44307 Nantes Cedex 03, France

Available online 11 September 2004

Abstract

The β autoradiography is an imaging technique which allows the two dimensional localisation of the distribution of a molecule labelled with ³H or ¹⁴C in tissue sample. In collaboration with the Biospace Mesures company, we developed a new micropattern gaseous detector called Parallel Ionization Multiplier (PIM) dedicated to the β imaging. The images obtained show characteristics in adequation with the autoradiography requirements as a 2D spatial resolution (FWHM) of 50 µm (respectively 60 µm) and an efficiency of 85% (respectively 50%) for ³H (respectively ¹⁴C).

© 2004 Elsevier B.V. All rights reserved.

Keywords: B Particles; PIM; Spatial resolution

1. Introduction

The autoradiography is a widely used technique in research fields such as pharmacology and genetics. It permits to follow the progress of a medicine or to identify gene with a high accuracy. However, this technique presents some constraints. The main difficulties for the β particles detection in the autoradiographic field are the following ones:

- the emission is isotropic,
- the energy of the emitted electrons cover a large β range spectrum,
- the detector will have no dead zones on large detection area (e.g. 7 × 3 cm² for a microscopic slide),
- the 2D spatial resolution has to be less than 100 µm (FWHM).

Presently, techniques are available like films or phosphors screens. They are low cost but their exposition time cannot be "on-line" controlled, this can lead to a waste of time.

^{*}Corresponding author. Subatech, UMR Universite de Nantes, Ecole des Mines de Nantes, IN2P3/CNRS, 4, Rue Alfred Kastler, 44307 Nantes Cedex 03, France.

E-mail address: jerome.samarati@subatech.in2p3.fr (J. Samarati).

^{0168-9002/\$-}see front matter © 2004 Elsevier B.V. All rights reserved. doi:10.1016/j.nima.2004.07.261

The PIM geometry has been developed to overcome these difficulties.

2. The PIM principle

The PIM detector is a gaseous detector based on the use of micromeshes [1]. These electrodes allow to separate the gaseous volume into two parts and to define two independent electric fields. Fig. 1 shows the principle of the PIM detector, applied for the autoradiography.

The first stage is a 300 µm thick amplification gap defined by an insulating spacer and placed directly in contact with the radioactive source. The spacer has an opening of $6.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ on which the microscopic slide will be positioned. This configuration will considerably reduce the parallax effect. The electrons created close to the emission position of the β particle in the gas are mainly amplificated, under a high electric field ($E_{\text{amplification}} \sim 23 \text{ kV/cm}$). The multiplication is achieved by the avalanche effect with a gain of $\sim 10^5$.

The second stage is a 4 mm thick diffusion gap, in which the electrons undergo a transversal diffusion due to the elastic collisions with the gas molecules. This phenomenon spreads the avalanche created in the amplification gap without amplification due to the low electric field $(E_{\text{diffusion}} = 4 \,\text{kV/cm})$. The induced signal created



Fig. 1. PIM principle.

by the motion of the charges in the diffusion gap is collected by the anode.

The anode is segmented in elementary pixels of $750 \times 750 \,\mu\text{m}^2$ pitch connected to two underlaying boards of strips by micro-holes machined with laser etching technology. One pixel over four is connected to the same strip by a geometric multiplexing to reduce the number of readout cards. The readout electronics is performed with the Gassiplex chips V07.3 [2]. We developed a specific low-noise electronics consisting of a charge-sensitive preamplifier, a shaper and a constant fraction discriminator connected to the cathode. This electronic chain provides a time resolution of 50 ns to trigger the Gassiplex chips 1.2 µs after the entrance of the β particle in the detector.

The 2D position of emission is reconstructed by calculating the centre of gravity of the induced signal on the anode plane. In order to obtain a good accuracy, the signal must be larger than the pixel size.

3. Results

The results have been obtained with different isotopes (³H, ¹⁴C and ¹²⁵I). The parameters were: an amplification electric field of 22.7 kV/cm, a diffusion electric field of 4 kV/cm and a Ne+10% iC₄H₁₀ gaseous mixture.

We determine the reconstruction efficiency and the FWHM with two reference samples of known activity. One is a pattern etched on a slide of microscope with 6 series of three 50 μ m width bars filled with ³H separated by, respectively, 100, 90, 80, 70, 60 and 50 μ m and the other one with 4 series of four 70 μ m width bars filled with ¹⁴C separated by, respectively, 1.5 mm, 500, 300 and 200 μ m.

The reconstruction efficiency is defined as the ratio between the number of reconstructed events and the activity of the source. The spatial resolution is determined by fitting the projection of one bar of the pattern with an exponential function [1]. Fig. 2 shows the image obtained with the ³H reference source.

J. Samarati et al. / Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 535 (2004) 550-553



Fig. 3. Image from the ^{14}C source.

With the ³H slide, we measured an efficiency of 85% and an FWHM of 47 μ m. The collected charge, and thus the gain, are constant over the all area of the slide, which means that there is no variation of the gap for a surface of 7 × 3 cm².

Fig. 3 shows the image obtained with the ¹⁴C reference source. With the ¹⁴C slide, we measured an efficiency of 50% and an FWHM of 56 µm. We did not notice any charge fluctuation for the ³H slide. The FWHM are similar, but the efficiency is greater with ³H than with ¹⁴C. The difference is due to the fact that $E_{\beta}(^{3}\text{H})$ is lower than $E_{\beta}(^{14}\text{C})$, which means that the dE/dx is greater for the ³H.

Fig. 4 shows a biological sample of mice embryos labelled with ¹²⁵I. This isotope is an Auger electrons emitter ($E_{Auger} = 22.7 \text{ keV}$).

On this image, one can notice a periodic pattern due to the centre of pad reconstruction. This artefact arises when the avalanche size is small compare to the pixel size. The charge cluster is then collected by a single pixel, leading the reconstruction algorithm to localise the emission position above the centre of the pad. To suppress



Fig. 4. Image from the biological sample labelled with the 125 I isotope.

this artefact, further tests will be performed by modifying the proportions of each components of the gas mixture (reducing the quencher proportion) to spread the cluster of the charge more.

4. Conclusion

References

without artefacts.

With the PIM geometry, we obtained promising results for an area of $7 \times 3 \text{ cm}^2$ in term of spatial

[1] D. Thers, et al., Nucl. Instr. and Meth. A 504 (2003) 161.

resolution and efficiency. However, further tests

have to be performed in order to optimise the

characteristics of the detector and to obtain images

[2] J.C. Santiard, et al., Report CERN-ECP/94-17, 1994.

Development of a PIXE method at high energy with the ARRONAX cyclotron

D. Ragheb · C. Koumeir · V. Métivier · J. Gaudillot · A. Guertin · F. Haddad · N. Michel · N. Servagent

Received: 13 June 2014/Published online: 19 July 2014 © Akadémiai Kiadó, Budapest, Hungary 2014

Abstract The high energy PIXE (HEPIXE) method is a multi-elemental non-destructive ion beam analysis technique. It is based on the detection of the X-ray emitted due to the interaction of high energy particle beam with a sample. This technique is fast and allows the analysis of heavy and medium elements in thin (μm) , thick (mm) and multilayer samples. At the ARRONAX facility (Nantes, France), the HEPIXE method has been used to determine the composition of natural and synthetic sodalites. Photochromic properties of these samples are supposed to come from the trace elements (concentration in the ppm range) present in the samples. Taking advantage of the 70 MeV proton beam available at our facility, the HEPIXE method has been also used to study multilayer samples. It has been shown that it is possible to determine the composition of each layer, their thicknesses and their depth position by analyzing the recorded X-ray spectra.

Keywords High energy $PIXE \cdot Ion$ beam analysis $\cdot Non-$ destructive analysis $\cdot Multilayer \cdot ARRONAX$

Introduction

PIXE, Particle Induced X-ray emission, is a well-established method for non-destructive elemental concentration

France e-mail: vincent.metivier@subatech.in2p3.fr determination [1]. It is mainly used with protons of incident energy below 4 MeV and has been applied in many different fields from aerosols characterization, biology, geology, art and archeology [2-4]. The PIXE method is based on the detection of the X-rays produced during the electron rearrangement following the interaction between the incoming particle and the target atoms. Usually, the K X-ray lines are detected for the lighter elements (Z < 50) whereas L X-ray lines are used for heavier elements due to small production cross sections for K X-rays [5, 6]. This analysis method, which uses low energy projectile, provides a valuable tool for thin layers analysis (a few tens of micrometers). For the analysis of thick samples, higher beam energy is required. With a High Energy PIXE (HE-PIXE) method, the projectile penetrates deeper inside the sample and favors the production of K X-ray lines which are more energetic than L X-ray lines and are less attenuated in matter. This is particularly interesting for heavy elements [7].

However, the high-energy PIXE method needs accelerators more expensive and less available than the usual PIXE technique. The ARRONAX cyclotron, commissioned in 2010, is a new and unique experimental facility delivering protons from 30 up to 70 MeV, deuterons from 15 up to 35 MeV and alpha particles at fixed 68 MeV [8]. It is dedicated both to the production of innovative radionuclide for medical applications and to studies of radiation interaction with inert and living matter. The HEPIXE method is part of its scientific program. The HEPIXE method presents several advantages: thick targets can be studied thanks to the large range of the energetic beam and to the small absorption of the K X-rays for medium and heavy element; data analysis is quite simple due to the slow evolution of the X-ray emission cross sections [9] and the small overlapping of related lines. The samples can be

D. Ragheb · C. Koumeir · V. Métivier (⊠) · J. Gaudillot · A. Guertin · F. Haddad · N. Michel · N. Servagent SUBATECH, IN2P3-CNRS, Ecole des Mines de Nantes, Université de Nantes, 4 Rue Alfred Kastler, 44307 Nantes,

C. Koumeir · J. Gaudillot · F. Haddad · N. Michel GIP ARRONAX, 1 Rue Aronnax, 44817 Saint Herblain, France

162



Fig. 1 The HE-PIXE experimental set-up, the beam line extraction window, the target display and the LEGe detector inside two shielding configurations: \mathbf{a} a three layer (Pb/Cu/Al) bulky one (on the *left*); \mathbf{b} a more compact one with single lead bricks (on the *right*)

analyzed in normal air which is essential especially for art or cultural heritage objects [9–12].

The paper is organized as follow. The experimental setup and analysis method are presented first; then, two applications performed at our facility are described. The first one fits in the scope of elemental trace analysis whereas the second one is connected to multilayer analysis. Finally, some perspectives are proposed to complete and improve this method.

Materials and methods

Experimental set-up

The experimental setup for the HEPIXE analysis method at ARRONAX can be seen in Fig. 1. The experiment is performed in normal air after the release of the charged particle beam through a 75 µm Kapton window. X-rays emitted due to the interaction of the high energy particle beam with the sample are collected by a high purity low energy germanium detector LEGe from Canberra [13] cooled to the LN₂ temperature. The angle of detection is chosen to be 135° with respect to the beam line, to limit the effects of secondary electron bremsstrahlung [14]. The beam intensity is measured using a Faraday cup (that acts as a beam stop, located 30 cm behind the target) and/or a thin monitor foil when the target thickness is too large or the incoming particle energy too low to collect reliable measurement with the Faraday cup. The monitor foils used are 2 µm copper: the number of collected K X-rays is directly related to the beam intensity. Beforehand, a calibration of this measurement is made with the faraday cup (without other target).

To reduce the dead time of the detector and data acquisition system and to reduce the background level, beams are delivered at low intensities (of the order of 1 nA or less) and the detector is shielded using a three layer assembly (5 cm lead, 2 cm copper and 2 mm aluminum) (Fig. 1 left). This layered composition removes

characteristic X-rays of Cu and Pb, but it does not allow the detector to be closer than 16 cm from the target. A simple 5 cm lead brick shielding is used when it is necessary to reduce this distance (down to 6 cm) (Fig. 1right).

X-ray spectrum is digitalized using a multichannel analyzer and the acquisition is made with the Genie 2000 software from Canberra. The detector and the acquisition unit are calibrated in energy and efficiency with standard radioactive sources (CERCA LEA).

Elemental concentration determination

The analysis of the peaks contained in the collected X-ray spectrum allows identifying and quantifying the elements present in the sample thanks to their characteristic K lines. For each element, the detection limit [5] depends on the detection efficiency, the X-ray absorption in the air and in the sample (self-absorption), the production cross section of X-rays (K-lines) and the background level (from bremsstrahlung and Compton diffusion) [15] coming from the interaction of particles with the sample, the beam line and the beam stop.

Once the elements are identified, we can assay their concentrations. The number of photons detected by unit time from the element of atomic number Z is determined using formula (1) [5]:

$$N_{i} = N_{P}C_{i}\omega_{K_{i}}b_{ij}T_{abs_{i}}\varepsilon_{i}\frac{\Omega}{4\pi}\int_{E_{0}}^{E_{\min}}\frac{\sigma_{i}(E)T_{\text{target}}(E)}{S(E)}dE$$
(1)

with N_P , the number of particles per unit time from an uniform beam with a section lower than the sample diameter; C_i , the concentration of the element *i* per unit volume; σ_i ., the effective ionization cross section of the electronic layer of the element *i* [16]; ω_{Ki} , the fluorescence yield of the element *i* for a specific transition; b_{ij} , the relative intensity for a considered X-ray for the element *i* [17, 18]; T_{target} , the total attenuation within the target and T_{abs_i} the total attenuation in the whole medium between the output of the sample and the detector entrance (any filter,

897

Table 1	Characteristics	of the	target	sample

Sample	Natural sodalite	Synthetic sodalite	IAEA RM SL-1
Origin	IMN	IMN	IAEA
Form	Pellet	Pellet	Pellet
Mass	216.9 mg	94.2 mg	400 mg
Thickness	1200.74 μm	521.74 μm	552 µm
Diameter	1 cm	1 cm	2.2 cm
Density	2.3	2.3	2.1

air, entrance windows, etc.); ε_i , the detector efficiency for K X-rays related to the element *i* [19]; Ω , the solid angle of detection; *S*(*E*), the stopping power of the target, E_0 and E_{\min} corresponding to, respectively, the incoming particle energy and the output particle energy. The number of photon in a given peak in spectra is determined using the Fitzpeak software [20], completed with a homemade fitting code for some overlapping peaks.

In a thick target, the X-ray production cross section varies with the energy of the particle throughout its path in the sample; moreover, the K X-ray's self-attenuation depends on the target's matrix. So, the resolution of this equation involves knowing the composition of the matrix and the change of beam's energy throughout the sample. Depending on the precise knowledge of the whole factors from the Eq. (1) or not, this equation can be used directly to determine the concentration of the elements, or indirectly by use of a reference sample method, an internal standard's method or standard addition's method [5].

Two types of sodalite [21], a natural mineral one and a synthetic product, was provided by the "Institut des Matériaux Jean Rouxel" in Nantes (IMN) in order to be analyzed by the HEPIXE technique at ARRONAX. The idea is to compare, in composition and amount, natural and synthetic sodalite in order to compare the two samples and investigate the mechanism of the photochromic effect [22].

For this purpose, we choose to perform the analysis using a standard sample as reference to increase the accuracy of the method, minimizing the possible bias related to cross section estimation, energy loss calculation, detector efficiency and incident particle flux measurements. The matrix of the reference sample, in terms of density and composition, has to be as close as possible to that of the samples and has to be analyzed under the same experimental conditions. Hence, we use the reference material IAEA RM SL-1 (lake sediment), provided with a certificate detailing the trace and minor elements present and their concentrations in ppm (mg kg⁻¹) [23]. The characteristics of the 3 samples are presented in the Table 1. The natural sodalite stone was ground and pelletized so that it has the same characteristics as the other samples. In order to correct the self-absorption of K X-rays in the sample and to estimate the variation of the beam's energy, one has to know the major components of the matrix. To do this, we have used Scanning Electron Microscopy (SEM) coupled with energy dispersive microanalysis X-ray (EDX) at the IMN. Because of lack of material, we were not able to determine the matrix of synthetic sodalite. We have assumed that this matrix was close to natural sodalite and have corrected the self-absorption in this sample the same way.

The elemental concentration determination for the three samples was performed with a 68 MeV alpha particle beam, in order to maximize the K X-ray emission in a wide range of elements. The effective energy of the alpha particles impinging the target is 62.8 ± 0.2 MeV after their crossing of the Kapton window and the air between this window and the target (SRIM calculation [24]). Beam intensity was around 100 pC and irradiation time a few hundred of seconds. Targets were located at 25 cm away from the beam extracting window and the detector at 7.5 cm from the target, at an angle of 135° with the beam direction.

Multilayer analysis

Taking full advantage of the high penetration of protons or light ions at around 70 MeV allows us not only to extract information on the elemental composition of materials, but also on the distribution in the depth of the present elements. The first foreseen application concerns multilayer samples for which one wants to determine the elemental nature of each layer, their thickness and their position in depth. Those informations are extracted by taking account of the difference of K X-ray absorption for the different elements and for different K X-ray lines of a single element. The method proposed here doesn't need the detection of additional gamma rays as published previously [25].

For a given multilayer target, the layer sequence can be determined thanks to the ratio of the intensities of the detected K_{α} and K_{β} lines (K_{α}/K_{β}) [26, 27]. The layer thickness can be determined thanks to the attenuation of a single line (mostly the K_{α} one).

The K_{α} line intensity and the ratio of K_{α}/K_{β} lines intensities of a layer are explicitly given by the Eqs. (2) and (3) respectively:

$$I_{K_{\alpha}}^{i} = N_{p}C_{i}\sigma_{K}b_{\alpha}^{i}e_{\alpha}^{i}\int_{0}^{d_{i}}\exp(-\mu_{\alpha}^{i}y)dy\sum_{j=1}^{i-1}\exp(-\mu_{\alpha}^{j}d_{j})$$
(2)

$$\frac{I_{K_{x}}^{i}}{I_{K_{\beta}}^{i}} = \frac{\mu_{\alpha}^{i}}{\mu_{\beta}^{i}} \frac{b_{\alpha}^{i}}{b_{\beta}^{i}} \frac{\varepsilon_{\alpha}^{i}}{\varepsilon_{\beta}^{i}} \frac{\int_{0}^{d_{i}} \exp(-\mu_{\alpha}^{i}y) dy}{\int_{0}^{d_{i}} \exp(-\mu_{\beta}^{i}y) dy} \sum_{j=1}^{i-1} \frac{\exp(-\mu_{\alpha}^{j}d_{j})}{\exp(-\mu_{\beta}^{j}d_{j})}$$
(3)

where $\mu_{\alpha,\beta}$ represents the absorption coefficient, $b_{\alpha,\beta}$ the natural intensity ratio of α,β lines, σ_K the K X-ray production cross section and dj the thickness of each layer. In these equations, it is assumed that the target thickness is at maximum of the order of several hundreds of micron, so that the cross section remains practically constant considering the energy loss of high energy protons (70 MeV) negligible.

Once the element constituting the layers identified by their characteristic X-rays in the spectrum, the thicknesses are calculated [thanks to the Eq. (2)] assuming each layer is in the first position. Those thicknesses are called apparent thicknesses. Then, the K_{α}/K_{β} ratios are calculated for each element according to these values. The element that present a calculated ratio (K_{α}/K_{β}) equal or close to the experimental ratio is considered to be in the first position. Then, new apparent thicknesses for the remaining elements are computed, taking into account the effect of K_{α} 's absorption in the first layer. Similarly, we compare the new calculated and experimental ratios (K_{α}/K_{β}) to determine which layer is in second position, and so on. This iterative process allows estimating the thickness of the various layers and their position in depth.

This method will be illustrated in the Sect. 3.2 with is a sample constituted of three layers, respectively Ti, Ag, Au. The particle beam consists of protons at 70 MeV and the detector is located at an angle of 135° relative to the beam direction and 26 cm from the target. Reference foils are used to normalize the K X-ray intensity for each element in order to eliminate the influence of both detection efficiency and ionization cross sections, not necessarily well known. The reference foils are high purity standard materials (from Goodfellow) and have thicknesses about 10 µm. These thicknesses are precisely measured: each layer foil is weighed separately before irradiation using an accurate scale $(\pm 10^{-8} \text{ kg})$ and its area is evaluated thanks to a calibrated desktop scanner. Knowing the density of each material and assuming the thickness to be homogeneous over the whole surface, the thicknesses have been deduced (Ti: 9.95 µm; Ag: 10.34 µm; Au 10.75 µm) accurately. For such thicknesses, the change in the ionization cross section with protons at 70 MeV can be neglected. The beam intensity is around of 100 pA and the irradiation time is about few minutes. Each K line intensity is normalized to the number of incident particle measured by a monitor sheet (2 µm copper) set on front of the sample.

Results

Elemental trace analysis in sodalite samples

Both natural and synthetic sodalite samples are irradiated with a 68 MeV alpha particle beam (62.8 MeV at the

entrance of the sample, see Sect. 2.2). The Fig. 2 represents the collected K X-ray spectrum for the synthetic sample. The abscissa axis stands for the energy of detected X-rays and the ordinate axis (in logarithm scale) the number of counts. Characteristic X-ray lines are superimposed on a continuous background. Elements from which these lines are emitted are identified on the spectrum. The Argon contribution is due to the interaction of the beam with the air.

The concentrations of identified elements are presented in Table 2 for synthetic sodalite and in Table 3 for natural sodalite. These concentrations in the sodalite samples have been determined by normalizing each X-ray peak in the spectrum with the one which has the closest energy in the reference sample (relative method). Uncertainties are calculated from the statistical uncertainties on the number of counts in the X-ray lines related to the considered elements in the analyzed and reference samples, combined with uncertainties associated to the recommended values of the elemental concentration in the reference sample [23] and with the uncertainties on thicknesses of the samples. These uncertainties are generally in the range from 10 to 20 %, and can go up to 30 % and more when the statistics in the peak is poor. These uncertainties are mainly related both to the recommended values and to the peak statistics. Possible improvement is possible when increasing the irradiation time, but with limitation due to uncertainties on the recommended values.

For element lighter than calcium (Z = 20), X-ray energies are too low to be detected and quantified because of the absorption in the air between the sample and the detector. We are nonetheless able to identify chlorine, but its quantification is imprecise due to the low proportion of X-rays reaching the detector combined to the close large peak related to argon.

Regarding the qualitative analysis, one can note that different elements are present in the two samples of sodalite: chlorine and tin are detected only in the synthetic product, while gallium, bromine, silver and iodine are only found in the natural sample. Regarding the elements detected in both samples, they are not present in the same quantity. These first results show that the HEPIXE technique has put in evidence differences in the composition between natural and synthetic sodalite which can give hints about their different properties. This will help to understand their photochromic properties and perform new synthesis method. However, elements with lower atomic number than calcium could not be detected here, as well as those present in quantity lesser than the limit of detection.

With the present experimental configuration, the limit of detection of this HEPIXE technique is of the order of several tens of ppm for elements heavier than calcium. If one needs to lower this limit of detection, one have mainly to minimize the absorption of X-rays in the air, by reducing



Fig. 2 Energy spectrum of the detected X-rays for the synthetic sodalite sample irradiated by alpha particles at 68 MeV

Table 2	Concentrations	with associated	uncertainties	of the elements
detected	in the synthetic	sodalite		

Element	X-ray	Energy (keV)	Concentration (mg kg ⁻¹)	Uncertainty (mg kg ⁻¹)
Ca	Kα	3.7	4,655	±1,303
Mn	K_{α}	5.9	667	±113
Fe	K_{α}	6.4	943	±132
Cu	K_{α}	8.0	1,709	± 290
Zn	K_{α}	8.6	492	±83
Rb	K_{α}	13.3	766	±137
Sn	K_{α}	25.2	53	±14

 Table 3 Concentrations with associated uncertainties of the elements detected in the natural sodalite

Element	X-ray	Energy (keV)	Concentration (mg kg ⁻¹)	Uncertainty (mg kg ⁻¹)
Ca	Kα	3.7	9,193	±1747
Mn	K_{α}	5.9	373	± 104
Fe	K_{α}	6.4	8,128	$\pm 1,138$
Cu	Kα	8.0	3,498	±514
Zn	Kα	8.6	247	±44
Ga	Kα	9.2	18	± 5
Br	K_{α}	11.9	123	± 20
Rb	K_{α}	13.3	93	± 16
Ag	K_{α}	22.1	39	± 15
Ι	K_{α}	28.6	97	± 25

the distance between the sensor and the sample or by placing them in the vacuum, if necessary and/or achievable.

Table 4 Apparent thicknesses and $K_{\alpha}\!/K_{\beta}$ ratio calculated with the iterative multilayer procedure

	Layer	Apparent thickness (µm)	$\begin{array}{c} Calculated \\ K_{\alpha}\!/K_{\beta} \end{array}$	Experimental K_{α}/K_{β}
Step 1	Ti	61.5	3.6	3.5
	Ag	24.4	4.4	3.06
	Au	7.5	1.003	0.69
Step 2	(Ti) Ag	48.3	3.6	3.06
	(Ti) Au	7.7	0.998	0.69
Step 3	(Ti) Ag	131.0	3.06	3.06
Step 4	(Ti Ag) Au	10.5	0.67	0.69

Multilayer analysis

A multilayer sample is analyzed thanks to the HEPIXE method. These measurements are made blindly, even if we know exactly the thickness of the layers used in the sandwich. These thicknesses were initially measured with the same procedure as for the reference foils (from precise weight and area measurements). These values are reported in Table 5 and referred as real thicknesses. Associated uncertainties are calculated by propagating the uncertainties in measurements of the various involved quantities. The iterative procedure described in Sect. 2.3 is then applied, analyzing the collected X-ray spectrum when a 70 MeV proton beam irradiates the multilayer sample. With this sample, four steps are needed and are reported in the Table 4.

First, three elements (Ti, Ag, Au) are identified and "apparent" thicknesses are calculated (step 1); one can

Table 5 Thicknesses in a multilayer sample evaluated thanks to the HEPIXE method

Element	Evaluated thickness (µm)	Real thickness (µm)
Ti	131.0 ± 2.3	129.1 ± 1.3
Ag	48.3 ± 1.5	49.4 ± 0.5
Au	10.5 ± 0.4	10.4 ± 0.1

conclude that titanium is in the first layer, but the discrepancy in the K_{α}/K_{β} ratios indicates that its thickness is underestimated (due to complete attenuation of deeper K_{α} X-rays in the titanium foil). Nevertheless, new apparent thicknesses for the silver and gold foils are calculated considering the titanium foil before (step 2), but obviously no K_{α}/K_{β} ratios agree; the thickness of the titanium foil is then reevaluated considering the attenuation of the K_{α} X-rays from the silver (step 3), leading to coherent values for the K_{α}/K_{β} ratios. Finally, we have only to calculate the thickness of the gold foil behind the titanium and the silver foils (step 4). The results are reported in the Table 5 and can be compared to the "real" thicknesses; a very good agreement between the results given by the HEPIXE method and the characteristics of the multilayer sample both for the composition, thickness and layer sequence is found.

This result allows us to highlight the ability of the HE PIXE method to determine multilayer sample composition, including the measurement of the thickness of the various layers. As the production cross section of KX-ray evolves slowly with high energy protons, normalization with standard material is facilitated and precise analysis of the target achieved. This is done using the single information delivered by X-rays. However, adding detection of the gamma rays emitted during the interaction of the beam with the target [25], additional information would be available to solve more complex multilayer configuration, for example when several layers of the same composition are present in the sample.

Conclusion and perspectives

The high energy PIXE method allows performing elemental concentration determination for medium and heavy elements in thin (μm) and thick (mm) samples. It's under development at the ARRONAX cyclotron as a fast, in air, non-destructive, ion beam multi-elemental analysis technique. Elemental concentration determination for element heavier than potassium in matrix such as sodalite has been demonstrated, at the ppm level, using standard material as reference. In order to achieve the detection and the J Radioanal Nucl Chem (2014) 302:895-901

pleted with a smaller silicon drift detector (which can be located closer to the target for higher efficiency and less absorption in air for low energy X-rays) and with a germanium detector for gamma rays detection (combined HEPIXE/PIGE). Thick multilayer analysis has also been demonstrated, achieving notably the detection of elemental composition, thickness and position in depth of a specially designed assembly of Ti (130 µm), Ag (50 µm) and Au (10 µm). This technique will be applied to industrial multilayer material, cultural heritage objects, corroded objects, etc.

Acknowledgments The ARRONAX cyclotron is a project promoted by the Regional Council of Pays de la Loire financed by local authorities, the French government and the European Union. This work has been, in part, supported by a grant from the French National Agency for Research called "Investissements d'Avenir", Equipex Arronax Plus no ANR-11-EQPX-0004. This work has been also supported by the CPER 2007-2013, including funding from the Regional Council of Pays de la Loire, the "Conseil general de Loire-Atlantique", the French government and the FEDER (European Union). We wish to thank Pr. E. Fritsch (IMN Jean Rouxel) for providing us the sodalites and for fruitful discussions.

References

- 1. Johansson SAE, Johansson TB (1976) Nucl Instrum Methods 137:473-516
- 2. Caijin X, Guiying Z, Donghui H, Bangfa N, Cunxiong L, Yali Q, Hongchao S, Pingsheng W, Weizhi T (2012) J Radioanal Nucl Chem 291:95–100
- 3. Sarita P, Naga Raju GJ, Pradeep AS, Rautray TR, Reddy BS, Reddy SB, Vijayan V (2012) J Radioanal Nucl Chem 294: 355-361
- 4. Lesigyarski D, Šmit Z, Zlateva-Rangelova B, Koseva K, Kuleff I (2013) J Radioanal Nucl Chem 295:1605-1619
- 5. Johansson SAE, Campbell JL, Malmqvist KG (1995) Particleinduced X-ray emission spectrometry (PIXE). Chem Anal 133:33-35
- 6. Romo-Kröger CM (2010) Vacuum 84:1250-1253
- 7. Denker A, Bohne W, Campbel JL, Heide P, Hopman T, Maxwell JA, Opitz-Coutureau J, Rauschenberg J, Röhrich J, Strub E (2005) X-Ray Spectrom 34:376-380
- 8. Haddad F, Michel N, Guertin A, Barbet J, Chatal J F, Martino J (2007) In: Proceedings of the international conference on nuclear data for science and technology, Nice, France, pp 1383-1385
- 9. Denker A, Maier KH (1999) Nucl Instrum Methods Phys Res B 150:118-123
- 10. Dran JC, Salomon J, Calligaro T, Walter P (2004) Nucl Instrum Methods Phys Res B 219-220:7-15
- 11. Dupuis T, Chêne G, Mathis F, Marchal A, Philippe M, Garnir HP, Stirvay D (2010) Nucl Instrum Methods Phys Res B 268:1911-1915
- 12. Won-in K, Suksawang S, Thongleurm C, Intarasiri S, Tippawan U, Kamwanna T, Dararutana P (2012) J Radioanal Nucl Chem 294:383-386
- 13. http://www.canberra.com/products/detectors/germanium-detectors. asp
- 14. Ishii K (2006) Radiat Phys Chem 75:1135-1163
- 15. Koumeir C, Haddad F, Métivier V, Servagent N, Michel N (2011) In: Proceeding of European conference on X-ray spectrometry,

20–25 June 2010, Figueira da Foz, Coimbra, Portugal, 23–33. arXiv:1011.4057v1 [nucl-ex]

- 16. Cipolla SJ (2007) Nucl Instrum Methods Phys Res B 261:142–144
- Salem SI, Panossian SL, Krause RA (1974) Atomic Data Nucl Data Tables 14:91–109
- 18. Krause MO (1979) J Phys Chem Ref Data 8:307-327
- Mohanty BP, Balouria P, Garg ML, Nandi TK, Mittal VK, Govil IM (2008) Nucl Instrum Methods Phys Res A 584:186–190
- FitzPeaks Gamma Analysis and Calibration Software version 3.66, based on methods presented. In: Koskelo MJ, Aarnio PA, Routti JT (1981) Nucl Instr Meth 190:89–99
- 21. Medved DB (1954) Am Mineral 39:615-629

- 22. Pizani PS, Terrile MC, Farach HA, Poole C Jr (1985) Am Mineral 70:1186–1192
- 23. http://nucleus.iaea.org/rpst/Documents/rs_iaea-sl-1.pdf
- 24. Ziegler JF, Ziegler MD, Biersack JP (2010) Nucl Instrum Methods Phys Res B 268:1818–1823
- Koumeir C, Haddad F, Métivier V, Servagent N, de la Bernardie X, Garrido E, Ragheb D (2011) Applications of nuclear techniques. AIP Conf Proc 1412:105–112
- Demortier G, Mathot S, Oystaeyen VB (1990) Nucl Instrum Methods Phys Res B 49:46–51
- Demortier G, Mathot S, Steukers C (1993) Nucl Instrum Methods Phys Res B 75:347–354