

## Développement d'un démonstrateur d'hodoscope faisceau en diamant pour le contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie

Sébastien Curtoni

## ► To cite this version:

Sébastien Curtoni. Développement d'un démonstrateur d'hodoscope faisceau en diamant pour le contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2020. Français. NNT: 2020GRALY045. tel-03150715

## HAL Id: tel-03150715 https://theses.hal.science/tel-03150715

Submitted on 24 Feb 2021

**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.



# THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : Physique appliquée

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

## Sébastien CURTONI

Thèse dirigée par Marie-Laure GALLIN-MARTEL, chargée de recherche CNRS, HDR

préparée au sein du Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie dans l'École Doctorale de Physique de Grenoble

Développement d'un démonstrateur d'hodoscope faisceau en diamant pour le contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie

Development of a diamond beam-tagging hodoscope demonstrator for online ion range verification in hadrontherapy

Thèse soutenue publiquement le **4 novembre 2020**, devant le jury composé de :

Pr. Julien PERNOT
Professeur des Universités, Université Grenoble-Alpes, Président
Dr. Dominique TROMSON
Ingénieure CEA, CEA Saclay DM2I/LCAE, Rapporteuse
Dr. Étienne TESTA
Maître de Conférences, Université Claude Bernard Lyon 1, Rapporteur
Pr. Vincent MÉTIVIER
Professeur des Universités, IMT Atlantique, Examinateur
Pr. Johann COLLOT
Professeur des Universités, Université Grenoble-Alpes, Examinateur
Dr. Laurent OTTAVIANI
Maître de Conférences, Aix-Marseille Université, Examinateur



## Résumé

Ce manuscrit de thèse présente l'étude et le développement d'un démonstrateur d'hodoscope faisceau conçu pour l'étiquetage spatial et temporel des faisceaux d'ions en hadronthérapie. Ce travail intervient dans la problématique de l'amélioration des systèmes de vérification du parcours des ions basés sur la détection de photons gamma-prompts générés par l'ion incident dans la matière le long de sa trajectoire. Le diamant synthétique a été choisi pour sa résistance aux radiations et sa rapidité, permettant d'atteindre une résolution temporelle de l'ordre de 100 ps. Diverses qualités cristallines de diamant synthétique ont été étudiées et caractérisées pour répondre aux objectifs fixés. Cette caractérisation a été effectuée en premier lieu en laboratoire avec la mise en place de différents bancs de tests permettant de mettre en évidence la capacité de collecte de charges et les performances temporelles et spectroscopiques des échantillons. Les échantillons par la suite assemblés en détecteurs, ont été testés sur différents faisceaux pulsés de particules. Les premiers détecteurs à pistes ont également été développés. Les résultats des différentes campagnes de mesures mettent en évidence la capacité de ces détecteurs diamant à réaliser un étiquetage temporel d'ions uniques avec une résolution de 100 ps et une efficacité de détection de 98%. Un dénombrement précis du nombre de protons contenu dans les paquets envoyés par l'accélérateur a été également réalisé. Enfin, une étude en fonction de l'intensité faisceau démontre la capacité des détecteurs diamant à détecter individuellement chaque paquet de particules à des fréquences supérieures à 30 MHz. Le manuscrit présente enfin le design et le développement de deux démonstrateurs d'hodoscope faits d'une part de quatre diamants CVD monocristallins métallisés par pistes, assemblé en mosaïque et d'autre part d'un diamant CVD polycristallin de 4 cm<sup>2</sup>. La partie active de l'hodoscope est associée à des préamplificateurs et carte d'acquisition dédiés développées au laboratoire.

## Abstract

This thesis manuscript introduces the study and development of a diamond hodoscope demonstrator conceived for spatial and temporal beam tagging in hadrontherapy. This work deals with the issue of online ion range verification, and more specifically with the improvement of prompt-gamma imaging systems. Synthetic diamond samples were chosen for their radiation hardness and fast response, enabling 100 ps time resolution. Several crystal qualities were tested and characterized to cope with the defined goals. Characterization was carried out first at lab with the development of test benches to evaluate the charge transport properties as well as the timing and spectroscopic performances of the tested samples. Then, diamond samples were assembled as detectors to be tested on various pulsed particle beams. The first developed double-sided stripped detectors were also tested. The results from the different beam tests emphasized diamond's ability to perform single ion tagging with a 98% detection efficiency and a 100 ps time resolution. A precise counting of the number of protons within a bunch was then achieved. Finally, a study at high beam current highlighted individual ion bunches counting capabilities superior to 30 MHz. The manuscript eventually introduces the design and the development of two hodoscope demonstrators. The first one is made of four single-crystal CVD diamond samples arranged in a mosaic pattern while the second one is based on a  $4 \,\mathrm{cm}^2$  polycrystalline CVD diamond. They are double-sided stripped and readout with custom broadband preamplifiers and acquisition board developed at laboratory.

# Remerciements

Mener à bien un projet doctoral et écrire une thèse, qu'importe le domaine ou le sujet, constituent toujours un exercice fastidieux, exigeant et difficile. Ils demandent un investissement tel que je n'en avais jamais connu jusque là et je n'aurais jamais pu réaliser ce travail sans le support, l'aide et le soutien d'un grand nombre de personnes. Ce qui suit n'est pas à la mesure de ce que je ressens réellement pour ces personnes mais j'espère qu'elles y trouveront au moins un indice de ma sincère gratitude envers elles.

En premier lieu, je voudrais remercier Monsieur Arnaud Lucotte, directeur du Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie, de m'avoir accueilli au sein du LPSC d'abord en tant que stagiaire de M2 puis comme doctorant durant trois ans et demi. Merci de veiller au bien-être des doctorants et de mettre en œuvre des structures pour qu'ils puissent s'exprimer et se rassembler.

Ensuite, je souhaiterais évidemment remercier très vivement les différentes personnes qui ont accepté de faire partie de mon jury de thèse et d'évaluer ce travail. Un grand merci à Monsieur Julien Pernot d'avoir accepté de prendre la charge de présider mon jury de thèse. Merci à Messieurs Johann Collot, Vincent Métivier et Laurent Ottaviani d'avoir examiné ce travail. Enfin, un immense merci à Madame Dominique Tromson et Monsieur Étienne Testa pour leur relecture attentive de mon manuscrit de thèse ainsi que pour leurs corrections et suggestions qui viennent en améliorer la qualité. Merci d'avoir effectué un tel travail, le très gros volume que constitue ce manuscrit a dû demander un investissement très important.

Je souhaiterais maintenant que ma directrice de thèse Marie-Laure Gallin-Martel trouve ici l'expression de mes plus chaleureux remerciements. Marie-Laure, merci infiniment de m'avoir donné cette occasion unique de faire ma thèse sur un sujet aussi stimulant. Merci de m'avoir fait confiance depuis le début du stage et même quand moi je n'avais pas confiance en moi. Merci de m'avoir poussé à passer l'oral de l'ED, merci de m'avoir toujours poussé à m'améliorer et à ne pas fuir les difficultés ou les choses qui me faisaient peur. Merci de m'avoir poussé à prendre des responsabilités et de m'avoir encouragé à présenter le plus possible mon travail en diverses occasions et à des publics très différents. Merci enfin pour ton oreille attentive et ta compréhension.

Un immense merci à Denis Dauvergne, chef de l'équipe Physique Nucléaire et Applications Médicales du LPSC. Denis, merci infiniment pour ton investissement dans ce projet, pour ta patience et ton exigence. Merci beaucoup pour tout ce que tu m'as appris, sur la thématique scientifique d'abord mais aussi à travers nos nombreuses discussions sur beaucoup d'autres sujets. Merci pour tous ces "je peux te déranger 5 minutes?" qui ont fini en heures de discussions, réflexions et débats. Merci d'avoir toujours fait en sorte que je puisse assister à un maximum de workshops et conférences, que j'y présente quelque chose ou pas. Merci d'avoir permis qu'on puisse travailler avec autant de gens et sur tant d'installations scientifiques différentes et qui donnent à cette expérience de thèse une saveur si particulière. Et enfin, merci plus que tout pour ton aide inestimable à l'heure du premier confinement qui devait coïncider avec le début de la rédaction. Ton intervention à ce moment-là a été déterminante dans ma fin de thèse et tu t'es investi bien au-delà de ce qu'on pouvait attendre d'un chef d'équipe. Je ne t'en remercierai jamais assez.

C'est avec une émotion certaine que je souhaite remercier Sara Marcatili. Sara, je ne sais pas combien de fois et pour combien de choses je devrais te dire "merci" tant il y en a. Merci infiniment pour ton aide, au travail et en dehors, pour ton soutien, tes conseils et ta franchise. Merci pour tout ce que tu m'as appris, merci d'avoir été autant à l'écoute et d'avoir su me rassurer. Merci pour tout le temps que tu m'as consacré alors que tu n'avais pas à le faire. Travailler avec une personne aussi brillante et talentueuse que toi aura été un réel privilège et maniper avec toi un vrai plaisir. Merci enfin pour ta gentillesse et ta grande humanité. Merci d'avoir été comme une grande sœur pour moi au cours de cette étape importante de ma vie. Merci pour ton amitié. Merci pour tout !

Je souhaite évidemment remercier les autres membres de l'équipe de Physique Nucléaire et Applications Médicales. Un grand et chaleureux merci à Ludovic et Rachel. Un immense merci à Monsieur Yannick Arnoud pour m'avoir appris les 3/4 de ce que je sais aujourd'hui de la physique des détecteurs, de l'interaction rayonnement-matière et de la physique médicale en générale. Merci pour ta pédagogie inégalée, ta gentillesse et merci de m'avoir donné l'occasion d'exercer ma passion pour l'enseignement. Un gros bisou à la fine équipe des doctorants du groupe : Nico, Maxou, Alex et Pierre!!! Un pur régal de vous avoir, les gars! Des remerciements tous particuliers pour Jayde Livingstone et Nico qui ont dû, tour à tour, partager leur bureau avec moi et me supporter par la même occasion. J'espère que j'ai été à votre hauteur. Bon ok Nico, j'étais pas de super bonne humeur tous les matins hein... Désolé pour ça et si tu as eu très souvent chaud dans le bureau à cause du Marseillais que je suis! Mais bon, on sait tous les deux que trouver un terrain d'entente sur la température est pas facile entre Provence et Savoie. Merci de ne pas avoir œuvré du tout pour lutter contre mon addiction au café!

Dans ce manuscrit, il est beaucoup question de diamant. Pourtant un détecteur n'est pas que son volume sensible. Le diamant vient avec son électronique, son système d'acquisition, son support mécanique etc... Autant de domaines dans lesquels le support d'autres équipes et services du LPSC ont été essentiels. Merci infiniment donc à Laurent Gallin-Martel pour son implication dans le projet et son aide de tous les instants, à Olivier Rossetto, Abderrahmane Ghimouz, Germain Bosson, Christophe Hoarau, Fatah Rarbi, Joël Bouvier et Mahfoud Yamouni du service Electronique du LPSC pour leur implication dans le projet. Fatah, merci pour les cours d'électronique ! Merci à Ana Lacoste et Alexandre Bès du groupe Plasmas pour leur support en métallisation. Un immense merci à Jean-François "Jeff" Muraz pour son aide inestimable et son travail modèle de rectitude et d'organisation. Un chaleureux merci à Jean-Yves Hostachy pour m'avoir pris sous ton aile avec ton comparse de toujours quand j'ai débuté mon stage de M2, ainsi que pour tes conseils toujours très pertinents et précieux. Merci à Latifa Abbassi, Thierry Crozes et Jean-François Motte de la plateforme Nanofab de l'Institut Néel pour la métallisation et le bonding des détecteurs.

Que toutes les personnes qui nous ont permis de réaliser autant d'expériences différentes sur de grands instruments soient ici remerciées. Merci à John Morse, Murielle Salomé et Wout De Nolf de la ligne ID21 de l'ESRF. Merci à Yung-Hee Kim et Ulli Koester du spectromètre LOHENGRIN de l'Institut Laue-Langevin. Merci à Joël Hérault du Centre Antoine Lacassagne. Merci infiniment à Ferid Haddad, directeur du cyclotron ARRONAX, de nous avoir donné accès à l'instrument. Merci à Freddy Poirier pour son aide et nos échanges enrichissants. Enfin, des remerciements tous particuliers pour Noël Servagent et Charbel Koumeir pour leur dévotion, leur implication et leur soutien précieux pendant ces manips. Désolé pour les heures sup' Charbel et merci pour tout!

Merci à tous mes amis qui ont toujours répondu présent au quotidien tout au long de cette thèse au labo. Tout d'abord un grand merci à mes "aînés" : Juju Michmich' le guide du tacos, Toto mon maître Jedi de ROOT, Laulau l'ouverture d'esprit et la gentillesse incarnées. Un grand merci à Kiki Martineau, *aka* "le maître de la paperasse" pour son amitié et son soutien permanent en toutes situations. T'inquiète Kiki, on a tous un pote qui... si tu vois ce que je veux dire. Merci à Laura FB pour le partage de nos ras-le-bol respectifs, les débuggages en binôme et ta sacro-sainte maxime encore jamais démentie : "le problème il se situe toujours entre l'écran et la chaise...". Rola, merci pour ton amitié, ta générosité et ta cuisine délicieuse. Merci Alex le "yillet yaune" le plus BG d'Espagne de m'avoir fait tant rire. Merci à Mathieu "le belge" pour ta culture inépuisable et ta compagnie de boisson des plus agréables!

Merci aussi à tous ceux qui étaient là aussi en dehors du labo. Merci à Nico et Clara pour les blind tests, les séances de sport, les "apéros dinatoires" où on mange 4 fois plus que prévu, le ciné, la console (t'inquiète Clara, un jour on arrivera à gagner le mini-jeu où il faut faire les motifs avec la corde... moi j'y crois). Merci à mes potos Valou, Amaury, Loïc et Léo (vive les diaporamas de Norvège et les aurores boréales sénégalaises). Un grand merci à Mathilde de m'avoir adopté si vite. Mais surtout un immense merci à Mister Jérémy, le sanglier des Ardennes, le spécialiste de la pièce montée ananas-chantilly. Merci Jerem pour le nombre incalculable de fous rires, les BK du dimanche, les "pooooouuuuuaaaahh", les vidéos russes, les anecdotes improbables, les soirées "trop longues" mais surtout ton amitié indéfectible à laquelle je tiens tant. Merci à mes amis qui suivaient ça depuis Marseille. Merci à Gabriel, Nathan, Clément, Mathieu, Guillaume, Aurore, Flo, Swan et Renato. Et un immense merci à toi Laeti d'avoir toujours été là.

Je ne peux pas maintenant continuer sans remercier le triptyque de mes compagnons du quotidien. Merci Julien "Souche" pour ton amitié et ta vision décontractée des choses qui m'ont tant aidées. Merci Marine la "grande prêtresse du mème" pour ta gentillesse, ton altruisme, les vidéos de MATH, les post-its du compte-à-rebours final et ton aide en toutes circonstances. Enfin, Flora je ne sais pas vraiment comment je pourrais trouver les mots pour dire à quel point je te suis reconnaissant pour ton amitié, ta franchise, pour la manière que tu as su trouver de me bousculer. Mes 5 ans à Grenoble sont indissociables de toi. Tu es tellement forte et je suis tellement fier de toi et de notre amitié. Merci infiniment pour tout, vraiment!

Enfin, je souhaite remercier du fond du coeur les personnes sans lesquelles tout cela n'aurait jamais pu se réaliser. Marraine, merci infiniment pour ton soutien et ta foi en moi (le terme est juste, je pense). Merci infiniment à mes parents et à mon frère Christophe pour leur amour inconditionnel, leur soutien indéfectible de tous les instants. Merci d'avoir toujours cru en moi, d'avoir toujours pensé que je pouvais le faire. Je n'y serais jamais arrivé sans vous. Je vous aime fort tous les trois.

# Table des matières

	Intro	oduction	13
1	Pro	blématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie	17
	1.1	La hadronthérapie	18
		1.1.1 Principe physique	18
		1.1.2 Intérêt thérapeutique	22
		1.1.3 Situation actuelle	27
		1.1.4 Incertitudes sur le parcours des ions	32
	1.2	État de l'art du contrôle en ligne	36
		1.2.1 Tomographie par Émission de Positons	36
		1.2.2 Détection Gamma-Prompt	39
	1.3	Développements de la collaboration CLaRyS pour l'imagerie Gamma-Prompt	48
		1.3.1 Détecteurs gamma	48
		1.3.2 L'hodoscope de faisceau	51
	1.4	Le projet CLaRyS-UFT : de l'intérêt de l'étiquetage ultra-rapide de particules	
		uniques	54
		1.4.1 Pour le Prompt-Gamma Timing	54
		1.4.2 Pour l'imagerie Compton	55
	1.5	Conclusions générales du chapitre	57
2	Les	détecteurs diamant	59
	2.1	Le diamant : un semi-conducteur à grand gap	60
		2.1.1 Propriétés	60
		2.1.2 Classification	63
	2.2	Production de diamants synthétiques pour des applications technologiques	64
		2.2.1 Croissance par méthode Haute Pression Haute Température	64
		2.2.2 Croissance par dépôt chimique en phase vapeur	65
		2.2.3 Qualités cristallines disponibles	67
	2.3	Le diamant CVD comme détecteur de particules	68
		2.3.1 Interaction des particules dans la matière	68
		2.3.2 Principe opératoire d'une chambre d'ionisation solide	76
		2.3.3 Contacts et interfaces métal/semi-conducteur	84
	2.4	Technologies innovantes de détecteurs diamant	85
		2.4.1 Membranes diamant	85
		2.4.2 Détecteurs 3D	86
	2.5	Performance des détecteurs diamant pour la détection de particules	87
		2.5.1 Performances spectroscopiques	87
		2.5.2 Étiquetage temporel ultra-rapide d'ions uniques	88
		2.5.3 Monitoring des faisceaux d'ions en hadronthérapie	91
		2.5.4 Autres utilisations des détecteurs diamant en physique médicale	94
	2.6	Hodoscope diamant pour le projet CLaRyS-UFT	94
		2.6.1 Cahier des charges	94

		2.6.2 Conception	95
	2.7	Conclusions générales du chapitre	97
3	Cara	actérisation des échantillons diamant en laboratoire	99
	3.1	Conception de détecteurs pour les tests de caractérisation	100
	3.2	Courants de fuite	103
		3.2.1 Matériel et méthodes	103
		3.2.2 Résultats	105
		3.2.3 Discussion	107
	3.3	Propriétés des porteurs de charge : Transient Current Technique	108
		3.3.1 Matériel et méthodes	108
		3.3.2 Résultats	116
		3.3.3 Discussion	117
	3.4	Résolution en énergie et efficacité de collecte de charges	118
		3.4.1 Matériel et méthodes	118
		3.4.2 Résultats	121
		3.4.3 Discussion	123
	3.5	Détection de particules au minimum d'ionisation	124
		3.5.1 Évaluation de l'efficacité de collecte de charges	125
		3.5.2 Mesure des résolutions temporelle et de temps-de-vol	128
	3.6	Conclusions générales du chapitre	137
4	Cara	actérisation de détecteurs diamant sous faisceaux de particules	139
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)	140
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)	140 140
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)         4.1.1       Matériel et méthodes         4.1.2       Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant	140 140 144
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)       4.1.1         Matériel et méthodes       4.1.2         Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant       4.1.3         Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel       4.1.3	140 140 144 147
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats	140 140 144 147 148
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion	140 140 144 147 148 153
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)       4.1.1         Matériel et méthodes       4.1.2         Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant       4.1.3         Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel       4.1.4         Résultats       4.1.5         Discussion       4.1.5         Efficacité de détection       4.1.4	140 140 144 147 148 153 153
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019	140 140 144 147 148 153 153 156
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin	140 140 144 147 148 153 153 156 166
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes	140 140 144 147 148 153 153 155 156 166 167
	4.1	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5Discussion4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.2.4Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à I'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.2.4Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5Discussion4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.2.4Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection4.3.1Matériel et méthodes	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.2.4Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection4.3.1Matériel et méthodes4.3.2Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5Discussion4.1.6Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.1Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à I'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.2.4Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection4.3.1Matériel et méthodes4.3.2Résolution temps-de-vol entre deux détecteur diamant et un scintillateur	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.3.1Matériel et méthodes4.3.2Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant4.3.3Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	<ul> <li>Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)</li> <li>4.1.1 Matériel et méthodes</li> <li>4.1.2 Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant</li> <li>4.1.3 Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel</li> <li>4.1.4 Résultats</li> <li>4.1.5 Discussion</li> <li>4.1.5 Discussion</li> <li>4.1.6 Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019</li> <li>4.2.2 Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin</li> <li>4.2.3 Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes</li> <li>4.2.4 Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection</li> <li>4.3.1 Matériel et méthodes</li> <li>4.3.2 Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant</li> <li>4.3.3 Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide</li> <li>4.3.4 Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes</li> </ul>	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181 182
	<ul><li>4.1</li><li>4.2</li><li>4.3</li></ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)4.1.1Matériel et méthodes4.1.2Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant4.1.3Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel4.1.4Résultats4.1.5Discussion4.1.5DiscussionEfficacité de détection4.2.1Expériences à ARRONAX en 2018 et 20194.2.2Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin4.2.3Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes4.3.1Matériel et méthodes4.3.2Résolution temps-de-vol4.3.3Résolution temps-de-vol entre deux détecteur diamant4.3.4Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes4.3.5Discussion	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181 182 184
	<ul> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>4.3</li> <li>4.4</li> </ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)         4.1.1       Matériel et méthodes         4.1.2       Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant         4.1.3       Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel         4.1.4       Résultats         4.1.5       Discussion         4.1.6       Discussion         4.1.7       Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019         4.2.2       Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin         4.2.3       Expérience à I'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes         4.2.4       Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection         4.3.1       Matériel et méthodes         4.3.2       Résolution temps-de-vol         4.3.3       Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant         4.3.4       Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide         4.3.4       Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes         4.3.5       Discussion         Suivi en intensité faisceau - Linéarité - Comptage de protons	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181 182 184 187
	<ul> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>4.3</li> <li>4.4</li> </ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)         4.1.1       Matériel et méthodes         4.1.2       Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant         4.1.3       Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel         4.1.4       Résultats         4.1.5       Discussion         4.1.6       Discussion         4.1.7       Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019         4.2.1       Expérience à ARRONAX en 2018 et 2019         4.2.2       Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin         4.2.3       Expérience à I'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes         4.2.4       Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection         4.3.1       Matériel et méthodes         4.3.2       Résolution temps-de-vol         4.3.3       Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant         4.3.4       Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide         4.3.4       Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes         4.3.5       Discussion         Suivi en intensité faisceau - Linéarité - Comptage de protons       4.4.1	140 140 144 147 148 153 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181 182 184 187 187
	<ul> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>4.3</li> <li>4.4</li> </ul>	Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)         4.1.1         Matériel et méthodes         4.1.2         Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant         4.1.3         Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel         4.1.4         Résultats         4.1.5         Discussion         Efficacité de détection         4.2.1         Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019         4.2.2         Expérience à I'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes polycristallin         4.2.4         Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection         4.2.4         Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection         4.3.1         Matériel et méthodes         4.3.2         Résolution temps-de-vol         4.3.1         Matériel et méthodes         4.3.2         Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant         4.3.3         Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide         4.3.4         Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes         4.3.4         Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pis	140 140 144 147 148 153 153 156 166 167 168 169 170 176 181 182 184 187 187 194

5 Développement de démonstrateurs d'hodosco 5.1 Rappel du cahier des charges	ne faisceau en diamant 205				
5.1 Rappel du cahier des charges					
<ul><li>5.2 Architecture globale de l'hodoscope</li></ul>					
				5.3.1 Métallisation par pistes des diamants	par lithographie laser
5.3.2 Réalisation de la mosaïque et assemb	lage mécanique des diamants 211				
5.4 Électronique de lecture					
5.4.1 Électronique discrète					
5.4.2 Électronique intégrée en technologie (	CMOS 130 nm				
5.5 Système d'acquisition					
5.5.1 Carte d'acquisition					
5.5.2 Programme de configuration et d'acq	uisition de données				
5.6 Conclusions générales du chapitre					

## Conclusions

#### Annexe .1 Description détaillée du convertisseur temps-numérique (TDC) implémenté dans .2 Description du préamplificateur transimpédance en technologie CMOS 130 nm . 229 .3 .4 Récapitulatif des résultats de résolution temporelle et d'efficacité obtenus . . . . 233

## **Bibliographie** 235 Acronymes et anglicismes 263 Table des figures 269 Liste des tableaux 281

## 223

## 227

# Introduction

La radiothérapie est aujourd'hui, avec la chirurgie et la chimiothérapie, l'une des principales modalités de traitement des cancers. L'Institut National du Cancer rapporte <sup>1</sup> qu'en 2016 plus de 190000 patients atteints d'un cancer ont reçu un traitement par radiothérapie, soit près de 50% des patients diagnostiqués. Parmi les différentes techniques de radiothérapie, la radiothérapie externe <sup>2</sup> par faisceau de rayons X occupe une place prépondérante.

En parallèle de cette technique de radiothérapie X dite "conventionnelle", une méthode encore peu répandue est en plein essor. Cette méthode appelée hadronthérapie propose d'utiliser, dans un certain nombre de situations cliniques, des faisceaux d'ions légers en lieu et place des faisceaux de rayons X comme moyen d'irradiation des tumeurs. Les propriétés de l'interaction des particules chargées lourdes dans la matière permettent aux ions légers de générer des profils de dépôt de dose avantageux en comparaison avec les faisceaux de rayons X utilisés en radiothérapie conventionnelle. La décélération progressive des ions dans les tissus permet au dépôt de dose de décrire un profil piqué en profondeur appelé pic de Bragg. En conséquence, leur profondeur de pénétration totale, appelée parcours, dépend directement de leur énergie initiale. En comparaison avec la radiothérapie X, la présence du pic de Bragg induit une dose plus faible sur les premiers centimètres de tissus irradiés, un dépôt de dose maximal en profondeur et une chute très rapide du dépôt de dose après le pic de Bragg. Cette dernière caractéristique permet d'ailleurs en théorie d'optimiser la protection des organes à risque en aval du volume tumoral. Les faisceaux d'ions de charge élevée présentent enfin une efficacité biologique supérieure aux faisceaux de photons dans la région du pic de Bragg qui les rend intéressants pour le traitement de tumeurs radio-résistantes.

La balistique des ions permettant la génération du pic de Bragg rend toutefois la hadronthérapie sensible à des incertitudes sur leur parcours effectif dans le patient. Ces incertitudes peuvent émerger à toutes les étapes du traitement. L'étape de planification avant les séances de traitement mais également le positionnement du patient pendant les séances, ses mouvements inévitables tels que la respiration ou encore l'évolution du volume tumoral et de la morphologie du patient tout au long du traitement sont autant de sources d'incertitudes qui doivent être contrôlées. Afin de tenir compte de ces incertitudes, des marges de sécurité cliniques supplémentaires sont introduites dans la planification du traitement. Certains schémas d'irradiation sont également évités pour prévenir le déplacement du pic de Bragg dans un organe à risque. Bien que ces mesures permettent de garantir la protection des organes à risques, elles limitent l'optimisation de la planification de traitement et empêchent d'exploiter le plein potentiel de la hadronthérapie.

Ces limitations ont poussé divers groupes de recherche à développer des méthodes de vérification en ligne du parcours des ions. En plus de permettre une réduction des marges de sécurité clinique, de tels systèmes doivent pouvoir détecter une éventuelle différence entre le

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> http://lesdonnees.e-cancer.fr/Themes/Soins/La-radiotherapie

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Externe signifiant que les particules ionisantes qui délivrent la dose sont émises depuis l'extérieur et pénètrent dans le patient.

parcours effectif des ions pendant la séance de traitement et la planification de traitement. Contrairement au cas de la radiothérapie conventionnelle, aucun faisceau résiduel ne ressort du patient en hadronthérapie. Les méthodes de vérification en ligne du parcours des ions se basent donc sur la détection de particules secondaires résultant des interactions nucléaires entre les ions incidents et les noyaux dans le corps du patient. La production de ces particules secondaires est donc spatialement corrélée au parcours des ions. Mesurer le profil d'émission de ces particules secondaires permet donc d'obtenir une information indirecte sur le parcours effectif des ions. Parmi ces particules secondaires, les photons gamma-prompts sont émis pour la grande majorité d'entre eux moins d'une picoseconde après l'interaction et possèdent une énergie comprise entre 1 et 8 MeV, ce qui leur permet d'avoir une grande probabilité d'émerger du corps du patient sans interagir.

Dans ce contexte, la collaboration nationale CLaRyS (Contrôle en Ligne de la hAdronthérapie par détection de RaYonnements Secondaires), regroupant quatre laboratoires <sup>1</sup>, développe des méthodes de détection de photons gamma-prompts pour le contrôle en ligne du parcours des ions. La particularité de la collaboration est qu'elle propose d'adjoindre aux caméras gamma qu'elle développe un hodoscope de faisceau. L'hodoscope de faisceau est un moniteur interceptif placé dans l'axe du faisceau en amont du patient et qui a pour objectif de fournir un étiquetage spatial et temporel des ions ou paquets d'ions incidents. L'étiquetage spatial permet d'obtenir une image de la section transverse du faisceau et apporte une information complémentaire pour la reconstruction d'image. L'étiquetage temporel permet, lui, un rejet efficace du bruit de fond causé par la détection des autres particules secondaires par les caméras gamma (principalement les neutrons) en mesurant la différence de temps entre l'instant de détection du photon par la caméra et celui de l'ion par l'hodoscope. Un prototype basé sur deux plans orthogonaux de fibres scintillantes développé par la collaboration remplit déjà ce cahier des charges.

Dans le cadre du projet CLaRyS-Ultra Fast Timing (CLaRyS-UFT), la collaboration explore les apports d'une excellente résolution temporelle dans l'amélioration des performances des systèmes de vérification du parcours basés notamment sur la détection de photons gammaprompts. Une résolution temporelle de l'ordre de 100 ps ( $\sigma$ ) pourrait permettre d'améliorer l'efficacité et la sensibilité des systèmes de vérification. Une telle performance temporelle n'est pas atteignable avec l'hodoscope à fibres. La collaboration a donc choisi de développer un nouvel hodoscope basé sur des diamants synthétiques.

Le diamant est un matériau semi-conducteur à grand gap possédant des propriétés physiques très intéressantes pour la détection de particules. D'une manière générale, les diamants synthétiques sont utilisés pour concevoir des détecteurs de rayonnement bas-bruit et très résistants aux radiations et produisent des signaux très rapides et très brefs. Du fait de leur numéro atomique de 6, ils sont également équivalents-tissus. Pour toutes ces raisons, ils constituent de très bons candidats pour la conception d'un hodoscope de faisceau à très haute résolution temporelle dans le contexte de l'amélioration des performances des systèmes de vérification du parcours des ions en hadronthérapie. Les diamants synthétiques utilisés pour le développement

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> le Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie (LPSC) de Grenoble, l'Institut des Deux Infinis de Lyon (IP2I Lyon), le Centre de Physique des Particules de Marseille (CPPM) et le Centre de Recherche en Acquisition et Traitement de l'Image pour la Santé (CREATIS) de Lyon

de détecteurs sont produits dans diverses qualités cristallines qui présentent chacune des avantages et des inconvénients pour la conception d'un hodoscope de faisceau.

Ce travail de thèse, qui s'incrit dans les développements de la collaboration CLaRyS et du projet CLaRyS-UFT, a été réalisé au sein du Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie (LPSC) de Grenoble qui est membre de la collaboration. Il a pour but de développer un démonstrateur d'hodoscope faisceau basé sur des échantillons de diamant synthétiques pour répondre au cahier des charges du projet CLaRyS-UFT et ainsi permettre la détection de photons gamma-prompts à très haute résolution temporelle. Étant donné que les diamants sont disponibles dans diverses qualités cristallines, ce travail de thèse met une emphase particulière sur la caractérisation des performances de détecteurs basés sur des diamants de qualités cristallines diverses afin de faire émerger le meilleur candidat pour la constitution d'un hodoscope faisceau.

Le présent document qui fait état du travail et des développements réalisés au cours de la thèse est structuré comme suit :

- 1. Le chapitre 1 introduit la problématique de contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie et les motivations du projet CLaRyS-UFT. Dans un premier temps, on fera une présentation générale de la hadronthérapie et des incertitudes sur le parcours des ions. On fera ensuite un état de l'art des techniques de vérification du parcours des ions actuellement développées, avec une attention particulière sur les systèmes de détection gamma-prompts. On introduira par la suite la collaboration CLaRyS et la conception de ses caméras gamma. L'apport d'un hodoscope faisceau sera ensuite discuté et un exposé des performances et limitations techniques de l'hodoscope à fibres sera réalisé. Enfin, l'apport d'un étiquetage temporel ultra-rapide d'ions uniques sera mis en évidence.
- 2. Le chapitre 2 dresse un état de l'art des performances des détecteurs de rayonnement basés sur des diamants synthétiques, en lien avec les objectifs du projet CLaRyS-UFT. On commencera par aborder les propriétés physiques du diamant et comment ces propriétés intrinsèques se traduisent en performances pour la détection de particules. Les différentes méthodes de production de diamants synthétiques seront détaillées, ainsi que les différentes qualités cristallines actuellement disponibles. On exposera les différents aspects des détecteurs diamant, de la physique des interactions des rayonnements ionisants dans la matière à la génération d'un signal dans les chambres d'ionisation solides que constituent les détecteurs diamant. Des technologies innovantes de détecteurs diamant seront également présentées. Un état de l'art des performances en lien avec le cahier des charges de l'hodoscope faisceau en diamant tel qu'il est prévu par le projet CLaRyS-UFT. Le détail du cahier des charges et des objectifs techniques que doivent remplir l'hodoscope en diamant concluront cette partie du manuscrit.
- 3. Le chapitre 3 fait un exposé des méthodes de caractérisation en laboratoire des échantillons de diamant reçus par la collaboration qui ont été mises en place au cours de cette

thèse. Après une brève présentation des outils utilisés, les différents bancs de test seront détaillés et accompagnés de résultats de caractérisation des échantillons de diverses qualités cristallines. L'évaluation des courants de fuites, des propriétés de transport des charges ainsi que les mesures de l'efficacité de détection et de la résolution en énergie des détecteurs ont été réalisées. De plus, l'utilisation d'électrons de haute énergie nous a permis d'évaluer la résolution temporelle de détecteurs de haute qualité cristalline pour la détection de particules approchant le minimum d'ionisation. Ceci permet d'établir la limite basse de résolution temporelle réalisable avec des diamants de haute qualité et une électronique commerciale.

- 4. Le chapitre 4 présente les caractérisations qui ont été menées sur des accélérateurs de particules avec les détecteurs diamant. La cartographie de la réponse spatiale des détecteurs réalisée avec un micro-faisceau de rayons X sera exposée. Les différents tests réalisés avec des faisceaux d'ions (protons de 68 MeV et ions carbone de 95 MeV · u<sup>-1</sup>) seront développés. L'efficacité de détection d'ions uniques, la résolution temporelle, le suivi de la réponse des détecteurs avec l'intensité du faisceau ainsi que leurs capacités de comptage ont été mesurées. Le chapitre se conclut sur une discussion générale mettant les résultats en perspective des objectifs de CLaRyS-UFT.
- 5. Le chapitre 5 fait un exposé des deux démonstrateurs d'hodoscope diamant qui ont été réalisés au LPSC à l'issue des campagnes de caractérisation. Après avoir rappelé le cahier des charges, l'architecture globale de l'hodoscope comprenant la partie active, l'électronique de lecture et les cartes d'acquisition sera développée. On présentera l'instrumentation de la partie active du détecteur (métallisation et assemblage). L'électronique de lecture sera détaillée, aussi bien dans sa partie discrète que dans sa partie intégrée en technologie CMOS 130 nm, avec l'aide des informations complémentaires consultables en Annexe. La carte d'acquisition et le programme d'acquisition associés aux démonstrateurs seront finalement présentés.

Le manuscrit se termine sur une conclusion générale de l'ensemble des travaux réalisés au cours de ce travail de thèse et exposés dans le présent document. Les perspectives aborderont notamment les prochains tests de caractérisation des démonstrateurs d'hodoscope et leur future intégration dans le système de détection complet de la collaboration CLaRyS comprenant les caméras gamma.

1

# Problématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie

## Sommaire

1.1 La hadronthérapie					
1.1.1 Principe physique					
1.1.2 Intérêt thérapeutique					
1.1.3 Situation actuelle					
1.1.4 Incertitudes sur le parcours des ions					
1.2 État de l'art du contrôle en ligne					
1.2.1 Tomographie par Émission de Positons					
1.2.2 Détection Gamma-Prompt					
1.3 Développements de la collaboration CLaRyS pour l'imagerie Gamma-					
<b>Prompt</b>					
1.3.1 Détecteurs gamma					
1.3.2 L'hodoscope de faisceau					
1.4 Le projet CLaRyS-UFT : de l'intérêt de l'étiquetage ultra-rapide					
${\rm de \ particules \ uniques} \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ $					
1.4.1 Pour le Prompt-Gamma Timing					
1.4.2 Pour l'imagerie Compton					
1.5 Conclusions générales du chapitre					

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter la problématique scientifique dans laquelle ce travail de thèse s'inscrit. Dans le cadre des options thérapeutiques à la disposition des médecins pour le traitement des cancers, la radiothérapie occupe une place importante. La hadronthérapie est une technique de radiothérapie actuellement en plein essor. Elle tire profit des processus de dépôt d'énergie des ions dans la matière et des effets biologiques qui en résultent. Toutefois, l'efficacité de la méthode peut être améliorée en limitant les incertitudes sur le parcours des ions dans le patient. Dans un premier temps on fera une présentation générale sur les intérêts physiques et biologiques de la hadronthérapie. On insistera sur les facteurs principaux d'incertitudes sur les dépôts de dose à l'origine de la problématique du monitorage faisceau. On abordera ensuite les différentes techniques expérimentales mises en oeuvre pour améliorer la qualité du traitement. Notamment, les développements de la collaboration CLaRyS : gamma caméra et caméra Compton qui sont associées à un hodoscope de faisceau à fibres scintillantes seront présentés. Enfin je conclurai sur l'intérêt d'une R&D basée sur la conception d'un hodoscope à très haute résolution temporelle (inférieure à 100 ps  $\sigma$ ) avec une capacité de comptage élevée qui devrait permettre d'aller au-delà de l'état de l'art actuel.

## 1.1 La hadronthérapie

## 1.1.1 Principe physique

La hadronthérapie peut se définir comme une technique de radiothérapie externe non invasive utilisant des faisceaux d'ions légers comme moyen d'irradiation des tumeurs. L'intérêt porté à la hadronthérapie provient en grande partie du mode d'interaction des ions dans la matière en comparaison avec la radiothérapie X conventionnelle. Cette première section reprend des éléments de physique de la hadronthérapie présentée de manière détaillée dans les revues [Durante, 2016], avec plus de détails pour la protonthérapie [Newhauser, 2015] et la carbonethérapie [Schardt, 2010]. Afin d'illustrer ces différences, on utilise généralement des courbes de rendement en profondeur, comme en figure 1.1. Celles-ci illustrent l'évolution du dépôt de dose de faisceaux de particules différentes en fonction de la profondeur d'interaction dans les tissus (ici, dans l'eau).

En radiothérapie X conventionnelle, les rayons X utilisés pour irradier les tumeurs sont produits en sortie d'un accélérateur linéaire. Des électrons sont accélérés par une tension d'accélération de quelques MV et impactent une cible en produisant un rayonnement de freinage (*Bremsstrahlung*) polychromatique avec une énergie moyenne de 1 MeV à quelques MeV. Les rayons X étant des particules neutres de haute énergie, ils sont très pénétrants. À ces énergies le mode d'interaction dominant des photons est la diffusion Compton.

Celle-ci permet, lors d'une interaction entre un photon primaire et un électron du milieu traversé, le transfert d'une partie de l'énergie du photon à l'électron. La dose étant déposée par la dissipation de l'énergie transmise aux particules chargées dans le milieu, celle-ci dépend de la mise en mouvement d'électrons secondaires. Sur les premiers millimètres de tissus, le dépôt de dose est dominé par la mise en mouvement progressive d'un flux d'électrons secondaires (région de construction de la dose, ou *build-up* en anglais). Au bout de quelques centimètres, le flux d'électrons secondaires se stabilise, on est à l'équilibre électronique. Au-delà de ce point, le dépôt de dose devient dépendant de l'atténuation progressive (exponentielle, voir Loi de Beer-



 $\label{eq:FIGURE 1.1-Comparaison des rendements de dose déposée en profondeur de faisceaux de photons produits en sortie d'un acclérérateur linéaire de 18 MV, de protons de 135 MeV et d'ions carbone de 254 MeV <math display="inline">\cdot$  u<sup>-1</sup> et 300 MeV  $\cdot$  u<sup>-1</sup>. Extrait de [Weber, 2009].

Lambert en équation 2.3) du faisceau primaire de rayons X. Il en résulte que les faisceaux de rayons X utilisés en radiothérapie conventionnelle ont pour caractéristiques un dépôt de dose maximal à quelques centimètres de profondeur et décroissant mais continu selon la profondeur des tissus au-delà du point d'équilibre électronique. La conséquence directe de cela est que les tissus sains se trouvant dans l'axe d'irradiation de la tumeur seront aussi exposés à un dépôt de dose.

Dans le cas des particules chargées, celles-ci interagissent sur l'ensemble du champ d'irradiation par interaction coulombienne, principalement avec les électrons des cortèges électroniques des atomes du milieu traversé (pour la gamme d'énergie utilisée en hadronthérapie). Par ailleurs, la perte d'énergie par unité de longueur de la particule, appelé pouvoir d'arrêt de la cible, varie comme le rapport  $z^2/v^2$ , où z est la charge effective de la particule chargée et v est sa vitesse. Il en résulte que la décélération progressive de la particule au fur et à mesure qu'elle traverse le milieu entraîne une augmentation progressive du pouvoir d'arrêt. En considérant maintenant que la particule chargée est un ion, tant que la vitesse de l'ion reste élevée, le dépôt de dose varie peu (il croît lentement). Quand la décélération de l'ion commence à devenir importante, le pouvoir d'arrêt se met à croître rapidement. Il en résulte une forte augmentation du dépôt de dose en fin de parcours de l'ion. Les dernières interactions que subit l'ion finissent par l'arrêter, causant la chute du dépôt de dose (*fall-off* en anglais) à une valeur nulle sur une très courte distance. Cette accélération rapide du dépôt de dose suivie de cette chute entraîne ainsi la formation d'un pic de dépôt d'énergie à la fin du parcours de l'ion appelé pic de Bragg.

La figure 1.1 permet de faire une première comparaison des propriétés des faisceaux par rapport aux faisceaux de rayons X. En premier lieu, les faisceaux d'ions permettent d'obtenir une dose en entrée du patient plus faible que les rayons X. De plus, le maximum de dépôt d'énergie est obtenu en profondeur alors qu'il n'est qu'à quelques millimètres de profondeur pour les



FIGURE 1.2 – Évolution de la profondeur du pic de Bragg en fonction de l'énergie initiale (en MeV) des protons dans une cuve à eau. Extrait de [Kraan, 2015].

faisceaux de photons. Enfin, dans le cas des ions, la dose chute après le pic de Bragg, ce qui permet d'épargner les tissus sains en aval de la tumeur.

La perte d'énergie des ions dans la matière est bien décrite par l'équation de Bethe-Bloch [Bethe, 1930, Bloch, 1933] (elle est explicitée dans le chapitre 2, en section 2.3.1.2). Elle est généralement notée  $S(E) = -(dE/dx) \propto z^2/v^2$ . Le parcours des ions R (range en anglais) dans la matière et donc la position du pic de Bragg en profondeur dépend, à un ion et un milieu donné, uniquement de l'énergie initiale  $E_i$  de l'ion et peut être obtenu en intégrant le pouvoir d'arrêt :

$$R \simeq \int_{0}^{E_{i}} \frac{1}{S(E)} dE$$
 (1.1)

La conséquence directe est qu'il suffit de faire varier l'énergie initiale de l'ion pour faire varier la position du pic de Bragg en profondeur, comme illustré en figure 1.2.

Par ailleurs, bien que la figure 1.1 montre que le pic de Bragg puisse être défini en un point, il n'en est jamais réellement le cas du fait des fluctuations statistiques sur le parcours des ions. Du fait de leur masse et des énergies auxquelles ils sont accélérés, les ions ont un parcours pseudo-rectiligne dans la matière. Pour autant, les faisceaux d'ions sont soumis tout au long de leur parcours dans la matière à des interactions coulombiennes avec les électrons atomiques et leurs noyaux. Bien que les interactions avec les électrons représentent l'essentiel de la perte d'énergie des ions, ces derniers sont également impliqués dans des collisions coulombiennes élastiques successives avec les noyaux (dénommé *Multiple Coulomb Scattering* en anglais, MCS). Le transfert d'énergie mis en oeuvre dans ces diffusions peut être négligeable mais la succession des diffusions induit une déviation du parcours des ions. L'interaction des particules chargées est fondamentalement dominée par des processus stochastiques. Le nombre d'interactions et le transfert d'énergie des ions à chaque interaction sont donc des variables aléatoires. Il en résulte que les faisceaux d'ions souffrent d'une dispersion spatiale longitudinale et transverse régie par la statistique appelée *straggling*. Comme l'illustrent les figures 1.1 et

1.3 Gauche, pour un parcours identique dans le milieu considéré, les *stragglings* longitudinal et transverse des ions carbone sont inférieurs à ceux des protons. La dispersion plus faible des ions carbone est permise par leur masse plus importante.



FIGURE 1.3 – Gauche : [Weber, 2009] Évolution de la dispersion transverse de faisceaux primaires en sortie de la ligne de faisceau du GSI Darmstadt, en fonction de la nature et de l'énergie de l'ion considéré, et en conditions de traitement. La dispersion mesurée dès la sortie de la ligne (interface nozzle/air) est causée par la présence d'un moniteur de faisceau interceptif. Droite : [Suit, 2010] Profils 2D de dose de faisceaux de protons et d'ions carbone à des énergies permettant d'obtenir le pic de Bragg à la même position. Les profils mettent en évidence la queue générée par la fragmentation des ions carbone et des atomes cibles et le transport des fragments au-delà du pic de Bragg (avec une fraction de 99% de la dose au pic de Bragg).

La figure 1.3 Droite compare les profils 2D de dose de faisceaux de protons et d'ions carbone résultant en des pics de Bragg situés à la même profondeur. On peut alors remarquer, comme c'est également le cas en figure 1.1, que si la dose chute immédiatement après le pic de Bragg dans le cas des protons, une queue de dose faible peut être observée en aval du pic de Bragg pour les ions carbone. Cette queue a pour origine la fragmentation d'une fraction des ions carbone au cours de leur parcours dans la matière. Ces ions sont impliqués dans des collisions nucléaires inélastiques avec les noyaux du milieu. La violence de ces collisions peut entraîner la décomposition de l'ion projectile (et des noyaux cibles) en plusieurs particules secondaires (ions plus légers, protons, neutrons). Celles-ci se partagent alors l'énergie de l'ion au moment de la fragmentation selon leurs masses respectives. Les fragments chargés les plus légers (protons) peuvent alors avoir une énergie suffisante pour être stoppés au-delà du pic de Bragg, voire ressortir du patient. Lorsque le projectile primaire est un proton, il ne peut pas fragmenter. Il possède toutefois une énergie suffisante pour que les collisions avec des noyaux cibles conduisent à la fragmentation de ces derniers et la libération d'un ou plusieurs nucléons. Les noyaux fils peuvent alors être radioactifs ou atteindre un état excité avec désexcitation par émission de neutrons et photons gamma. Ces processus nucléaires inélastiques sont largement exploités dans les méthodes de contrôle en ligne du parcours des ions qui sont présentées en section 1.2. L'ensemble des interactions dans lesquelles sont impliqués les ions projectiles contribuent à une dégradation de la fluence du faisceau avec la profondeur. Celle-ci est de 1%/cm dans le cas des faisceaux de protons et d'environ 2%/cm pour les faisceaux d'ions carbone.

Enfin, l'ensemble des particules secondaires générées dans ces réactions nucléaires inélastiques sont à l'origine d'une dose secondaire en dehors du volume tumoral traité.

On peut enfin noter que si le pic de Bragg généré par un faisceau monochromatique d'ions est défini sur une petite épaisseur, le volume tumoral à traiter peut être, lui, de plusieurs centimètres de diamètre. Afin de pouvoir irradier uniformément tout le volume tumoral, on met en œuvre un pic de Bragg étalé (ou *Spread-Out Bragg Peak* (SOBP) en anglais). La figure 1.4 illustre la méthode de génération du SOBP. Plusieurs faisceaux de protons avec des énergies décroissantes sont utilisés pour balayer la tumeur en profondeur à partir du pic distal (pics de Bragg bleus sur la figure). Du fait de la dose déposée par les protons de plus haute énergie, la fluence utilisée décroît avec l'énergie des protons.



FIGURE 1.4 – Illustration de la mise en oeuvre du pic de Bragg étalé réalisé avec des faisceaux de protons d'énergie décroissante, d'après [Suit, 2010].

La principale contre-partie de la technique du SOBP est la réduction de la différence relative de dose entre les tissus sains en amont du volume à traiter (de 0 à 9 cm sur la figure 1.4) et le pic de Bragg étalé, en comparaison avec un pic de Bragg pur produit par un faisceau monochromatique de protons. Dans la pratique clinique, les SOBP sont systématiquement utilisés dans la planification de traitement en hadronthérapie.

#### 1.1.2 Intérêt thérapeutique

Les aspects physiques de la hadronthérapie présentés en sous-section 1.1.1 ont permis de mettre en évidence les propriétés balistiques avantageuses de cette technique de radiothérapie par rapport à la radiothérapie conventionnelle. La figure 1.5 illustre les planifications de traitement comparées en radiothérapie X et en protonthérapie pour de mêmes cas cliniques, avec des localisations tumorales réparties à divers endroits du corps. On remarque que, dans chaque cas, la conformation de la dose au volume tumoral est obtenue avec un petit nombre d'incidences de faisceau en protonthérapie, alors qu'un plus grand nombre de faisceaux est nécessaire en radiothérapie X conventionnelle. En combinant cet élément au fait que les faisceaux de photons



FIGURE 1.5 – Plans de traitement comparés de mêmes sites tumoraux avec des faisceaux de photons et de protons (CNS = Central Nervous System ou système nerveux central, H&N = Head & Neck ou tête et cou, LUNG = poumon). Adapté de [Durante, 2019].

déposent de la dose continûment dans le patient, on peut clairement observer une irradiation plus importante des tissus sains environnant le volume à traiter dans le cas de l'utilisation des rayons X. À l'inverse la planification de traitement en protonthérapie permet de couvrir les mêmes volumes tumoraux en minimisant la dose reçue par les tissus sains.

En plus des aspects macroscopiques, les propriétés balistiques des faisceaux d'ions se traduisent aussi à l'échelle cellulaire. On peut caractériser les particules par leur Transfert d'Énergie Linéique (TEL), ou *Linear Energy Transfer* (LET) en anglais, exprimé en keV ·  $\mu$ m<sup>-1</sup>. Il est le pendant du pouvoir d'arrêt S(E) mais traduit l'énergie communiquée au milieu plutôt que l'énergie perdue par la particule. Il traduit la densité locale d'ionisation causée par le passage de la particule ionisante. En fonction du TEL des particules, celles-ci vont avoir des effets différents à l'échelle cellulaire. D'une manière générale, les effets des rayonnements ionisants à l'échelle cellulaire sont catégorisés en effets dits « directs » et « indirects ».

Les effets directs correspondent à l'interaction directe de particules ionisantes avec le matériel génétique de la cellule (figure 1.6 (b)). L'ionisation est à même de produire des cassures de la structure en double-hélice de l'ADN, soit par cassure simple-brin (*single-strand break*) soit par cassure double-brin (*double-strand break*). Si la cellule possède des mécanismes d'autoréparation génétique, ceux-ci ne sont réellement performants que pour les cassures simple-brin. Les cassures double-brin représentent un risque létal beaucoup plus important pour la cellule.



FIGURE 1.6 – Illustration schématique des endommagements génétiques causés par les effets directs et indirects des rayonnements ionisants. (a) : interaction de la particule primaire dans le milieu cellulaire avec effets secondaires sur l'ADN. (b) ionisation directe de l'ADN par une particule chargée de haut TEL. Adapté de [Richter, 2012].

D'une manière générale, la probabilité de réaliser des cassures de l'ADN croît avec le TEL de la particule. Les effets directs sont donc notablement plus importants en hadronthérapie qu'en radiothérapie X conventionnelle.

Les effets indirects correspondent à l'endommagement de la cellule causé par des processus chimiques eux-mêmes générés par l'ionisation du milieu cellulaire. L'eau est l'espèce chimique dominante dans le milieu cellulaire. Une grande partie de l'énergie déposée par les particules ionisantes est donc communiquée à des molécules d'eau. L'énergie cédée peut être suffisante pour entraîner une réaction d'hydrolyse<sup>1</sup>. L'hydrolyse entraîne notamment une augmentation de la concentration en radicaux hydroxyle HO<sup>•</sup>. Ces radicaux peuvent alors interagir directement avec la molécule d'ADN et ses nucléotides et en modifier la composition et la fonction chimique (figure 1.6 (a)). Ils participent également à la formation de radicaux péroxyles ROO<sup>•</sup> et d'autres radicaux oxygénés libres. Ils constituent un ensemble d'oxydants très réactifs générant des réactions avec les protéines, membranes et macromolécules présents dans la cellule.

La présence de dioxygène dans la cellule semble jouer également un rôle important. Sa présence sous forme d'ion oxyde  $O^{2-}$  permet d'augmenter le rendement de la radiolyse de l'eau, la formation de péroxyles et peut directement péroxyder de manière irréversible les macromolécules cellulaires. Il contribue donc grandement à l'augmentation de la toxicité des espèces

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Dissociation de la molécule d'eau

présentes dans la cellule. On qualifie ce phénomène d' « effet oxygène ». L'effet oxygène dépend donc grandement de la concentration en oxygène de la cellule au moment de l'irradiation. Or de nombreux types de tissus tumoraux sont hypoxiques, ils connaissent une concentration d'oxygène faible dans leurs cellules. On peut caractériser l'apport de l'effet oxygène au traitement par un outil appelé Oxygen Enhancement Ratio (OER). L'OER s'exprime comme le rapport entre les doses nécessaires pour obtenir le même effet biologique dans le cas où les cellules tumorales sont hypoxiques ( $D_{hypoxique}$ ) et dans le cas où elles sont en aérobie ( $D_{normoxique}$ ). L'OER s'exprime :

$$OER_{iso} = \frac{D_{hypoxique}}{D_{normoxique}} \,. \tag{1.2}$$

L'OER est maximal pour les particules de faible TEL et peut atteindre une valeur de 4. Il décroît toutefois lorsque le TEL augmente jusqu'à atteindre 1 dans le cas de particules avec un TEL de 200 keV  $\cdot \mu m^{-1}$  (cas des ions carbone). En carbonethérapie, un OER = 1 signifie donc que l'effet biologique du traitement ne dépend pas de la concentration en oxygène de la tumeur. L'une des indications cliniques de la carbonethérapie est donc le traitement des tumeurs radio-résistantes car hypoxiques.

D'une manière plus générale et selon la même idée, on peut comparer les différentes particules ionisantes selon leur effet biologique. L'Efficacité Biologique Relative (EBR), en anglais *Relative Biological Effectiveness* (RBE), est définie comme le rapport entre les doses nécessaires pour un iso-effet biologique (une même survie cellulaire) avec un traitement de référence  $(D_{ref})$ et avec le traitement considéré  $(D_{particule})$ . La définition de l'EBR d'une particule est :

$$EBR_{iso} = \frac{D_{ref}}{D_{particule}} \,. \tag{1.3}$$

Le traitement de référence est aujourd'hui défini comme le traitement par rayons X produits par une source de <sup>60</sup>Co. On considère par ailleurs que les traitements en radiothérapie X conventionnelle ont un EBR de 1. De façon générale, l'EBR dépend du TEL de la particule considérée. La figure 1.7 illustre l'ensemble des mesures de l'EBR de différents ions utilisés en hadronthérapie en fonction du TEL utilisé. La première constatation que l'on peut faire de ces mesures est que les protons utilisés en protonthérapie présentent un EBR seulement légèrement supérieur à 1. Dans la pratique, l'EBR des protons est approximé à une valeur de 1,1. Cette valeur est toutefois critiquée car l'EBR des protons augmente à l'approche du pic de Bragg. L'intérêt des protons par rapport aux photons provient essentiellement des propriétés physiques et balistiques des faisceaux d'ions présentées en section 1.1.1. Dans le cas des ions plus lourds, et en particulier pour les ions carbone, leur TEL élevé  $(> 100 \,\mathrm{keV} \cdot \mu m^{-1})$  permet d'obtenir une densité d'ionisation tellement importante dans la cellule qu'une dose jusqu'à 4 fois inférieure est suffisante pour obtenir la même cytotoxicité (10% de survie cellulaire dans le cas de la figure 1.7), en comparaison avec les photons. On remarque également que pour les ions ayant un TEL plus élevé que le carbone (ions plus lourds) l'EBR diminue jusqu'à atteindre une valeur unitaire. Cette évolution de l'EBR à très haut TEL illustre le phénomène d'overkilling. La densité d'ionisation générée par les ions carbone permet déjà de garantir une efficacité biologique maximale et une survie cellulaire quasi-nulle. Augmenter le TEL du traitement ne permet donc pas d'améliorer encore l'efficacité du traitement, puisque celle-ci est déjà garantie par un

traitement de TEL inférieur (celui des ions carbone). La cytotoxicité du traitement sature alors.



FIGURE 1.7 – Compilation des mesures d'efficacité biologique relative pour une survie cellulaire de 10% ( $RBE_{10}$ ) en fonction de l'ion utilisé et de son transfert d'énergie linéique (TEL). Reproduit depuis [Durante, 2019] et extrait de la base de données PIDE (https://www.gsi.de/bio-pide) [Friedrich, 2012].

Utiliser des ions plus lourds et de TEL supérieur ne permet donc pas d'augmenter l'EBR du traitement et présente plusieurs inconvénients. L'augmentation du taux de fragmentation s'accompagne d'une dose secondaire supérieure aux tissus sains, avec l'augmentation des risques d'effets secondaires à court et à long terme que cela implique. Lorsque la masse des ions augmentent, le risque de fragmentation augmente également. Ceci implique que la proportion de dose dans tout le volume et au-delà du pic de Bragg causée par la queue de fragmentation augmente en augmentant la masse et l'énergie de l'ion. D'autre part, plus les ions sont lourds, plus les accélérateurs nécessaires pour leur faire atteindre l'énergie correspondant aux TEL présentés en figure 1.7 seront complexes et coûteux. En résumé, les ions carbone sont aujourd'hui identifiés comme représentant le meilleur compromis physique (production et accélération) et biologique (relation EBR-TEL, OER) pour les traitements en hadronthérapie, en comparaison avec les ions plus lourds. Néanmoins, l'utilisation de faisceaux d'ions hélium, lithium et oxygène est également considérée.

Les différents éléments présentés dans les sections 1.1.1 et 1.1.2 nous permettent d'établir une liste non-exhaustive des indications cliniques d'un traitement par hadronthérapie. La hadronthérapie est donc utilisée pour :

— le traitement de patients enfants ou jeunes avec une espérance de vie a priori longue et chez qui il faut minimiser les risques d'effets secondaires à long terme du traitement (carcinogénèse radio-induite). La balistique des faisceaux d'ions est ici très bien indiquée pour une minimisation de l'irradiation des tissus environnant le volume tumoral,

- le traitement de tumeurs connues pour être radio-résistantes et/ou hypoxiques (du fait de son EBR, la carbonethérapie est ici particulièrement indiquée),
- le traitement de tumeurs profondes et/ou inopérables mais bien localisées,
- le traitement de tumeurs situées à proximité d'un organe à risque (par exemple, la protonthérapie est particulièrement indiquée pour le traitement des tumeurs oculaires).

À l'inverse, la hadronthérapie n'est pas indiquée dans le cas de tumeurs diffuses ou métastasées.

## 1.1.3 Situation actuelle

### 1.1.3.1 Développement à travers le monde

La hadronthérapie est actuellement en plein essor. Bien que l'idée d'utiliser des protons pour traiter des cancers ait été proposée pour la première fois par Robert R. Wilson en 1946 [Wilson, 1946] et que le premier traitement par protonthérapie ait eu lieu à Berkeley dès 1954 [Tobias, 1958], ce n'est que relativement récemment que la hadronthérapie s'est réellement développée à travers le monde. Le tableau 1.1 présente le nombre de centres de hadronthérapie actuellement en service dans le monde, en distinguant les centres de protonthérapie, carbonethérapie et les centres proposant les deux techniques. Les valeurs entre parenthèses mettent en évidence le nombre de centres ayant connu leur prise d'activité entre 2010 et 2020. Il est à noter que parmi les 74 centres de hadronthérapie qui ont vu le jour dans la décennie, 31 d'entre eux ont ouvert aux États-Unis et 15 ont ouvert au Japon. Cette forte progression récente est grandement liée à la mise en production industrielle d'accélérateurs commerciaux compacts, abaissant sensiblement le coût de construction d'un centre de traitement et permettant notamment à la protonthérapie de devenir rentable dans un système où le coût des soins n'est que faiblement régulé (par exemple les États-Unis).

TABLE 1.1 – Nombre de centres de hadronthérapie dans le monde, d'après le recensement de Juillet 2020 du Particle Therapy Co-Operative Group (PTCOG). Les valeurs entre parenthèses correspondent aux centres n'ayant commencé à traiter des patients que depuis 2010. Données récupérées sur le site web du PTCOG (https://www. ptcog.ch/).

	Protonthérapie	Carbonethérapie	Les deux	Total
Centres actifs	$86 \; (+66)$	6 (+4)	6(+4)	98 (+74)
Centres en construction	35	5	1	41
En cours de planification	25	0	2	27

La conséquence directe de ces évolutions est que le nombre de patients ayant reçu un traitement en hadronthérapie a lui aussi fortement augmenté. On dénombrait en 2008 un nombre cumulé de 60000 patients ayant reçu un traitement en protonthérapie à travers le monde. On en dénombrait un total cumulé de plus de 210000 en 2019<sup>1</sup>. Plus de 30000 patients ont reçu un traitement en carbonethérapie (cumul) en 2019. Le nombre d'essais cliniques directement liés à la hadronthérapie est lui aussi en nette augmentation depuis 2010. Il convient toutefois de rappeler que le nombre cumulé de patients ayant reçu un traitement en radiothérapie

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Données du PTCOG : https://www.ptcog.ch/index.php/patient-statistics

conventionnelle se chiffre en millions de personnes et qu'à ce titre la hadronthérapie reste encore aujourd'hui, malgré cette récente croissance, une technique de niche et reste peu ou pas accessible dans les pays économiquement défavorisés.

#### 1.1.3.2 Modes de délivrance du faisceau

Comme on l'a présenté dans la sous-section 1.1.1, la conformation de la dose au volume tumoral est obtenue en mettant en place un pic de Bragg étalé. La réalisation technique du SOBP étalé peut être faite de deux façons.

#### La diffusion passive

La diffusion passive (ou *passive scattering*) est la technique qui, d'un point de vue historique, constitue la méthode standard de mise en place du SOBP. Elle est schématiquement illustrée en figure 1.8. Un faisceau d'énergie fixe est dirigé sur un élément diffuseur. Cet élément dispersif éclate latéralement le faisceau primaire étroit en sortie de l'accélérateur afin de lui donner une section transverse de l'ordre du volume à traiter. Le faisceau traverse ensuite un modulateur de faisceau. Cette pièce est la pièce centrale du système; c'est elle qui permet la génération du pic de Bragg étalé. Concrètement, une roue constituée d'un absorbeur avec une épaisseur variant en spirale et formant un colimaçon est utilisée. En fonction de la largeur distale du SOBP souhaitée, une épaisseur différente est sélectionnée. Le faisceau devenu polychromatique traverse ensuite un range shifter, lui aussi constitué d'absorbeurs de différentes épaisseurs, qui permet de faire varier la profondeur du SOBP dans le patient. Le faisceau va ensuite traverser deux éléments qui sont spécifiques au patient traité : un compensateur et un collimateur. Le compensateur est un absorbeur spécialement dessiné pour chaque patient à partir de l'image morphologique du volume à traiter obtenue par tomodensitométrie X (scanner). Il reproduit le bord distal du volume à traiter pour permettre la conformation du fall-off du SOBP avec le bord distal au-dit volume. Le collimateur a, lui, la forme tranverse projetée du volume pour délimiter la section transverse du faisceau. Sa forme est aussi déduite de l'image faite du patient. Le faisceau traverse ensuite un moniteur en sortie de ligne avant d'atteindre le patient. Du fait de l'utilisation du compensateur, une dose supplémentaire indésirable est introduite en amont du volume à traiter (zone hachurée en amont de la tumeur sur la figure 1.8).

#### Le balayage ou Pencil Beam Scanning (PBS)

Le balayage par faisceaux en pinceau (ou *Pencil Beam Scanning*, *active scanning*) est une technique introduite plus récemment et notamment très présente dans le développement des centres de hadronthérapie les plus récents. Le PBS conserve un faisceau étroit en sortie de l'accélérateur et utilise deux paires de dipôles magnétiques orthogonaux pour permettre une déviation du faisceau pinceau dans le plan transverse à l'axe du faisceau, comme l'illustre la figure 1.9. On peut alors balayer la tumeur à une certaine profondeur avec le faisceau pinceau. En faisant varier l'énergie du faisceau, on peut alors irradier une autre "couche" de la tumeur et recommencer un balayage transverse sur cette nouvelle couche. On réalise toujours l'irradiation de couches de profondeur décroissante (on décroît progressivement en énergie). La variation de la profondeur de pénétration des ions dans le patient est faite en faisant varier l'énergie du

#### Problématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie29

faisceau. Si le système de PBS est monté en sortie d'un synchrotron, l'énergie des ions peut être modifiée directement en amont du système dans l'accélérateur. Si l'accélérateur est un cyclotron ou un synchrocyclotron, atteindre l'énergie souhaitée nécessite de dégrader le faisceau. Avec un système PBS, il faut alors introduire en sortie des dipôles magnétiques des absorbeurs qui vont réaliser la modulation du parcours et un spectromètre magnétique pour contraindre l'énergie et l'incidence des ions Ceci a notamment pour conséquence d'induire un étalement en énergie des ions, une dispersion temporelle des ions dans le paquet et conduit à une perte importante d'intensité du faisceau.



FIGURE 1.8 – Schéma de principe de réalisation d'un pic de Bragg étalé par diffusion passive. L'intensité transverse du faisceau est représentée au dessus du schéma aux différentes étapes de la mise en forme du faisceau. Extrait de [Schardt, 2010].

L'utilisation du PBS permet notamment de mettre en place des procédures de traitement modulées en intensité (*Intensity-Modulated Proton Therapy*, IMPT) et ainsi de réaliser des dépôts de dose complexes et non homogènes, en fonction des situations cliniques. Il permet également une meilleure conformation de dose que la diffusion passive.

#### Structure temporelle des faisceaux en hadronthérapie

D'une manière générale, les faisceaux d'ions en hadronthérapie sont délivrés sous forme de paquets successifs d'ions. Les faisceaux sont donc pulsés et caractérisés par deux échelles de temps, par une macrostructure et une microstructure. La table 1.2 récapitule les structures temporelles les plus fréquentes dans les accélérateurs utilisés en hadronthérapie.

La structure temporelle de faisceaux dépend du type d'accélérateur utilisé. Les cyclotrons, qui sont très répandus parmi les accélérateurs utilisés en protonthérapie, sont caractérisés seulement par une microstructure. Ils délivrent des paquets d'ions à une fréquence radio constante d'environ 100 MHz (la fréquence exacte dépend du modèle de cyclotron considéré). Les paquets d'ions sont étalés sur une durée de l'ordre de la nanoseconde (soit un cycle utile de 1/10) et chaque



FIGURE 1.9 – Schéma de principe de production d'un pic de Bragg étalé basé sur un système de balayage de type *Pencil Beam*. Extrait de [Schardt, 2010].

 TABLE 1.2 – Structures temporelles typiques de différents accélérateurs cliniques. Il est à noter que certains synchrotrons présentent des intensités plus élevées. Reproduit depuis [Krimmer, 2018].

		synchrotron		cyclotron	synchro-cyclotron
		(CNAO, HIT)		(IBA, Varian)	(S2C2, IBA)
		ions C	Protons		
Intensité type (ions/s)		107	$10^{9}$	$10^{10}$	$\sim 10^{10}$
Macrostructure	Période (s)	1	- 10	Ø	$10^{-3}$
	Largeur paquet (ns)	20 - 50		0.5 - 2	8
Microstructure	Période (ns)	100 - 200		10	16 (à l'extraction)
	Ions/paquet	2 - 5	200 - 500	200	4000

paquet contient quelque  $10^2$  protons. Les synchrocyclotrons délivrent des trains d'impulsions séparés par des temps d'interruption du faisceau de l'ordre de la milliseconde. La fréquence des paquets à l'intérieur d'un train est de 16 ns (cas du modèle S2C2 d'IBA [Kleeven, 2013]), et quelques 4000 ions sont extraits en continu sur une durée de 8 ns. Il y a donc deux cycles utiles : un pour la macrostructure de l'ordre de 1/1000, et un pour la microstructure de 1/2. Les synchrocyclotrons permettent ainsi d'obtenir des intensités de faisceau instantanées plus élevées que les cyclotrons. Enfin, dans le cas des synchrotrons, les caractéristiques des faisceaux sont variables d'un accélérateur à l'autre. Ils sont utilisés en protonthérapie et carbonethérapie mais constituent à l'heure actuelle le seul type d'accélérateur disponible en carbonethérapie. La macrostructure des synchrotrons est beaucoup plus longue, avec des interruptions de faisceau sur un temps variant de 1 à 10 s. Une des particularités des synchrotrons pour la carbonethérapie est que le nombre d'ions dans les micro-paquets est très faible, en comparaison avec la protonthérapie. Cette caractéristique est particulièrement intéressante pour le contrôle en ligne de la hadronthérapie, comme il sera développé par la suite dans ce chapitre. D'une manière plus générale, la structure temporelle des faisceaux et les intensités associées fixent une partie importante des contraintes pour un monitorage en ligne et contribuent grandement à la définition du cahier des charges pour le développement d'un hodoscope.

#### 1.1.3.3 Nouvelles approches

Deux voies d'améliorations de la toxicité aux tissus sains des traitements en hadronthérapie sont actuellement à l'étude. Ces deux approches reposent sur les concepts de fractionnement spatial et temporel de la délivrance du traitement. Une revue récente des derniers développements et des investigations des phénomènes sous-jacents peut être consultée dans [Mazal, 2020].

#### Le fractionnement spatial : la protonthérapie par mini-faisceaux

En protonthérapie, les méthodes de délivrance du faisceau présentées en sous-section 1.1.3.2 permettent la mise en place d'un faisceau irradiant relativement uniformément le volume tumoral et les tissus sains en amont (aussi illustré en figure 1.5). La protonthérapie par mini-faisceaux est une technique innovante basée sur la segmentation du faisceau d'ions en lames parallèles de petite largeur (500 - 700 µm). L'utilisation de mini-faisceaux permet de minimiser l'irradiation des tissus sains en amont du volume à traiter et une meilleure réparation des tissus sains. Pour autant, du fait de la dispersion latérale inhérente aux faisceaux de protons, le volume tumoral peut, lui, être irradié uniformément (cf figure 1.10). On maximise ainsi l'effet différentiel en minimisant les effets délétères aux tissus sains irradiés par rapport au volume tumoral. Des essais ont déjà été menés sur des rats [Prezado, 2019] et ils mettent en évidence l'amélioration de la survie de rats porteurs d'un gliome et traités par protonthérapie avec des minifaisceaux, par rapport aux populations contrôle et irradiées par protonthérapie standard.

#### Le fractionnement temporel : l'effet FLASH

L'effet FLASH correspond à l'observation de la forte réduction des effets secondaires liés à l'irradiation sur des patients vivants (animaux) exposés à des débits de dose très élevés. Il a été observé avec des faisceaux d'électrons de 4 MeV sur des souris [Favaudon, 2014], des



FIGURE 1.10 – Groupe de 5 mini-faisceaux de 700 µm de protons de 100 MeV, espacés de 3,5 mm et imagés avec des films radiochromiques dans de l'eau. Extrait de [Peucelle, 2015].

chats et des cochons [Vozenin, 2019]. L'effet FLASH a également été observé avec des faisceaux de protons [Diffenderfer, 2020] et des faisceaux de rayons X produits par rayonnement synchrotron [Montay-Gruel, 2018, Eling, 2019]. Il semble que la production de l'effet FLASH soit conditionné par un effet de seuil sur le débit de dose ( $\geq 40 \text{ Gy} \cdot \text{s}^{-1}$  contre 2 Gy  $\cdot \text{min}^{-1}$  en routine clinique). La durée du traitement joue également un rôle. Les mécanismes impliqués dans les raisons de l'apparition de l'effet FLASH ne sont pas encore clairement compris. Les hypothèses actuellement envisagées mettent en exergue le rôle prépondérant de la concentration en oxygène des cellules et de l'implication du fort débit de dose sur la chimie de l'oxygène dans la tumeur [Mazal, 2020].

Compte-tenu des avantages que présentent les deux techniques, les auteurs de [Mazal, 2020] évoquent la possibilité de développer une méthode de protonthérapie utilisant des mini-faisceaux à très haut débit de dose. Les deux techniques, et particulièrement la radiothérapie FLASH, nécessitent toutefois d'importants développements techniques aussi bien dans le secteur des accélérateurs que dans celui des détecteurs pour pouvoir garantir le contrôle qualité des traitements dans ces conditions. La combinaison FLASH + mini-faisceaux est actuellement étudiée avec des faisceaux de rayons X de rayonnement synchrotron (MRT). En comparaison avec les faisceaux de protons, l'avantage des micro-faisceaux de rayons X est qu'ils conservent leur structure en profondeur.

#### 1.1.4 Incertitudes sur le parcours des ions

Bien que la hadronthérapie représente une solution alternative à la radiothérapie conventionnelle pouvant être très intéressante du point de vue clinique, sa mise en oeuvre concrète n'est pas aussi idéale que telle qu'elle est présentée en section 1.1.1. L'une des principales limitations actuelles de la hadronthérapie réside dans le fait qu'elle n'est pas exploitée à son plein potentiel à cause des incertitudes sur le parcours des ions dans le patient. Certaines de ces incertitudes

#### Problématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie33

sont inévitables et/ou systématiques et d'autres sont sujettes à de possibles améliorations.

Avant de présenter plus en détail les sources d'incertitudes sur le parcours des ions, il convient de présenter les enjeux cliniques liés à ces incertitudes. La figure 1.11 met en évidence l'une des principales raisons pour lesquelles la connaissance du parcours des ions est une problématique majeure de la qualité des traitements en hadronthérapie. On suppose ici une tumeur développée dans le poumon du patient, à proximité du coeur qui constitue un organe à risques (OAR). Du fait de la décroissance exponentielle de la dose avec la profondeur, une erreur faite sur la planification de traitement en radiothérapie conventionnelle n'entraîne pas une erreur majeure sur le profil du dépôt de dose. À l'inverse, une erreur sur le parcours des ions <sup>1</sup> dans le patient peut générer un double effet négatif : un sous-dosage du volume tumoral et un sur-dosage du tissu sain ou organe à risque situé en aval de la tumeur. De plus, si une erreur similaire est faite en photonthérapie, celle-ci n'entraîne pas un sur-dosage massif du tissu en aval. Dans le cas de la hadronthérapie, une différence de dose potentielle de 100% peut être déposée dans le tissu sain. On comprend donc ici tout l'enjeu de calculer et connaître avec la plus grande précision possible la position du pic de Bragg dans le patient.



FIGURE 1.11 – Illustration de l'impact des incertitudes sur le dépôt de dose comparé entre radiothérapie conventionnelle et hadronthérapie, mettant en évidence la nécessité de connaître avec la meilleure précision possible la position du pic de Bragg. Extrait de [Knopf, 2013].

Les incertitudes sur le parcours des ions apparaissent essentiellement dans la méthode de planification de traitement et au cours des séances de traitement. La table 1.3 en dresse un inventaire.

En radiothérapie, afin de pouvoir définir la position de la tumeur et contourer le volume à traiter, une image par tomodensitométrie X (*Computed Tomography*, CT en anglais) est

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> et donc sur la position du pic de Bragg

réalisée sur le patient. L'image scanner présente la particularité de fournir une information physique sur l'interaction des rayons X dans le patient, et donc sur son anatomie. Le niveau de gris des voxels dans les images tomodensitométriques est exprimé en unités Hounsfield (UH) et est relié linéairement au coefficient d'atténuation des photons dans la matière. L'image CT est donc une cartographie du coefficient d'atténuation des rayons X dans le patient. Si cette information est cruciale en radiothérapie X, elle ne permet pas de déterminer directement la densité électronique dans le voxel qui permet de calculer le pouvoir d'arrêt des ions. Une procédure de conversion des UH en pouvoir d'arrêt est donc généralement réalisée en hadronthérapie. Toutefois, la relation entre les unités UH et le pouvoir d'arrêt n'est pas bijective : deux matériaux de composition chimique différente peuvent avoir la même unité Hounsfield mais un pouvoir d'arrêt différent. La conversion d'UH en pouvoir d'arrêt introduit donc une incertitude dont la contribution à l'incertitude totale sur le parcours est l'une des plus importantes. Par ailleurs, du fait que le calcul de dose est basé sur l'image, l'incertitude sur le parcours va dépendre directement de la qualité de celle-ci. La résolution spatiale, le niveau de bruit de fond et la présence d'artéfacts<sup>1</sup> dans l'image sont donc autant de facteurs impactant l'incertitude sur le parcours des ions. Le calcul du pouvoir d'arrêt nécessite également de connaître le potentiel d'excitation moyen du tissu contenu dans le voxel, qui est difficilement connu avec une très bonne précision du fait de la méconnaissance de la composition chimique exacte du tissu dans le voxel. Cette contribution à l'incertitude totale est également l'une des plus importantes. Enfin, la calcul de la dose totale déposée dans le volume nécessite une bonne connaissance de l'EBR des ions en fonction de la profondeur. Or, du fait du ralentissement des ions au cours de leur parcours, le TEL augmente et l'EBR croît avec la profondeur. Enfin, les hétérogénéités des tissus peuvent avoir un impact important, notamment lorsque le calcul de dose est réalisé via des algorithmes de type *pencil-beam*. Dans le cas où des algorithmes basés sur des méthodes Monte-Carlo sont utilisés, ceux-ci permettent de bien mieux tenir compte des hétérogénéités dans le calcul de dose.

En plus des incertitudes introduites dans la planification du traitement, le déroulement du traitement et l'évolution de la morphologie du patient jouent également un rôle dans les incertitudes sur le parcours des ions. La gestion des mouvements du patient (respiration et mouvement associé de la cage thoracique) est un problème récurrent en radiothérapie et en hadronthérapie également. De même, la variation de volume et de contenu de certains organes (vessie, tube digestif) est imprédictible d'une séance à l'autre. Par ailleurs, le positionnement du patient sur la table de traitement et les fluctuations sur ce positionnement entre chaque séance est à prendre en compte. Enfin, la morphologie des patients évolue au cours du temps. En particulier, les patients sont susceptibles de perdre du poids durant la phase de traitement. De plus, le volume tumoral lui-même est susceptible de régresser du fait de l'efficacité du protocole curatif et ces variations peuvent se mesurer sur toute la durée du traitement. D'autre part, dans le cas de faisceaux délivrés par diffusion passive, la conception du compensateur dédié au patient et basée sur l'image CT de ce dernier peut introduire une incertitude supplémentaire sur le parcours des ions.

La présence de ces incertitudes a poussé les centres de hadronthérapie à définir plusieurs démarches dans la planification du traitement et le contrôle qualité pour en tenir compte. En

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> notamment causés par la présence d'inserts métalliques dans le corps du patient

TABLE 1.3 – Contributions estimées de différents facteurs intervenant dans la planification et le déroulement du traitement aux incertitudes sur le parcours des ions, pour une planification de traitement réalisée avec ou sans algorithmes basés sur des méthodes Monte-Carlo. Valeurs données à 1,5  $\sigma$ . Extrait de [Paganetti, 2012].

Source of range uncertainty in the patient	Range uncertainty without Monte Carlo	Range uncertainty with Monte Carlo
Independent of dose calculation		
Measurement uncertainty in water for commissioning	$\pm 0.3 \text{ mm}$	$\pm 0.3 \text{ mm}$
Compensator design	$\pm 0.2 \text{ mm}$	$\pm 0.2 \text{ mm}$
Beam reproducibility	$\pm 0.2 \text{ mm}$	$\pm 0.2 \text{ mm}$
Patient setup	$\pm 0.7 \text{ mm}$	$\pm 0.7 \text{ mm}$
Dose calculation		
Biology (always positive) ^	$+\sim 0.8\%$	$+\sim 0.8\%$
CT imaging and calibration	$\pm 0.5\%^{a}$	$\pm 0.5\%^{a}$
CT conversion to tissue (excluding I-values)	$\pm 0.5\%^{b}$	$\pm 0.2\%$ <sup>g</sup>
CT grid size	$\pm 0.3\%^{c}$	$\pm 0.3\%^{c}$
Mean excitation energy (I-values) in tissues	$\pm 1.5\%^{d}$	$\pm 1.5\%^{d}$
Range degradation; complex inhomogeneities	$-0.7\%^{e}$	$\pm 0.1\%$
Range degradation; local lateral inhomogeneities *	$\pm 2.5\%^{f}$	$\pm 0.1\%$
Total (excluding *, ^)	2.7% + 1.2  mm	2.4% + 1.2  mm
Total (excluding ^)	4.6% + 1.2  mm	2.4% + 1.2  mm

premier lieu, en plus des marges de sécurité définies sur le volume à traiter qui sont inhérentes à toute technique de radiothérapie externe, une marge de sécurité supplémentaire dédiée à la prise en compte de l'incertitude sur le parcours est rajoutée dans la planification de traitement. Concrètement, cela signifie qu'un volume plus grand que le volume tumoral est irradié, pour tenir compte d'une éventuelle erreur dans l'estimation du parcours. Ces marges de sécurité sont non-négligeables : elles croissent linéairement avec le parcours prescrit et peuvent atteindre une valeur supérieure à 1 cm dans le cas des parcours les plus importants. Par ailleurs si, en théorie, la hadronthérapie permet d'irradier tout le volume tumoral en incidence frontale par rapport à la tumeur avec un seul faisceau (figure 1.12 (a)), cette situation est en règle générale évitée en situation clinique du fait des incertitudes sur le parcours des ions. Une multiplication des faisceaux avec diverses incidences est préférée (figure 1.12 (b)), avec comme principal intérêt une minimisation des risques liés aux incertitudes sur le parcours mais au prix de l'irradiation d'un volume plus important de tissus sains.

Selon la situation clinique rencontrée, une technique de compromis peut être appliquée (figure 1.12 (c)). Dans le cas où un OAR doit être protégé, on peut choisir des faisceaux en incidence quasi-orthogonale qui vont éviter l'OAR et chaque faisceau irradiera une portion différente du volume à traiter. À l'interface entre les faisceaux, une zone de dépôt de dose avec des gradients de dose importants apparaît (du fait du gradient latéral d'un faisceau et du gradient distal de l'autre faisceau). On limite ici le nombre d'incidences de faisceaux utilisés mais la technique reste sensible aux incertitudes sur le parcours qui vont impacter la dose à l'interface entre les faisceaux.
#### 36Problématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie



FIGURE 1.12 – Représentation de différentes approches cliniques pour tenir compte des incertitudes sur le parcours des ions. Extrait de [Knopf, 2013].

Nous venons de présenter la problématique des incertitudes sur le parcours présentes dans la planification du traitement en hadronthérapie. Ces incertitudes impactent directement l'optimisation du traitement en imposant des marges de sécurité très conservatives et limitent les options thérapeutiques dans la planification du traitement. En plus de cela, on souhaite idéalement pouvoir vérifier en temps réel la délivrance de la dose et sa conformité avec le plan de traitement. Afin de pouvoir remplir cet objectif et permettre au potentiel de la hadronthérapie d'être exploité au mieux, il est nécessaire de développer des techniques de vérification en ligne du parcours des ions.

### 1.2 État de l'art du contrôle en ligne

La mise en place de techniques de contrôle du parcours des ions en hadronthérapie est encore aujourd'hui un sujet de recherche actif. Plusieurs voies sont explorées exploitant des phénomènes physiques différents [Knopf, 2013, Kraan, 2015, Parodi, 2018, Pausch, 2020]. Contrairement à la radiothérapie conventionnelle, aucun faisceau primaire résiduel ne ressort du patient puisque les ions sont arrêtés dans le volume tumoral. Les techniques de vérification du parcours des ions ne peuvent donc se faire que par des phénomènes physiques générés par l'irradiation. Les méthodes actuelles les plus avancées exploitent la production de particules secondaires le long du parcours des ions dans le patient. Ces particules secondaires possèdent une énergie suffisante pour sortir du patient et être détectées par des systèmes de mesure non-invasifs. Les deux techniques actuelles les plus avancées sont la Tomographie par Émission de Positon (TEP) et les techniques de détection de photons gamma-prompts.

### 1.2.1 Tomographie par Emission de Positons

### 1.2.1.1 Principe de base

La Tomographie par Émission de Positons (TEP) est une technique d'imagerie fonctionnelle éprouvée de la médecine nucléaire pour le diagnostic de cancers. En imagerie diagnostique, un élément radioactif  $\beta^+$  (généralement du <sup>18</sup>F, demi-vie de 110 min) est vectorisé sur une molécule

d'intérêt biologique intervenant dans le métabolisme des tumeurs (généralement le glucose). Le fluorodésoxyglucose (FDG) produit est injecté au patient. Le FDG se fixe ensuite sur la tumeur. Le FDG radioactif se désintègre ensuite en émettant un positon. La thermalisation du positon va l'amener à s'annihiler avec un électron du milieu en produisant deux photons de 511 keV émis dans des directions anti-parallèles. En plaçant une couronne de détecteurs gamma autour du patient, on peut alors détecter ces paires de photons en coïncidence. La détection de ces photons en coïncidence permet de tracer des lignes de réponse dont les intersections permettent la reconstruction de l'accumulation de FDG dans le corps et donc dans la tumeur.

#### 1.2.1.2 Utilisation en hadronthérapie

Cette technique de détection peut être utilisée en hadronthérapie pour la vérification du parcours des ions dans le patient. Dans ce cas, la production d'émetteurs  $\beta^+$  n'est pas causée par l'injection d'un radiotraceur mais par les interactions nucléaires inélastiques entre les ions incidents et les atomes du milieu cible. Les collisions inélastiques des ions avec les trois éléments les plus abondants du corps humain (<sup>12</sup>C, <sup>14</sup>N, <sup>16</sup>O) produisent des neutrons secondaires, rendant ainsi les mêmes éléments radioactifs  $\beta^+$  (<sup>11</sup>C, <sup>13</sup>N, <sup>15</sup>O) avec des demi-vies respectives de 20 min, 10 min et 2 min. Les interactions ayant nécessairement lieu le long du parcours des ions, la production de positons et l'émission de photons  $\gamma$  anti-parallèles qui s'en suit sont spatialement corrélées au parcours des ions. En protonthérapie, cette production d'émetteurs  $\beta^+$  croît avec la profondeur mais chute quelques millimètres avant le pic de Bragg : en effet les ions doivent, pour causer la libération d'un neutron, posséder une énergie suffisante pour franchir la barrière coulombienne du noyau cible (figure 1.13 A). En hadronthérapie avec des ions plus lourds, la fragmentation de l'ion peut causer la production de fragments eux-mêmes émetteurs  $\beta^+$  ou qui peuvent produire des émetteurs  $\beta^+$  au-delà du pic de Bragg. En carbonethérapie, on peut donc mesurer un profil d'émission gamma au-delà de la position du pic de Bragg, du fait du plus grand parcours des fragments (figure 1.13 B). Comme en médecine nucléaire, on peut alors réaliser une image de la production de photons le long du parcours et ainsi en déduire une mesure du parcours des ions dans le patient.



FIGURE 1.13 – Profils d'émission  $\beta^+$  mesurés le long du parcours de protons de 110 MeV (A) et d'ions carbone de 212,12 MeV · u<sup>-1</sup> (B) impactant une cible de polyméthacrylate de méthyle. Adapté de [Parodi, 2012].

### 1.2.1.3 Les différentes méthodes de vérification par TEP

Il existe actuellement plusieurs méthodes de vérification du parcours par TEP : la TEP en ligne, la TEP en salle et la TEP hors salle. La TEP en ligne est la seule des trois techniques qui permette réellement de faire un contrôle en temps réel de la délivrance de la dose. Dans les deux autres cas, la vérification du traitement se fait a posteriori. La TEP en salle est permise lorsqu'un imageur TEP standard se trouve dans la salle de traitement, à proximité de la table de traitement. La TEP hors salle nécessite le transfert du patient vers une salle d'imagerie diagnostique TEP. Les délais imposés par le déplacement du patient dans ces deux méthodes impactent directement le rapport signal-sur-bruit de l'image TEP produite, du fait des demi-vies très courtes des éléments radioactifs produits. Les principaux avantages de ces méthodes par rapport à la TEP en ligne est qu'ils permettent de produire une image à partir d'une couronne complète de détecteurs et qu'elles bénéficient des technologies d'acquisition et de reconstruction développées pour l'imagerie diagnostique. Ces méthodes sont toutefois impactées par deux contraintes importantes. La première est que le signal gamma primaire produit en TEP pour la hadronthérapie est nettement inférieur au signal généré par la captation du FDG dans la tumeur. De plus, du fait qu'en hadronthérapie les émetteurs  $\beta^+$  ne sont pas captés par la tumeur mais produits partout dans le corps le long du parcours des ions, ils sont susceptibles d'être dispersés rapidement dans le corps (via le flux sanguin en particulier, ce qu'on dénomme wash-out). La TEP en ligne est toujours à l'état de développement actif dans la recherche. Le principal problème rencontré pour utiliser l'imagerie TEP durant le traitement réside dans le fait qu'il est difficile de concilier une couronne de détecteurs entourant le patient avec une tête d'accélérateur censée pouvoir prendre n'importe qu'elle incidence autour du patient pour la délivrance du traitement.



FIGURE 1.14 – Photographie du système TEP BASTEI développé pour le contrôle en ligne de la carbonethréapie au GSI Darmstadt, mettant en évidence les deux plans de détecteurs situés de part et d'autre du patient en sortie de la ligne de faisceau. Adapté de [Enghardt, 2004].

Il existe à l'heure actuelle plusieurs prototypes de TEP en ligne qui sont utilisés ou testés en centres cliniques. On peut ainsi citer les projets BASTEI (GSI Darmstadt, Allemagne, figure 1.14) [Enghardt, 2004], INSIDE [Bisogni, 2016, Ferrero, 2017] et DoPET [Muraro, 2017] (CNAO, Pavia, Italie) et ON-LINE PET (centre de hadronthérapie de Kashiwa, Japon) [Nishio, 2010]. Dans chacun de ces prototypes, afin de pouvoir permettre de monter la caméra TEP en sortie de la ligne de faisceau sans interférer avec le traitement, seulement deux plans de détecteurs se faisant face de part et d'autres du patient sont présents. Ceci a une implication directe sur la qualité de l'image : l'impossibilité de réaliser un anneau complet de détecteurs réduit fortement le champ de vue de la caméra et introduit des artéfacts importants dans la reconstruction de l'image si celle-ci est réalisée avec les algorithmes utilisés en imagerie diagnostique. Pour passer outre ces difficultés, des développements TEP spécifiques au contrôle en ligne de la hadronthérapie sont nécessaires. C'est notamment le cas du système OpenPET [Yamaya, 2017] qui propose un anneau complet de détection TEP modulaire pouvant prendre une forme ellipsoïdale et permettant ainsi de réaliser des acquisitions de données TEP pendant l'irradiation avec un champ de vue amélioré.

### 1.2.1.4 Le potentiel des émetteurs $\beta^+$ à durée de vie courte

Par ailleurs, récemment, des études ont montré l'intérêt que pouvait représenter la détection de photons d'annihilation issus de la désintégration d'émetteurs  $\beta^+$  de demi-vie très courte (inférieure à la période du <sup>10</sup>C : 19,3 s) [Dendooven, 2015, Ozoemelam, 2019]. Du fait de leur demi-vie très courte, ces émetteurs  $\beta^+$  ne sont pas utilisables avec les méthodes de TEP en salle ou hors salle. Par contre, ils représentent un intérêt potentiel pour la TEP en ligne. En PBS, lors d'un changement d'énergie ou de position du faisceau, le faisceau est arrêté pendant plusieurs dizaines de millisecondes. Pendant ce laps de temps, la contribution des émetteurs  $\beta^+$  pourrait être détectée pour augmenter le signal TEP et le comptage de coïncidences utilisables pour la reconstruction du parcours des ions. Par ailleurs, dans ce même laps de temps, l'acquisition n'est pas impactée par le bruit que constituent les photons gamma-prompts et les neutrons secondaires produits pendant l'irradiation. Enfin, l'effet de *washout* serait limité, en comparaison avec les acquisitions TEP en salle et hors salle. Le concept n'est toutefois valable que pour les premiers spots d'irradiation. Au-delà, l'accumulation des signaux issus des éléments de durée de vie longue génère un signal cumulé sur l'ensemble des spots. Ces études on été menées avec des faisceaux de protons [Dendooven, 2015] et de particules  $\alpha$  [Ozoemelam, 2019].

### 1.2.2 Détection Gamma-Prompt

#### 1.2.2.1 Caractéristiques des photons gamma-prompts

L'autre solution expérimentale connaissant d'importants développements dans les techniques de contrôle en ligne est basée sur la détection de photons gamma-prompts (*Prompt-Gamma photons*, PG en anglais) [Krimmer, 2018]. On appelle photon gamma-prompt un photon produit par désexcitation nucléaire et résultant d'une transition d'état d'énergie de durée de vie  $\leq 1$  ps. Au cours des collisions nucléaires inélastiques ayant lieu entre les ions incidents et les atomes cibles, un transfert d'énergie de l'ion au noyau cible peut exciter ce dernier et lui arracher un nucléon et laisser le noyau fils dans un état excité. La désexcitation peut se faire par émission d'un photon gamma-prompt ou de particules massives. La figure 1.15 présente les résultats d'une simulation Monte-Carlo basée sur Geant4 [Agostinelli, 2003, Allison, 2016] et mettant en évidence les distributions longitudinales des points d'émission de particules secondaires, le long



du parcours de protons de 160 MeV ou d'ions carbone de  $310 \,\mathrm{MeV} \cdot \mathrm{u}^{-1}$  impactant un cylindre d'eau.

 $\begin{array}{lll} \mbox{FIGURE 1.15} &- \mbox{Profils d'émission de particules secondaires émergeant d'un fantôme cylindrique d'eau (diamètre : 15 cm, longueur : 40 cm) résultant de collisions inélastiques impliquant des protons de 160 MeV (gauche) ou des ions carbone de 310 MeV \cdot u^{-1} (droite), obtenues par simulations Geant4 (v4.10). Un seuil en énergie de 1 MeV est appliqué aux données. Adapté de [Krimmer, 2018]. \end{array}$ 

Dans les deux cas, la simulation met en évidence la corrélation spatiale des profils d'émission des photons gamma-prompts et des neutrons secondaires avec le pic de Bragg (courbe de dose en pointillés sur la figure). La corrélation des PG avec le parcours des ions a été prouvée expérimentalement avec des protons par les auteurs de [Min, 2006], puis avec des ions carbone [Testa, 2008]. Par ailleurs, les neutrons ne peuvent pas être utilisés pour obtenir une information sur le parcours puisqu'il est difficile de connaître l'historique de leur parcours dans la matière au moment de leur détection. En plus de la corrélation spatiale essentielle pour permettre une vérification de la délivrance de dose, les photons gamma-prompts présentent plusieurs avantages notables, en comparaison avec les émetteurs  $\beta^+$  utilisés en TEP. En premier lieu, la gamme d'énergie des PG est comprise entre 1 et 8 MeV. De ce fait, les PG se propagent en ligne droite avec une probabilité faible d'interagir dans le patient ou dans l'air avant d'être détectés par un système de vérification, conservant ainsi l'information sur leur point d'émission. De plus, les PG étant émis quasi-instantanément après l'interaction, ils rendent tout système de vérification insensible au problème de washout présent en TEP. En réalisant une image des PG issus du patient pendant l'irradiation, on peut alors obtenir une information en ligne sur le parcours des ions.

En contre-partie, la détection de photons gamma-prompts présente plusieurs contraintes. La production de neutrons secondaires constitue la source principale de bruit de fond des techniques de détection gamma-prompt. Dans le cas de la carbonethérapie, leur contribution est si importante qu'une discrimination des PG et une filtration des neutrons par mesure de tempsde-vol sont nécessaires pour réaliser la vérification du parcours des ions [Testa, 2008]. De plus, le taux de production de PG est relativement faible : il est de l'ordre 0,05 par proton incident et de 0,3 par ion carbone, sur un angle solide de  $4\pi$ , pour un parcours de 10 cm. Toutefois, la fluence d'ions carbone est très inférieure à celle de protons sur une séance de traitement, menant à un nombre absolu de photons gamma-prompts émis beaucoup plus faible. La combinaison des faibles taux d'émission et des hautes énergies des PG imposent ainsi des contraintes fortes sur l'efficacité de détection des systèmes de vérification du parcours qui doivent permettre d'obtenir une statistique suffisante à l'échelle d'une séance de traitement.

Le spectre de photons gamma-prompts est un spectre de raies directement dépendant de la composition chimique du milieu traversé par les ions, aussi bien dans les énergies des raies que dans leurs intensités relatives, comme le montre la figure 1.16. Cette propriété est par ailleurs largement exploitée dans la technique de spectroscopie gamma-prompt, présentée en sous-section 1.2.2.3. D'une manière générale, dans les milieux biologiques, le spectre gammaprompt est dominé par la désexcitation des noyaux de carbone, oxygène et azote. Dans le cas des tissus osseux, une contribution des atomes de calcium peut être mesurée. Globalement, les deux raies dominantes du spectre gamma-prompt sont une raie de désexcitation nucléaire du <sup>12</sup>C (2<sup>+</sup>  $\rightarrow$  0<sup>+</sup>) à 4,44 MeV et une raie de désexcitation du <sup>16</sup>O (3<sup>-</sup>  $\rightarrow$  0<sup>+</sup>) à 6,13 MeV. Les auteurs de [Verburg, 2012, Verburg, 2014, Dal Bello, 2020] détaillent le contenu du spectre gamma-prompt. Sur la figure 1.16, une raie à 2,2 MeV est particulièrement prononcée pour une cible de polyéthylène  $(C_2 H_2)$ . Celle-ci correspond l'énergie de liaison du deutérium expliquant ainsi sa sur-expression dans le spectre produit par la cible en polyéthylène. Par ailleurs, les auteurs de [Kozlovsky, 2002] établissent une revue des durées de vie des différents états excités produisant des PG. A l'exception de deux canaux de désexcitation produisant des raies légèrement retardées, l'ensemble des états excités produisant des photons gamma-prompts ont des durée de vie très inférieures à 1 ps. Dans le cas des réactions  ${}^{16}O(p, p'){}^{16}O^*$  et  ${}^{40}Ca(p, p'){}^{40}Ca^*$ , la durée de vie des états excités est de 27 ps et 47 ps, respectivement. Toutefois, étant données les performances actuelles des systèmes de vérification PG résolus en temps, ces derniers ne sont pas encore sensibles à ces photons gamma retardés pouvant donc être considérés comme prompts. Les auteurs de Panaino, 2019 étudient toutefois la conception d'un système d'imagerie 3D basée sur la détection en coïncidence des raies à 6.13 MeV et 2.25 MeV.

La détection de photons gamma-prompts est donc censée pouvoir permettre de réaliser une image des interactions des ions incidents le long de leur parcours. D'autres techniques ont également été developpées de manière à simplifier le système de détection tout en permettant de détecter un éventuel décalage entre la position du pic de Bragg donné par le système de planification de traitement et sa position réelle.

### 1.2.2.2 Techniques d'imagerie des photons gamma-prompts

Les systèmes d'imagerie gamma-prompt (*Prompt-Gamma Imaging*, PGI) sont capables, au moyen d'une collimation des PG, de produire soit un profil unidimensionnel soit un image (2D, voire 3D) des vertex d'émission des PG.

### Imagerie par collimation mécanique

Les systèmes d'imagerie les plus simples utilisés en PGI sont basés sur une collimation mécanique. Celle-ci présente deux intérêts majeurs pour la détection des PG. D'une part elle permet de contraindre la direction d'incidence des photons gamma-prompts pour permettre la reconstruction du profil d'émission. Deux types de caméras gamma sont ainsi développés : les caméras



FIGURE 1.16 – Spectres d'émission des photons gamma-prompts résultant de l'irradiation de différents matériaux cibles avec des protons de 160 MeV (eau, polyméthacrylate de métyle PMMA et polyéthylène PE), obtenus par simulation Geant4 (v4.10). Extrait de [Krimmer, 2018].

multi-collimatées [Krimmer, 2015a, Park, 2019] et les caméras à fente de type knife-edge [Perali, 2014]. Les caméras sont faites de scintillateurs de densité élevée couplés à des collimateurs physiques de haut numéro atomique permettant de réaliser la mesure du profil d'émission PG longitudinal. La comparaison entre les performances des caméras multi-collimatées et knife-edqe mettent en évidence des performances relativement similaires en termes d'efficacité de détection. Toutefois, la conception des caméras multi-collimatées permet de modifier facilement le champ de vue du détecteur en ajoutant des modules de détection. Le champ de vue des caméras knife-edge est lui plus réduit. La contre-partie de la collimation mécanique est qu'elle réduit de facto l'efficacité de détection absolue des PG. La résolution sur la fin du parcours des ions et la sensibilité des caméras dépend grandement de leur conception et des choix faits sur les géométries et matériaux utilisés [Smeets, 2016]. Dans les deux cas, une discrimination par mesure de temps-de-vol permet de discriminer le signal produit par les PG du bruit généré par les neutrons secondaires [Roellinghoff, 2014]. Le premier prototype clinique de caméra collimatée est une caméra knife-edge. Elle a pu être testée en diffusion passive [Richter, 2016] lors de séances de traitement et en PBS [Xie, 2017]. Ces tests cliniques mettent en évidence la capacité de la caméra à détecter un décalage de  $\pm 2 \,\mathrm{mm}$  entre le parcours mesuré et le parcours prescrit.

### Imagerie par collimation électronique : la caméra Compton

L'efficacité de détection des PG peut être améliorée en utilisant une caméra Compton [Krimmer, 2015b,Llosá, 2013,Thirolf, 2014]. La caméra Compton est un ensemble de détection constitué d'au minimum deux détecteurs résolus en position : un détecteur mince servant de diffuseur et un détecteur de volume plus important servant d'absorbeur. Dans la gamme d'énergie des PG, le mode d'interaction dominant des photons est l'effet Compton. Les matériaux choisis pour la conception de l'absorbeur maximisent la probabilité d'absorption alors que ceux choisis pour la conception du diffuseur cherchent à maximiser la diffusion Compton. Lorsqu'un PG interagit par effet Compton dans le diffuseur, il dépose une partie de son énergie et est dévié d'un angle  $\theta$  par rapport à sa direction d'origine. Le photon diffusé peut ensuite être absorbé dans le diffuseur, déposant toute ou partie de son énergie dans ce dernier. En mesurant le dépôt d'énergie dans le diffuseur  $E_{diff}$  et dans l'absorbeur  $E_{abs}$ , et en supposant que l'on a une absorption totale, on peut alors en déduire la valeur de l'angle  $\theta$  par la relation :

$$\cos\theta = 1 - \frac{m_e c^2 E_{diff}}{E_{abs}(E_{diff} + E_{abs})}, \qquad (1.4)$$

avec  $m_e c^2 = 511 \text{ keV}$  (énergie de masse de l'électron). On peut augmenter le nombre de diffuseurs pour augmenter le nombre de photons interagissant dans les diffuseurs. La détermination de l'angle  $\theta$  et la mesure des positions d'interactions des photons dans les détecteurs permet de reconstruire un cône dont la surface extérieure contient le point d'émission du PG. En superposant les cônes reconstruits d'un grand nombre de photons on peut alors reconstruire la localisation du vertex d'émission, comme illustré en figure 1.17. Toutefois, dans le cas où plusieurs diffuseurs sont utilisés, l'efficacité de détection des caméras Compton est limitée : si plusieurs photons interagissent simultanément dans plusieurs absorbeurs, il devient très difficile de déterminer la cinématique des différents photons ayant interagi. L'avantage de l'imagerie Compton sur les autres caméras est qu'elle permet, en théorie, d'obtenir une image en trois dimensions du profil d'émission des PG. D'autre part, elle permet d'atteindre des efficacités de détection supérieures aux caméras collimatées. Pour autant, les caméras Compton sont des systèmes complexes à mettre en oeuvre et demandant des développements techniques importants, notamment pour la synchronisation des différents détecteurs et la mise en œuvre d'algorithmes de reconstruction d'image. Celle-ci peut se faire en utilisant des algorithmes itératifs, tels que des algorithmes utilisant la méthode de maximum de vraisemblance. Ces algorithmes sont performants mais toutefois coûteux en temps et en puissance de calcul, ce qui limite l'utilisation de caméras Compton pour une vérification du parcours en temps réel stricto sensu. Nous verrons cependant en section 1.4.2 comment les apports combinés d'une très haute résolution temporelle (de l'ordre de 100 ps  $(\sigma)$ ) et l'utilisation du faisceau à intensité réduite permettent de simplifier la reconstruction et de faire de l'imagerie Compton une méthode en temps réel.

### 1.2.2.3 Techniques de vérification ne produisant pas une image directe

### Prompt-Gamma Spectroscopy

La vérification du parcours peut également être réalisée via la spectroscopie des photons gamma-prompts (*Prompt-Gamma Spectroscopy*, PGS). Elle est principalement développée au Massachusetts General Hospital [Verburg, 2012, Verburg, 2014]. Le but de la PGS est de pouvoir déduire une sensibilité à un éventuel décalage de parcours à partir du spectre mesuré de PG. Si la résolution en énergie du système de spectroscopie permet de distinguer les différentes raies des PG, alors on peut obtenir les taux d'émission de chaque raie et ainsi en déduire la composition chimique du milieu dans lequel les ions interagissent. On peut ainsi réaliser une mesure de la section efficace différentielle de production de chaque raie PG détectée. Ces mesures sont comparées à des modèles permettant ainsi de déduire une composition chimique du milieu. Ainsi, à partir de la composition chimique effective du milieu et des sections efficaces



FIGURE 1.17 – Schéma de principe de fonctionnement d'une caméra Compton. Chaque photon détecté en coïncidence entre le diffuseur et l'absorbeur permet de définir un cône dont la surface contient le point d'émission du photon gamma-prompt. L'accumulation de cônes permet de reconstruire le volume d'émission. Extrait de [Kim, 2013].

différentielles de production de photons gamma-prompts, on peut ainsi déterminer un parcours des ions basés sur la mesure et ainsi détecter un éventuel décalage entre le parcours attendu et le parcours déduit de la mesure. Les auteurs de [Verburg, 2014] rapportent qu'en irradiant une cible d'eau avec des protons de 160 MeV et en détectant les PG produits avec une caméra collimatée de LaBr<sub>3</sub> :(Ce), ils ont pu obtenir une précision de 1 mm ( $\sigma$ ) sur la mesure du parcours des ions avec une statistique de 5 × 10<sup>8</sup> protons. Depuis, un prototype a été développé pour une intégration en tests cliniques [Hueso-González, 2018]. Ce prototype, constitué de huit détecteurs LaBr<sub>3</sub> :(Ce) couplés à une électronique embarquée et associés à un système de collimation mécanique, peut être intégré en salle de traitement et peut opérer en *Pencil Beam Scanning*. Les premiers tests ont permis de d'atteindre une précision de 1,1 mm (2 $\sigma$ ) sur la mesure du parcours, pour une dose délivrée de 0,9 Gy (la dose typiquement délivrée dans une séance de traitement est de 2 Gy) avec une cible homogène.

### Prompt-Gamma Timing

La technique du *Prompt-Gamma Timing* (PGT) repose sur la mesure de la somme des temps-de-vol de l'ion et du PG pour déterminer un décalage entre le parcours prescrit et le parcours réel. Elle a été proposée pour la première fois par les auteurs de [Golnik, 2014]. Dans la gamme d'énergie de la hadronthérapie, les ions se déplacent dans le corps du patient avec une vitesse à l'entrée du patient grossièrement comprise entre c/2 et c/3, où c est la célérité de la lumière. Compte-tenu du fait que le parcours des ions est compris entre 5 et une vingtaine de centimètres, ceci correspond à un temps-de-vol dans le patient de l'ordre de 1 à 3 ns. La distribution du temps-de-vol des ions transporte donc une information sur le parcours de ces derniers dans le patient. Dans l'expérience de Golnik *et al.*, une cible de graphite est irradiée par des protons de 150 MeV. Le temps-de-vol mesuré est la différence de temps entre l'instant

de la détection des PG produits par un détecteur gamma et la phase du signal radio-fréquence du cyclotron délivrant les protons (qui est égal à l'instant de l'extraction des protons à une constante près à une énergie constante). Cette différence de temps est donc égale, pour chaque événement, à la somme des temps de vol du proton et du photon gamma-prompt détecté (sous réserve que la phase du signal RF à l'extraction soit stable dans le temps). En déplaçant la cible de graphite selon l'axe du faisceau, ils ont pu mesurer le décalage en temps produit par le temps-de-vol supplémentaire des ions dans l'air comme l'illustre la figure 1.18. Une autre expérience avec une cible d'épaisseur croissante de polyméthacrylate de méthyle a permis de montrer la corrélation entre l'épaisseur de matière traversée par les protons et la largeur de la distribution temporelle (figure 1.19). Le formalisme développé par Golnik *et al.* leur permet par ailleurs de montrer par la simulation la corrélation entre le parcours des protons et les paramètres (centroïde et dispersion) de la distribution temporelle mesurée, prouvant ainsi que le PGT peut être utilisé pour détecter un décalage entre le parcours donné par la planification de traitement et le parcours mesuré. Ils établissent à 2 mm la sensibilité de la méthode pour une résolution temporelle de 450 ps ( $\sigma$ ). Enfin, les auteurs de [Golnik, 2014] montrent par la simulation que la technique est sensible à des variations de densité le long du parcours des ions, permettant ainsi de déceler des hétérogénéités le long du parcours. La preuve expérimentale est apportée par les auteurs de [Hueso-González, 2015] qui, en irradiant une cible de polyméthacrylate de méthyle contenant un insert d'os une cavité d'air à une position variable le long de l'axe du faisceau, sont capables de mesurer ce déplacement dans le spectre temporel des photons gamma-prompts détectés par des scintillateurs à haute résolution temporelle (BaF<sub>2</sub> et  $LaBr_3(Ce)$ ) placés de part et d'autre de la cible.

Toutefois, leur étude est limitée par l'impact des déphasages constatés durant leur expérience entre le temps d'arrivée des ions et la phase du signal RF de la ligne de faisceau, entraînant un élargissement des distributions temporelles des photons gamma-prompts détectés. Ces dernières ne sont donc plus seulement dépendantes de la résolution temporelle des détecteurs utilisés mais également des erreurs systématiques sur la mesure de temps introduites par les déphasages du signal RF par rapport au temps d'arrivée des paquets d'ions. Afin de limiter la contribution de ces erreurs systématiques, deux procédures de corrections ont été développées. La première consiste en le développement de moniteurs de faisceaux de protons [Petzoldt, 2016] et la seconde en la mise en place de procédures de calibration temporelle en conditions cliniques Werner, 2019]. Dans le premier cas, une fine épaisseur de matériau générant des PG est placé en amont de la cible de l'axe du faisceau. Des détecteurs à phoswich sont dirigés vers cet élément diffuseur du faisceau pour détecter les PG émis et ainsi signer le temps d'arrivée des protons, indépendamment du signal RF de la ligne de faisceau. La caractérisation d'un faisceau clinique leur permet de mettre en évidence l'évolution de la dispersion temporelle du temps d'arrivée des ions dans un cyclotron et de mesurer la dépendance en énergie des ions de cette largeur temporelle. Dans le second cas, les auteurs de [Werner, 2019] proposent une procédure de calibration temporelle qui a pour but de corriger les déphasages RF et d'optimiser le rejet de bruit de fond dans la détection des PG. Dans l'optique d'une implémentation pour des tests en conditions cliniques, des détecteurs CeBr<sub>3</sub> contenant une électronique de mise en forme et d'acquisition a été développée [Pausch, 2016] et intégrée aux procédures de calibration [Werner, 2019]. Ces détecteurs présentent une résolution temporelle inférieure à 200 ps (FWHM), une résolution en énergie de 5% (FWHM) et un taux de comptage très élevé (>0.6 MHz) pour permettre une utilisation en conditions cliniques.



FIGURE 1.18 – Schéma de principe de l'expérience de Golnik *et al.* avec une cible homogène de graphite irradiée par des photons de 150 MeV. Les distributions présentées représentent le temps-de-vol mesuré pour chaque position de la cible, avec une résolution temporelle de 450 ps ( $\sigma$ ). Bien que le décalage absolu en temps soit inférieur à cette valeur, la haute statistique acquise permet de le mettre en évidence. Les courbes superposées aux histogrammes correspondent aux distributions prédites par la simulation. Extrait de [Golnik, 2014].



FIGURE 1.19 – Schéma de principe de l'expérience de Golnik et al. avec une cible homogène de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) d'épaisseur variable. Les différentes distributions correspondent aux mesures de différence de temps entre le détecteur gamma et la phase du signal RF et les courbes correspondent aux distributions données par la simulation. Extrait de [Golnik, 2014].

#### Prompt-Gamma Peak Integral

La technique Prompt-Gamma Peak Integral (PGPI) est une technique partageant des similarités avec le PGT. Elle a été développée par les auteurs de [Krimmer, 2017]. Comme pour le PGT, le PGPI est basé sur la mesure de la distribution temporelle des photons gamma-prompts détectés par des scintillateurs rapides (La $Br_3(Ce)$  dans [Krimmer, 2017]). L'expérience a eu lieu au Centre Antoine Lacassagne (CAL) sur un cyclotron produisant des faisceaux de protons de 65 MeV. La ligne de faisceau est par ailleurs équipée d'une roue de modulation permettant la dégradation du faisceau de protons. Durant l'expérience une cible cylindrique de PMMA a été irradiée avec des protons de 65 MeV. Les PG produits ont été détectés par le scintillateur rapide. La mesure de la différence de temps entre l'instant de détection des PG et le signal RF de la ligne de faisceau permet d'obtenir la distribution temporelle des PG, telle qu'elle est mesurée en PGT. L'apport de la technique PGPI réside dans la mesure de l'intégrale de la distribution temporelle des PG. En appliquant diverses dégradations sur le faisceau de protons (faisant ainsi varier son énergie), les auteurs ont pu observer une variation de l'intégrale de la distribution temporelle des PG détectés, mettant ainsi en évidence la corrélation entre cette observable et le parcours des ions dans la cible. Ils ont ainsi pu en déduire qu'une mesure de l'intégrale du pic PG permet d'obtenir une information relative sur le parcours; la technique PGPI permettant ainsi de mesurer une déviation entre le parcours prescrit/attendu et le parcours effectif des ions. À partir des résultats de simulations reproduisant l'expérience mais avec un faisceau pinceau de protons de 65 MeV, les auteurs ont pu déduire une sensibilité de la technique à une déviation minimale de 3 mm pour une statistique de  $10^8$  protons, représentant le nombre de protons typiquement utilisé dans un seul spot de faisceau en PBS. Ceci démontre le potentiel du PGPI à fournir une information en temps réel d'une potentielle différence entre le parcours prescrit et le parcours réel des ions. Par ailleurs, en multipliant les détecteurs gamma autour de la cible dans la simulation, les auteurs ont pu montrer qu'en déplaçant la cible dans une direction transverse à la direction incidente au faisceau, les taux de comptage des détecteurs gamma disposés à droite et à gauche de la cible variaient. En faisant le rapport des taux de comptage des détecteurs situés à droite de la cible avec ceux des détecteurs situés à sa gauche, ils ont pu montrer que le PGPI permettait également de détecter une déviation spatiale du faisceau par rapport à l'incidence établie dans la planification de traitement. En situation clinique, ceci pourrait par exemple permettre de mettre en évidence le mauvais positionnement du patient sur la table de traitement.

Les techniques PGT et PGPI présentent plusieurs avantages communs par rapport aux autres techniques de détection de PG. Tout d'abord, elles permettent de se passer d'un système de collimation, maximisant ainsi le nombre intrinsèquement faible de PG détectés par le système de vérification de parcours. La discrimination des PG est assurée dans les deux cas par les mesures de temps-de-vol à haute résolution temporelle, permettant un rejet efficace du bruit de fond causé par les autres particules secondaires (essentiellement les neutrons). Ensuite, elles sont constituées d'un petit nombre de détecteurs simples, relativement peu chers et peu encombrants, ce qui permet de les intégrer plus facilement dans une salle de traitement, en comparaison avec les systèmes PGI même si ces techniques n'apportent qu'une information relative sur le parcours effectif des ions par rapport à une image directe. Enfin, ils permettent d'être utilisés avec des systèmes d'acquisition relativement simples et ne nécessitent pas de faire intervenir des algorithmes de reconstruction d'image, laissant envisager une détection de déviation du parcours en temps réel et avant la fin de la séance de traitement.

### 1.3 Développements de la collaboration CLaRyS pour l'imagerie Gamma-Prompt

La collaboration CLaRyS (CLaRyS signifiant *Contrôle en Ligne de la hAdronthérapie par détection de RaYonnements Secondaires*) est une collaboration nationale regroupant le travail de quatre laboratoires<sup>1</sup> pour le développement de techniques expérimentales de contrôle en ligne de la hadronthérapie basées sur la détection de photons gamma-prompts. C'est dans le contexte de ces développements que se sont déroulés ces travaux de thèse. Dans cette sous-partie, on se proposera de présenter rapidement les développements instrumentaux de la collaboration pour les méthodes de vérification basées sur la détection de PG puis on présentera l'apport de la détection de particules uniques à très haute résolution temporelle et comment un hodoscope en diamant s'intègre dans ce projet.

Les deux sous-sections suivantes sont des présentations succintes des caméras gamma et de l'hodoscope à fibres scintillantes déjà développés par la collaboration. Pour de plus complètes descriptions des différents détecteurs et de leurs performances, on pourra consulter le travail de thèse de Mattia Fontana [Fontana, 2018].

### 1.3.1 Détecteurs gamma

### 1.3.1.1 Le bloc absorbeur et le collimateur multi-fentes

La collaboration CLaRyS travaille sur deux prototypes de caméras gamma : une caméra multi-collimatée et une caméra Compton. Elles partagent toutes les deux le même détecteur de base qui fait office d'absorbeur dans le cas de la caméra Compton. L'étude de la conception des différents éléments de la caméra Compton résulte du travail de thèse de Marie-Hélène Richard [Richard, 2012]. L'ensemble de détection commun est constitué de blocs de cristaux scintillateurs de germanate de bismuth (BGO). Le BGO a été choisi pour son coût relativement faible, son numéro atomique effectif de 75 et sa densité de 7,13 g · cm<sup>-3</sup> qui maximisent la probabilité d'absorption totale des photons en maximisant l'effet photoélectrique sur le bismuth et l'absence de radioactivité interne, en comparaison avec d'autres cristaux scintillateurs rapides de haut numéro atomique. Il souffre toutefois d'un rendement lumineux plus faible et d'un temps de décroissance long (300 ns). Chaque bloc, d'un volume de 3,5 × 3,8 × 3,0 cm<sup>3</sup> est segmenté en une matrice de 8 × 8 cellules, optiquement isolées les unes des autres par un matériau réfléchissant qui maximise la collecte de lumière et la résolution spatiale du bloc (figure 1.20 a)). La lumière produite par l'interaction d'un photon est partagée entre les quatre

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Institut de Physique des deux Infinis de Lyon (IP2I Lyon), Laboratoire de Physique Subatomique et de Comologie de Grenoble (LPSC), Centre de Recherche en Acquisition et Traitement de l'Image pour la Santé (CREATIS) et Centre de Physique des Particules de Marseille (CPPM)

photo-multiplicateurs et un calcul barycentrique permet de déterminer la position de l'interaction (figure 1.20 b)).

Afin de constituer un absorbeur complet, les différents blocs de BGO sont montés sur un châssis en PMMA constitué de 5 rails horizontaux permettant d'intégrer entre 3 et 7 blocs par rail, soit un maximum de 35 blocs BGO (figure 1.20 d)). Chaque rayon est séparé par une plaque de support en métal fin et des presses latérales en métal maintiennent les blocs d'un même rayon ensemble.

Dans le cas où le bloc absorbeur est utilisé comme le volume sensible d'une caméra multicollimatée, celui-ci est couplé à un collimateur multi-fentes (figure 1.20 e) et f)). Ce dernier est constitué de lames de  $1.5 \times 120 \times 170 \text{ mm}^3$  faites d'un alliage de tungstène d'une densité de  $18.5 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ . Le développement du collimateur a été pensé pour permettre à ce dernier de pouvoir être modulé en fonction de la configuration de l'expérience. On peut ainsi modifier le nombre de lames et la distance inter-lames de façon à optimiser le compromis entre efficacité de détection et résolution spatiale. La géométrie a été optimisée par un travail de simulation [Pinto, 2014].

### 1.3.1.2 Les diffuseurs

Les diffuseurs sont un élément crucial de la constitution d'une caméra Compton. La caméra Compton n'étant réellement fonctionnelle que si une coïncidence est détectée entre au moins un diffuseur et l'absorbeur, la proportion d'effet Compton dans le diffuseur doit être maximisée. Toutefois, étant donné que le spectre en énergie des photons gamma-prompts est fixé par la physique, le meilleur moyen de maximiser l'effet Compton est de choisir un matériau de numéro atomique faible. Les diffuseurs doivent également avoir une résolution en énergie qui leur permette de mesurer l'énergie du photo-électron Compton. De plus, les diffuseurs doivent être relativement épais pour que le photo-électron Compton dissipe toute son énergie dans le diffuseur.

La collaboration CLaRyS a identifié le silicium comme étant le type de détecteur répondant le mieux à ces contraintes. Elle a choisi des diodes PIN silicium de  $96 \times 96 \times 2 \text{ mm}^3$  de surface active, produites par la société SINTEF (figure 1.21). Chaque face est segmentée en 64 pistes et ces pistes sont orthogonales d'une face à l'autre pour définir une matrice 2D de détection nécessaire à la localisation de la diffusion Compton sur la surface du diffuseur. Bien que les simulations Monte-Carlo menées par la collaboration donnaient un lot de 10 diffuseurs comme étant le meilleur compromis entre coût total et efficacité de détection, la collaboration n'a finalement retenu que 7 des 10 diffuseurs achetés à SINTEF, à cause du défaut de performance des 3 diodes rejetées. La caméra Compton de CLaRyS est donc actuellement constituée de 7 diffuseurs. D'autre part, les mesures de courants de fuite réalisées sur les diffuseurs ont mis en évidence la nécessité de prévoir un système de refroidissement pour maintenir le bruit de fond à un niveau acceptable et stable sous de faibles variations de températures. Les diffuseurs peuvent fonctionner jusqu'à une température de 0 °C mais opèrent en conditions optimales à une température de -20 °C. Ils sont placés dans un caisson thermiquement isolé et refroidis par une pompe à air électrique.



FIGURE 1.20 – a) Mono-bloc BGO segmenté et entouré de matériau réfléchissant avant son couplage aux photomultiplicateurs. b) Principe de couplage du bloc BGO au photo-multiplicateurs. c) Photo d'un bloc BGO après couplage. d) Photo du châssis en PMMA permettant de contenir jusqu'à 35 blocs BGO simultanément.
e) Photo du collimateur multi-fentes. f) Schéma de principe de l'absorbeur BGO en configuration caméra multi-collimatée, avec le collimateur multi-fentes positionné devant.



FIGURE 1.21 – Photographie d'un plan diffuseur monté sur sa carte de traitement et d'acquisition, et intégrée dans le caisson de refroidissement.

### 1.3.2 L'hodoscope de faisceau

### 1.3.2.1 Apport d'un hodoscope

L'une des originalités des développements de la collaboration CLaRyS pour les méthodes gamma-prompts est l'utilisation du temps-de-vol et l'introduction dans le système de détection d'un hodoscope de faisceau. Un hodoscope est un détecteur interceptif, placé dans la ligne de faisceau entre la sortie de la ligne et le patient. Il permet, en plus de pouvoir réaliser le monitoring du faisceau, d'étiqueter spatialement et temporellement chaque ion ou chaque paquet d'ions en fonction des ions et de l'intensité du faisceau utilisés. La position transerve des ions incidents mesurée par l'hodoscope permet de faciliter la reconstruction. En particulier dans le cas de l'utilisation d'une caméra Compton, l'intersection de la position transverse donnée par l'hodoscope avec le cône reconstruit par la caméra permet de réduire la position du vertex d'émission du PG à seulement deux points possibles pour chaque cône, comme le montre la figure 1.22.

L'étiquetage temporel remplit une double fonction. En détectant directement l'ion ou le paquet d'ion incident, on peut réaliser la discrimination des photons gamma-prompts par mesure de temps-de-vol entre le détecteur gamma et l'hodoscope, et ce, en s'affranchissant des instabilités et déphasages entre le signal RF de la ligne de faisceau et l'arrivée effective des ions. La mesure est alors indépendante de l'accélérateur utilisé et la résolution temporelle sur le tempsde-vol ion + PG est directement la convolution des réponses temporelles des deux détecteurs (hodoscope et caméra gamma). Sous réserve d'une résolution de 1 ns ( $\sigma$ ) sur ce temps-de-vol, un rejet efficace du bruit de fond causé par les neutrons secondaires est généralement assuré. On abordera dans la section 1.4 l'apport d'une amélioration de cette résolution temporelle au niveau de 100 ps ( $\sigma$ ). Il est à noter que dans la figure 1.22, la mesure de temps-de-vol entre l'hodoscope et la caméra Compton est déclenchée par cette dernière. En effet, étant donné que le taux moyen de production de PG est de l'ordre de 0,05/proton d'après [Krimmer, 2018] pour un parcours de 10 cm, utiliser la caméra comme source de déclenchement des acquisitions



FIGURE 1.22 – Schéma de principe de l'apport de l'étiquetage spatial et temporel fourni par un hodoscope faisceau dans le cas de l'imagerie Compton des photons gammaprompts. Les deux points rouges à l'intersection du cône Compton et de la position des ions donnée par l'hodoscope sont les deux solutions possibles du vertex d'émission du photon gamma-prompt, dans le cas d'une absorption totale et pour une résolution spatiale/énergétique parfaite.

permet de filtrer la très grande majorité des ions détectés par l'hodoscope pour lesquels la caméra n'a pas détecté de PG. On réduit ainsi le volume de données acquises inexploitables et la coïncidence entre les deux détecteurs est permise en retardant le signal produit par l'hodoscope.

L'hodoscope faisceau doit donc présenter trois qualités essentielles. Il doit être sensible à la position, présenter une bonne résolution temporelle (au moins de l'ordre de  $1 \text{ ns}(\sigma)$ ) et être suffisamment résistant au radiations pour pouvoir être exposé au faisceau primaire d'ions dans la durée sans variation rédhibitoire de ses performances. Enfin, il doit pouvoir opérer sur une grande gamme dynamique, allant de la détection d'un proton unique de 250 MeV aux paquets de quelques centaines de protons de 70 MeV (dynamique de 500).

### 1.3.2.2 Prototype actuel : Hodoscope à fibres scintillantes

Le prototype d'hodoscope faisceau actuel de la collaboration CLaRyS est un hodoscope basé sur deux couches de fibres scintillantes orthogonales. Il en existe deux exemplaires. Le premier est un prototype constitué de deux plans de 128 fibres scintillantes de polystyrène (modèle BCF-12 de Saint-Gobain), d'une longueur de 140 mm et d'une section carrée de  $1 \times 1 \text{ mm}^2$ , représenté en figure 1.23 a).

Les deux plans de fibres sont recouverts de ruban adhésif noir permettant une isolation du bruit de fond dû à la lumière ambiante et le volume sensible total est de  $128 \times 128 \times 2 \text{ mm}^3$ . La lumière produite par chaque fibre est collectée en ses deux extrémités pour minimiser le temps de vol des photons de scintillation dans la fibre et maximiser la résolution temporelle, portant à 512 le nombre total de voies de lecture. Le signal de scintillation est transporté par



FIGURE 1.23 – a) Photo de l'hodoscope à fibres scintillantes de grande taille, monté sur son support mécanique et couplé à ses photo-multiplicateurs par des fibres optiques.
b) Photo du modèle de l'hodoscope de petite taille, avec sa carte d'acquisition.
c) Photo-multiplicateurs Hammamatsu H8500.

des fibres optiques de 1 m de longueur jusqu'à des photo-multiplicateurs multi-anode Hammamatsu H8500 (figure 1.23 c)). Le second modèle de taille réduite est constitué des mêmes éléments de base que le prototype de grande taille. Dans ce cas, ce sont deux couches de 32 fibres orthogonales qui sont utilisées 1.23 b)). Les signaux générés par les photo-multiplicateurs sont traités par des circuits intégrés ASIC (*Application-Specific Integrated Circuit*) HODOPIC. Ces ASICs permettent d'adapter en ligne les gains de chaque voie de lecture, et contiennent un TDC (*Time-to-Digital Converter*) permettant une numérisation des signaux avec une profondeur de 6,25 ns, une période d'échantillonnage de 0,195 ns (soit 32 échantillons), une résolution intrinsèque de 58,8 ps (RMS) et un taux de comptage maximal de 100 MHz. Un FPGA (*Field-Programmable Gate Array* ou réseau de portes programmables *in-situ* en français) récupère les données produites par les ASICs, réalise la mesure de l'instant de passage de l'ion et gère le transfert des données vers la carte d'acquisition [Chen, 2017].

### 1.3.2.3 Performances et limitations

Cette sous-section reprend des résultats présentés par Oreste Allegrini, doctorant dans l'équipe PRISME de l'IP2I Lyon, dans un article accepté pour publication au *Journal of Instrumentation* [Allegrini, 2020].

La version de taille réduite de l'hodoscope à fibres scintillantes a pu être testée lors de différentes campagnes de mesures, notamment au Grand Accélérateur National d'Ions Lourds (GANIL, Caen) avec des faisceaux d'ions carbone de  $95 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$  et au CAL avec des faisceaux de protons de 65 MeV. Ces tests avaient pour objectif de mesurer l'efficacité de détection de l'hodoscope (en particulier en fonction de la fluence), évaluer les performances de l'électronique associée à l'hodoscope et déterminer la résolution temporelle du système.

Au GANIL, l'efficacité de détection a été mesurée en fonction de la fluence à laquelle le détecteur a été exposée. L'efficacité de détection est passée de 94% à 86%, en passant d'une fluence de  $7,2 \cdot 10^{11}$  ions/cm<sup>2</sup> à une fluence de  $3,6 \cdot 10^{12}$  ions/cm<sup>2</sup>. On peut noter que longtemps après utilisation, l'efficacité de détection est partiellement restaurée. Au cours de la même campagne de mesures, la résolution temporelle obtenue en mesurant la différence de temps entre le signal d'une fibre de l'hodoscope et le signal RF de la ligne de faisceau du GANIL était de 550 ps ( $\sigma$ ).

Lors de l'expérience menée au CAL, les mêmes tests ont été reproduits. La section transverse du faisceau de protons a pu être efficacement imagée par l'hodoscope. Dautre part l'efficacité de détection a pu être évaluée en faisant varier l'intensité du faisceau de protons, allant d'un nombre moyen de protons par paquet  $\ll 1 \ (\sim 10^{-3} \text{ MHz})$  à un nombre  $\approx 1 \ (20 \text{ MHz})$ . Les efficacités indépendantes de chaque plan de pistes (en X et en Y) ainsi que l'efficacité de la coïncidence (ET logique des deux plans) et l'efficacité en OU logique des deux plans ont pu être mesurées. Dans les différentes configurations, l'efficacité mesurée était relativement constante jusqu'à une intensité  $\sim 6 \text{ MHz}$ , avec des valeurs de 90% pour le plan de fibres en Y, 84% pour le plan de fibres en X, 73% pour la coïncidence et 99% pour un déclenchement en OU logique. Au-delà de 6 MHz, les auteurs ont pu observer une dégradation de l'efficacité de détection de l'hodoscope. Cette dégradation a été identifiée comme étant causée par des oscillations produites par l'ASIC, générant des déclenchements fortuits de l'acquisition. En l'état actuel et dans l'attente d'une amélioration des performances de l'ASIC, l'hodoscope ne peut pas conserver une efficacité de détection suffisante à des intensités cliniques sur des cyclotrons à 100 MHz.

### 1.4 Le projet CLaRyS-UFT : de l'intérêt de l'étiquetage ultra-rapide de particules uniques

Le projet CLaRyS-Ultra-Fast Timing (CLaRyS-UFT) est un projet de recherche mené par la collaboration CLaRyS qui vise à démontrer l'intérêt d'une excellente résolution temporelle (100 ps  $\sigma$ ) pour l'amélioration des performances des systèmes de vérification du parcours des ions en hadronthérapie, en particulier dans le cas de la détection de photons gamma-prompts. Son utilisation conjointe avec une réduction de l'intensité du faisceau (en régime d'ion unique par paquet) est présentée et discutée dans un article récent de la collaboration [Dauvergne, 2020].

### 1.4.1 Pour le Prompt-Gamma Timing

L'apport le plus direct d'une utilisation conjointe d'une résolution temporelle de 100 ps et d'un fonctionnement à très faible intensité est certainement le Prompt-Gamma Timing. Les développeurs de la technique ont clairement mis en évidence que les déphasages du signal RF de la ligne de faisceau constaté lors de leurs expériences empêchaient le PGT d'être pleinement exploité [Hueso-González, 2015, Petzoldt, 2016]. Des procédures de calibration sont actuellement utilisées pour faire face à ce problème [Werner, 2019]. Comme nous l'avons déjà évoqué, en utilisant un hodoscope on peut s'affranchir de ces déphasages en mesurant directement l'instant d'arrivée du paquet d'ions. Toutefois, les paquets d'ions ont une certaine largeur temporelle (voir table 1.2) qui limite les performances du PGT même si un hodoscope de faisceau est utilisé. Cette largeur temporelle se propage directement au spectre temporel des photons gamma-prompts. En réduisant l'intensité du faisceau en début de séance de traitement de sorte à obtenir des paquets contenant des ions uniques, on s'affranchit également de la largeur temporelle intrinsèque du paquet. L'ion a toujours un temps d'arrivée sur l'hodoscope dépendant de la largeur du paquet. Toutefois, étant donné que la différence de temps est mesurée entre l'hodoscope et le détecteur gamma, et que le temps de vol ne dépend pas du *straggling* dans le patient, l'élargissement du spectre temporel des PG devient ainsi indépendant de l'accélérateur utilisé et de l'énergie initiale de l'ion en sortie de l'accélérateur.

Puisque le PGT permet de déduire un décalage distal du parcours à partir de la seule mesure de temps, la conséquence directe de l'utilisation d'ions uniques est que la performance et la sensibilité de la technique ne vont plus dépendre que de la résolution temporelle du système PGT (hodoscope et détecteur gamma). Améliorer la résolution temporelle des détecteurs impliqués dans la mesure se traduit donc, dans ces conditions, par une amélioration de la sensibilité sur le plus petit décalage détectable entre le parcours prescrit et le parcours effectif des ions dans le patient. On peut ainsi également s'affranchir des procédures de calibration mises en place dans [Werner, 2019]. La première preuve de concept de la technique a été apportée par la collaboration CLaRyS au cours de la période de ce travail de thèse. Une expérience a eu lieu en mars 2018 au cyclotron Cyclone 70 ARRONAX (IBA) situé à Saint-Herblain, dans la banlieue de Nantes [Marcatili, 2020]. Deux cibles de PMMA d'épaisseur différentes, séparées d'une épaisseur variable d'air modélisant une hétérogénéité, ont été irradiées avec un faisceau de protons de 68 MeV. Les photons gamma-prompts produits étaient détectés par quatre détecteurs gamma monolithiques rapides  $(2 \times \text{LaBr}_3(\text{Ce}) \text{ et } 2 \times \text{BaF}_2)$  situés de part et d'autre de la cible. Un détecteur diamant monocristallin couplé à des préamplificateurs de courant largebande CIVIDEC C2-HV servait d'hodoscope. L'intensité du faisceau était réduite de manière à avoir une très grande majorité de paquets contenant des protons uniques. La résolution sur le temps-de-vol proton+PG a été estimée en mesurant la différence de temps entre le détecteur diamant et les différents scintillateurs détectant les PG directement émis par l'interaction des protons dans le détecteur diamant. Elle a été mesurée à 101 ps ( $\sigma$ ) entre le détecteur diamant et le scintillateur BaF<sub>2</sub> et à 141 ps ( $\sigma$ ) entre le détecteur diamant et le scintillateur LaBr<sub>3</sub>(Ce). Les résultats de cette étude ont permis de montrer qu'avec une statistique de  $10^8$  ions (soit un seul "gros" spot PBS), une efficacité globale de détection PG de  $1.5 \times 10^{-3}$  et une résolution temporelle de 100 ps ( $\sigma$ ), une variation de l'épaisseur de la cavité d'air de  $\pm 3 \,\mathrm{mm}$  ( $2\sigma$ ) était détectable. On suppose ici que l'efficacité de détection du détecteur diamant pour des protons uniques de  $68 \,\mathrm{MeV}$  est de 100%.

### 1.4.2 Pour l'imagerie Compton

Une résolution temporelle de 100 ps ( $\sigma$ ) permet également d'améliorer l'imagerie Compton pour le Prompt-Gamma Imaging. À l'heure actuelle, la reconstruction d'image en imagerie Compton est réalisée par des algorithmes de reconstruction itératifs de type estimation du maximum de vraisemblance. Bien que ces techniques soient efficaces, elles demandent une puissance et un temps de calcul importants qui ne permettent pas d'obtenir une information en temps réel. D'après le schéma présenté en figure 1.22, si on utilise des faisceaux d'ions uniques, la

présence d'un hodoscope permet de contraindre à seulement deux points les solutions possibles du point d'émission du PG sur la surface du cône Compton pour chaque événement détecté par la caméra dans le cas d'une absorption totale dans l'absorbeur. Si les deux détecteurs ont une résolution spatiale finie, ces deux points deviennent deux volumes. Des simulations Monte-Carlo menées par Jean-Luc Ley lors de sa thèse [Ley, 2015] ont permis d'estimer la distance moyenne entre les deux solutions de la reconstruction ligne-cône, comme le montre la figure 1.24 Gauche. Il est à noter que la valeur moyenne de 147 mm est valable à une distance caméracible de 12,5 cm avec un faisceau de protons de 160 MeV et dans la configuration de la caméra Compton de la collaboration. Étant donné que les ions ont une vitesse grossièrement comprise entre c/2 et c/3 (soit comprise entre 10 et  $15 \,\mathrm{cm} \cdot \mathrm{ns}^{-1}$ ), le temps-de-vol de l'ion entre les deux points donnés par la reconstruction ligne-cône est typiquement de l'ordre de la nanoseconde. En ayant une excellente résolution temporelle sur le temps-de-vol ion+PG, on est alors en mesure de discriminer, via la mesure du temps, le point parmi les deux solutions données par la reconstruction ligne-cône qui correspond au vertex réel du photon gamma-prompt. L'imagerie Compton à très haute résolution temporelle faisant intervenir un hodoscope et des ions uniques doit donc permettre de résoudre la position du vertex PG événement par événement via la reconstruction ligne-cône et la discrimination temporelle sur le temps-de-vol ion+PG. Sous ces conditions, l'imagerie Compton devient un système d'imagerie en temps réel pouvant se passer d'algorithmes de reconstruction itératifs.



FIGURE 1.24 – Gauche : Distribution de la distance moyenne entre les deux solutions données par la reconstruction ligne-cône obtenue par simulation Monte-Carlo de la caméra Compton de la collaboration CLaRyS, avec un faisceau de protons de 160 MeV et une distance caméra-cible de 12,5 cm, d'après [Ley, 2015]. Droite : Résultat de la reconstruction ligne-cône obtenue avec différentes résolutions temporelles entre un hodoscope et une caméra Compton sur le modèle de CLa-RyS mais avec un absorbeur de CeBr<sub>3</sub>, obtenu par simulation Monte-Carlo, d'après le travail de Jayde Livingstone. La zone bleutée représente le volume de la cible de PMMA.

La figure 1.24 Droite met en évidence les résultats du travail de simulation réalisé par Jayde Livingstone. Il montre l'effet de la résolution temporelle du système d'imagerie Compton sur la reconstruction ligne-cône de PG produits par l'irradiation d'une cible de PMMA par des protons uniques de 160 MeV. La caméra Compton simulée reprend la conception de la caméra Compton de CLaRyS en remplaçant les blocs de BGO par des blocs de bromure de cérium CeBr<sub>3</sub>, à même de pouvoir permettre la détection de PG absorbés avec une résolution temporelle de l'ordre de 100 ps ( $\sigma$ ). La figure montre très clairement que si la résolution temporelle s'améliore, l'algorithme reconstruit de plus en plus fidèlement le profil théorique des vertex PG. En particulier, la résolution du *fall-off* de la distribution des vertex tend vers la distribution théorique quand la résolution temporelle s'améliore. Avec une résolution temporelle de 100 ps ( $\sigma$ ) et une statistique de 10<sup>8</sup> protons, la discrimination temporelle de la position du vertex PG permet de diviser par deux la sensibilité à un déplacement du parcours atteignant 2 mm ( $\sigma$ ) dans ce cas.

L'absorbeur de la caméra Compton ne permet pas d'atteindre de telles résolutions temporelles. Pour cette raison, la collaboration CLaRyS travaille avec la société Damavan Imaging qui développe la caméra gamma TEMPORAL basée sur des cristaux monolithiques de CeBr<sub>3</sub> couplés à des photo-multiplicateurs Silicium (SiPM) digitaux [Iltis, 2018]. Cette caméra devrait pouvoir permettre d'atteindre les résolutions temporelles nécessaires pour mettre en application la discrimination temporelle sur la reconstruction ligne-cône. D'autre part, le concept de la caméra doit permettre de déterminer le point d'interaction primaire du photon PG absorbé dans le bloc de CeBr<sub>3</sub> [Iltis, 2018]. Ainsi, la combinaison de ces éléments doit pouvoir permettre de déterminer toute la cinématique de l'ion et du photon gamma-prompt, événement par événement. Un prototype de la caméra TEMPORAL est en cours de test à l'IP2I Lyon.

### 1.5 Conclusions générales du chapitre

La hadronthérapie n'est pas une technique nouvelle mais elle connaît un essor très important ces dernières années. La production, à l'échelle industrielle, d'accélérateurs médicaux a permis son développement. La hadronthérapie représente une alternative très intéressante à la radiothérapie conventionnelle dans certains types de pathologies cancéreuses et situations cliniques. Elle permet une meilleure protection des organes à risque et une meilleure conformation de la délivrance de dose au volume tumoral avec, dans le cas des ions plus lourds que les protons, une efficacité biologique dans le volume tumoral plus importante que la radiothérapie conventionnelle. Toutefois, aujourd'hui encore, la hadronthérapie n'est pas utilisée à son plein potentiel. En particulier, les incertitudes sur le parcours des ions apparaissent pendant la planification et durant les séances de traitement. Du fait de la balistique des ions, ces incertitudes peuvent avoir des effets néfastes sur le patient si elles ne sont pas maîtrisées. La procédure clinique actuelle pour en tenir compte consiste à prévoir des marges de sécurité supplémentaires dédiées à ces incertitudes et certains champs d'irradiation sont évités pour ne pas risquer un surdosage des tissus sains.

Dans ce contexte, différents groupes ont développé des méthodes de vérification en ligne du parcours des ions (notament par détection de particules secondaires) avec pour objectif de pouvoir réduire ces marges de sécurités cliniques et optimiser la délivrance du traitement. Du point de vue clinique, la méthode la plus avancée est la tomographie par émission de positons durant l'irradiation. Toutefois cette technique souffre de divers inconvénients. Une partie de ces contraintes peuvent être évitées en utilisant les propriétés des photons gamma-prompts. Les différentes techniques de vérification basées sur la détection de photons gamma-prompts ont

### 58Problématique du contrôle en ligne du parcours des ions en hadronthérapie

été présentées. Les techniques d'imagerie gamma-prompt permettent de d'obtenir une image directe des vertex d'émission des PG mais s'accompagnent d'une collimation affectant leur efficacité de détection ou d'algorithmes de reconstruction leur empêchant de fournir une information en temps réel sur le parcours des ions.

Les développements de la collaboration CLaRyS pour l'imagerie gamma-prompt ont également été présentés. Une emphase particulière a été mise sur la présence et la fonction d'un hodoscope de faisceau qui constitue l'un des aspects novateurs apportés par la collaboration. Enfin, le rôle et l'impact de l'utilisation conjointe d'une très haute résolution temporelle et d'une opération à très faible intensité ont permis de montrer comment repousser les performances des systèmes de vérification basés sur la détection de photons gamma-prompts.

Afin de pouvoir améliorer les performances des systèmes de détection gamma-prompt, la collaboration prévoit le développement d'un hodoscope de faisceau basé sur des détecteurs diamant synthétiques. Ces détecteurs, réputés rapides et résistants aux radiations, se présentent comme des candidats potentiels intéressants pour la conception d'un hodoscope de faisceau à très haute résolution temporelle. Nous allons maintenant faire un état des lieux des qualités et des performances des détecteurs diamant et présenter comment ceux-ci peuvent répondre au cahier des charges du projet CLaRyS-UFT.

2

## Les détecteurs diamant

### Sommaire

2.1 Le	diamant : un semi-conducteur à grand gap 60				
2.1.1	Propriétés				
2.1.2	Classification				
2.2 Production de diamants synthétiques pour des applications tech-					
nol	ogiques				
2.2.1	Croissance par méthode Haute Pression Haute Température 64				
2.2.2	Croissance par dépôt chimique en phase vapeur				
2.2.3	Qualités cristallines disponibles				
2.3 Le diamant CVD comme détecteur de particules					
2.3.1	Interaction des particules dans la matière				
2.3.2	Principe opératoire d'une chambre d'ionisation solide				
2.3.3	Contacts et interfaces métal/semi-conducteur				
2.4 Technologies innovantes de détecteurs diamant					
2.4.1	Membranes diamant				
2.4.2	Détecteurs 3D				
2.5 Performance des détecteurs diamant pour la détection de particules 87					
2.5.1	Performances spectroscopiques				
2.5.2	Étiquetage temporel ultra-rapide d'ions uniques				
2.5.3	Monitoring des faisceaux d'ions en hadronthérapie				
2.5.4	Autres utilisations des détecteurs diamant en physique médicale 94				
2.6 Hodoscope diamant pour le projet CLaRyS-UFT					
2.6.1	Cahier des charges				
2.6.2	<b>Conception</b>				
2.7 Conclusions générales du chapitre					

Ce chapitre se concentre sur la présentation du diamant et son utilisation comme détecteur de particules. Après une présentation générale de ses propriétés physiques et des méthodes de croissance utilisées pour la production de diamants synthétiques, on abordera son utilisation comme chambre d'ionisation solide. Des technologies récentes et innovantes, pouvant être d'intérêt pour le développement d'un moniteur de faisceau, seront présentées. Un état de l'art des performances des détecteurs diamant pour répondre à la problématique présentée dans le chapitre 1 sera ensuite développé. Enfin, on présentera le projet de développement d'un hodoscope faisceau en diamant par la collaboration CLaRyS, dont ce travail de thèse fait l'objet.

### 2.1 Le diamant : un semi-conducteur à grand gap

### 2.1.1 Propriétés

En théorie le diamant est uniquement composé de carbone (Z = 6). Les propriétés et caractéristiques exceptionnelles du diamant proviennent en grande partie de sa structure cristalline. Celle-ci est dérivée de la structure cubique faces centrées (cfc) et contient également un atome au barycentre du tetrahèdre décrit par la maille élémentaire du cristal, comme le montre la figure 2.1 Gauche. Cette structure est d'ailleurs communément appelée structure "diamant" ou "blende". Les deux atomes de base de la maille sont repérés aux positions (0,0,0) et  $(\frac{1}{4},\frac{1}{4},\frac{1}{4})$ de la maille. Du fait du faible numéro atomique du carbone, le réseau de Bravais du diamant possède un côté de longueur a = 3,567 Å, ce qui implique qu'au sein de la structure diamant la distance minimale entre deux atomes de carbone du réseau est de 1,545 Å. La compacité du diamant est donc minimale (34%) et sa densité atomique est la plus élevée qui soit sur Terre, avec  $1,77 \cdot 10^{23}$  atomes/cm<sup>3</sup>. En résulte une densité de  $3,52 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ .



FIGURE 2.1 – Gauche : [Sze, 2006] structure cristalline du diamant. Droite : [Pomorski, 2008] diagramme de bandes d'énergies calculées du diamant, mettant en évidence les gaps direct et indirect.

Dans la structure "diamant", les atomes de carbone sont tétravalents. Cette propriété provient de la formation d'orbitales  $sp^3$  dans le carbone, résultant de l'hybridation de ses orbitales s et p (le carbone a une structure électronique  $1s^22s^22p^2$ ). La mise en commun des orbitales hybridées  $sp^3$  de deux atomes de carbone voisins permet la formation de liaisons  $\sigma$ , à la base de la liaison covalente entre chaque atome de carbone du réseau. L'énergie de cohésion associée est de 7,24 eV et 3,62 eV/liaison. Chaque atome de carbone est donc lié avec quatre autres atomes de carbone par des liaisons  $\sigma$  avec une distance inter-atomique faible. Il en résulte une structure cristalline extrêmement dense et solide.

Du point de vue quantique, les états d'énergie permis pour les électrons dans le diamant sont structurés en bandes, séparées par des bandes d'énergie interdite. L'équation de Schrödinger stationnaire permet de calculer ces bandes d'énergie :

$$\mathbf{H} |\Psi_k\rangle = E_k |\Psi_k\rangle ,$$

$$\left[-\frac{\hbar^2}{2m}\Delta + V\left(\overrightarrow{r}\right)\right] \Psi_k\left(\overrightarrow{r}\right) = E_k \Psi_k\left(\overrightarrow{r}\right) .$$
(2.1)

Dans le cas d'un cristal infiniment périodique dans l'espace, le potentiel  $V(\vec{r})$  est périodique et décrit par la périodicité du cristal. Le théorème de Bloch permet de résoudre l'équation de Schröndinger dans le cas d'un potentiel périodique. La solution apportée est une base de fonctions d'onde appelées fonctions d'onde de Bloch où chaque fonction d'onde  $\Psi_k(\vec{r})$  est associée à un état propre d'énergie :

$$\Psi_k(\overrightarrow{r}) = e^{i\overrightarrow{k}\cdot\overrightarrow{r}}U_k\left(\overrightarrow{k},\overrightarrow{r}\right) , \qquad (2.2)$$

où  $U_k$  est une fonction périodique décrivant la périodicité du cristal, k permet de différencier les états propres d'un niveau d'énergie  $E_k$  et  $\overrightarrow{k}$  est le vecteur d'onde. Le calcul des bandes obtenues est représenté en figure 2.1 Droite. Les bandes de valence et de conduction du diamant dessinent l'une des caractéristiques du matériau : le maximum de la bande de valence (noté VBM pour *Valence Band Maximum*) n'est pas obtenu pour le même vecteur d'onde que le minimum de la bande de conduction (noté CBM pour *Conduction Band Minimum*). Le diamant est donc caractérisé par un gap direct  $E_{\Gamma} = 7,3 \,\text{eV}$  et un gap indirect  $E_g = 5,47 \,\text{eV}$  qui correspond à la différence d'énergie entre CBM et VBM. Ceci a une implication directe sur la génération du signal par le passage d'une particule ionisante. En appliquant la conservation de l'impulsion, la particule devra communiquer une impulsion supplémentaire au cristal pour pouvoir faire passer un électron de la bande de valence à la bande de conduction. Cette impulsion est transmise sous forme de phonons se propageant dans le cristal (contribution non ionisante). Ce transfert d'énergie non ionisant permet en partie d'expliquer que l'énergie de création de paire électrontrou dans le diamant (13,1 eV) est supérieure à  $E_g$  (5,47 eV).

La proximité des atomes dans le cristal et le recouvrement important des orbitales d'atomes voisins participent à la génération d'un gap aussi important. Selon les applications, le diamant est par ailleurs considéré soit comme un semi-conducteur à grand gap soit comme un isolant. Il en résulte également une énergie de déplacement <sup>1</sup> très élevée (43 eV) expliquant la très grande résistance aux radiations du diamant. Il est également une excellent conducteur thermique, avec

 $<sup>^1</sup>$   $\,$  Énergie à fournir pour déplacer un atome du cristal de sa position

une conductivité thermique de  $2000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  (table 2.1). Il peut également être soumis à des champs électriques très importants grâce à sa rigidité diélectrique de  $10^7 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1}$ . Le diamant possède également une très grande résistivité (>  $10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ ), ce qui permet de produire des détecteurs avec un courant de fuite très faible à température ambiante (typiquement de l'ordre du pA).

TABLE 2.1 – Comparaison des propriétés physiques mises en jeu dans la détection de particules<br/>de différents matériaux semi-conducteurs à 300 K. Données extraites de [Pomorski,<br/>2008].

Propriété	Diamant	Si	Ge	4H-SiC
Gap [ eV ]	5,47	1,12	0,67	3,26
Résistivité [ $\Omega \cdot cm$ ]	$> 10^{13}$	$2,3 \cdot 10^{5}$	50	$> 10^5$
Rigidité diélectrique [ $V \cdot cm^{-1}$ ]	107	$3 \cdot 10^5$	$10^{5}$	$5\cdot 10^6$
Mobilité des électrons [ $cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ ]	2000*	1350	3900	1000
Mobilité des trous [ $cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ ]	2300**	480	1900	115
Durée de vie des électrons [ ns ]	$10^{-1} - 10^3$	$> 10^{6}$	$> 10^{6}$	500
Durée de vie des trous [ ns ]	$10^{-1} - 10^3$	$10^{6}$	$2 \cdot 10^{6}$	700
Vitesse de saturation $[ \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1} ]$	107	$1 \cdot 10^{7}$	$6 \cdot 10^{6}$	$3,3\cdot 10^6$
Densité [ $\mathbf{g} \cdot \mathbf{cm}^{-3}$ ]	3,517	2,33	5,33	3,21
Numéro atomique moyen	6	14	32	10
Constante diélectrique	5,72	11,9	16	9,7
Énergie de déplacement [ eV ]	43	13 - 20	28	20 - 35
Conductivité thermique [ $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ]	2000	150	60,2	370
Énergie de création	$13,1^{\dagger}$	3,62	2,96	7,8
de paire électron/trou [ eV ]				
Nombre de paires électrons-trous	36	89	249	51
par MIP et par µm				
Longueur de radiation [ cm ]	12,2	9,36	2,3	8,7

\* Valeur fréquente. Les mesures fluctuent entre 1900 et 4500

 $\ast\ast$  Valeur fréquente. Les mesures fluctuent entre 1800 et 3800

 $^\dagger$  Valeur prédominante. Les mesures fluctuent entre 11.6 et 16

La table 2.1 permet de comparer les propriétés de différents matériaux semi-conducteurs. Le diamant présente enfin un fort intérêt pour le développement de détecteurs rapides. La mobilité et la vitesse de saturation de ses porteurs de charges sont parmi les plus élevées des semi-conducteurs et présentent l'intérêt d'être relativement proches pour les électrons et les trous. Les valeurs mesurées de mobilités se situent généralement autour de  $2000 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ , bien que des mobilités de  $3800 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $4500 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  (trous et électrons respectivement) aient pu être mesurées sur un échantillon synthétique ultra-pur [Isberg, 2002]. De plus, la constante diélectrique du diamant est relativement faible (5,72). Ceci permet aux détecteurs diamant de présenter une capacité très faible en comparaison avec les autres semi-conducteurs (à une géométrie de détecteur donnée), et ainsi permettre des mesures de temps très rapides.

### 2.1.2 Classification

La classification actuellement utilisée pour qualifier les diamants provient à l'origine de la nécessité pour les gemmologues de pouvoir catégoriser les diamants sans couleur. Parmi les diamants sans couleur, il a été remarqué que certains échantillons absorbaient les rayonnements infra-rouge et ultra-violet alors que d'autres y étaient transparents. Cette propriété a été reliée plus tard à la présence ou non d'azote dans les cristaux. On a alors qualifié les diamants en fonction de leur concentration en azote (figure 2.2). Les échantillons avant une quantité d'azote détectable en spectroscopie d'absorption infra-rouge sont identifiés comme étant des diamants de type I. Les diamants avec une concentration d'azote en dessous du seuil de sensibilité en spectroscopie infra-rouge sont des diamants de type II. Au sein des diamants de type I, l'azote est le contaminant majoritaire. S'il est présent dans le cristal sous forme d'agrégats, le diamant est dit de type Ia alors que s'il est présent sous formes d'atomes isolés, le diamant est dit de type Ib. Dans les diamants de type II, on distingue aussi deux catégories : les diamants de type IIa et IIb. Les diamants de type IIa sont les diamants se rapprochant le plus d'un diamant parfaitement pur. L'azote reste l'impureté majoritaire mais sa concentration est très faible. Les diamants de type IIb démontrent une contamination au bore dans une concentration supérieure à celle de l'azote.



FIGURE 2.2 – Classification des diamants en fonction de leurs concentrations de défauts. Adapté de [Breeding, 2009].

Les échantillons de diamant synthétiques utilisés pour le développement de détecteurs de particules sont dans la très grande majorité des cas des diamants de type IIa. En effet, le bore et l'azote sont des pièges de charges et constituent la principale nuisance au fonctionnement des détecteurs. Ils permettent l'établissement d'une charge d'espace et d'un effet de polarisation susceptibles de sévèrement dégrader la réponse des détecteurs. Leur impact sur la réponse du détecteur est abordée en section 2.3.2.2.

En plus de cette classification, une nomenclature supplémentaire a été introduite par la société De Beers, principal fournisseur de diamants synthétiques. Elle se base sur le secteur d'utilisation des échantillons de diamant. Ainsi, on distingue les diamants de grades mécanique, thermique, optique, électronique et électro-chimique<sup>1</sup>. Le grade électronique correspond à des diamants de type IIa avec des concentrations de bore et d'azote très faibles. Pour un diamant monocristallin de grade électronique, [N] < 5 ppb (typiquement entre 0,1 et 1 ppb) et [B] < 0,5 ppb. Pour un diamant polycristallin de grade électronique, [N] < 50 ppb et [B] < 0,5 ppb. Les échantillons utilisés pour la détection de particules sont donc généralement des diamants de grade électronique, parfois dénommé grade "détecteur" dans ce cas.

# 2.2 Production de diamants synthétiques pour des applications technologiques

### 2.2.1 Croissance par méthode Haute Pression Haute Température

Le carbone est présent à plus de 99% sous forme graphitique à l'état naturel et le graphite est l'allotrope stable du carbone à pression et température ambiantes. Le diagramme de phase du carbone est présenté en figure 2.3. Les diamants présents naturellement sur Terre sont produits profondément dans le sol où les conditions de pression et de température permettent leur formation.

La première approche pour la production de diamants synthétiques a donc été basée sur la reproduction de ses conditions de température et de pression. La méthode Haute-Pression Haute-Température (HPHT) est basée sur ce concept. Concrètement, une source de carbone ultra-pure est encapsulée dans une presse hydraulique composée d'un moule et de pistons de compression riches en carbone. La source est elle-même composée d'un mélange de carbone ultra-pur solubilisé dans un solvant métallique (généralement Fe, Co ou Ni) déposé sur des germes en diamant de très haute qualité servant de base pour la formation du cristal. Le solvant métallique est utilisé comme catalyseur (*catalyst* en anglais, voir figure 2.3) : sa présence dans le mélange permet d'abaisser les conditions de pression et de température nécessaires à la formation du cristal. La croissance de diamant par méthode HPHT catalytique fait intervenir des pressions de 5 – 6 GPa et des températures comprises entre 1500 et 2500 K.

Bien que la méthode permette aujourd'hui de produire des diamants de toutes qualités (Ia, Ib, IIa et IIb), de grande taille  $(10 \times 10 \text{ mm}^2)$  et d'une importante épaisseur (> 500 µm), les diamants HPHT présentent plusieurs défauts rendant leur utilisation limitée pour la détection de rayonnements et les applications électroniques. Les diamants HPHT souffrent généralement d'une contamination à l'azote relativement importante (quelques ppm) due à l'encapsulation

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> The Element 6 CVD Diamond Handbook : https://e6-prd-cdn-01.azureedge.net/mediacontainer/ medialibraries/element6/documents/brochures/cvd-diamond-handbook\_digital\_01-07-20.pdf? ext=.pdf



FIGURE 2.3 – Diagramme de phase du carbone, mettant en évidence les paramètres de pression et de température utilisés dans les différentes méthodes de croissance de diamants synthétiques. D'après [Dobrzhinetskaya, 2012].

réalisée à l'air. Les espèces métalliques du solvant peuvent aussi être piégées dans le cristal pendant le processus de croissance, même si des espèces comme le cuivre ou l'argent sont ajoutées au mélange pour limiter la formation de liaison carbure entre les atomes de carbone et les atomes métalliques du solvant. Enfin, les diamants HPHT disponibles dans le commerce sont multi-sectoriels (composés de secteurs correspondant à des plans cristallographiques d'orientation différente) et les performances de l'échantillon dépendront de l'endroit où la particule interagit. Pour ces raisons, les diamants HPHT n'ont pas été retenus pour le développement de l'hodoscope dont cette thèse fait l'objet.

Il convient toutefois de souligner que des détecteurs basés sur du diamant HPHT sont étudiés et que ceux-ci peuvent atteindre, selon les échantillons et le secteur testé, des performances comparables aux diamants produits par dépôt chimique en phase vapeur [Chernykh, 2020].

### 2.2.2 Croissance par dépôt chimique en phase vapeur

L'autre méthode généralement utilisée pour la production de diamants synthétiques est le dépôt chimique en phase vapeur (ou CVD pour *Chemical Vapor Deposition* en anglais) [Kasu, 2016]. Les méthodes CVD permettent de produire des diamants synthétiques en dehors des conditions de température et de pression délimitées dans la figure 2.3, à de faibles pressions et à des températures comprises entre 500 et 1400 K. Elles reposent sur l'activation d'espèces carbonées gazeuses (généralement du méthane,  $CH_4$ ) diluées dans du dihydrogène ( $H_2$ ) en excès. Les auteurs de [Schwander, 2011] présentent les différentes méthodes utilisées. Aujourd'hui, l'une des plus utilisées est le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-onde.

Dans ce cas, le mélange gazeux est porté à l'état de plasma par une source d'excitation microonde (figure 2.4). Le méthane représente ici la source d'atomes de carbone utilisés pour la croissance du diamant alors que le dihydrogène remplit plusieurs fonctions clés dans le procédé. L'activation du plasma permet la dissociation du dihydrogène en hydrogène atomique. L'hydrogène réagit alors ensuite avec le méthane pour produire des radicaux méthyle (CH<sub>3</sub>). Ces radicaux méthyle peuvent ensuite être adsorbés à la surface d'un substrat (ou germe), servant de support de base à la croissance du diamant. Les radicaux hydrogène interagissent avec les terminaisons hydrogène à la surface du diamant en les activant pour permettre de générer des liaisons avec d'autres groupements méthyle libres. Ils permettent donc également de combler les liaisons terminales à la surface du diamant pour maintenir son hybridation  $sp^3$ . Enfin, l'hydrogène permet de graver et supprimer la formation de graphite à la surface du diamant ainsi que de supprimer la formation de radicaux méthylène (CH<sub>2</sub>), hybridés  $sp^2$ .



FIGURE 2.4 – Gauche : schéma de principe d'un réacteur pour le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-ondes de diamants synthétiques [Eaton-Magaña, 2012]. Droite : schéma de principe du procédé d'épitaxie de diamant par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-onde [Kasu, 2016].

La formation du diamant se fait donc par adsorption successive de radicaux méthyle à la surface du germe. Ces groupements sont ensuite libérés d'un ou plusieurs atomes d'hydrogène permettant ainsi l'adsorption d'autres radicaux. Les radicaux hydrogène permettent de maintenir l'hybridation  $sp^3$  du carbone, essentielle à la formation de diamant, et activent les espèces permettant ainsi la formation de liaisons C-C.

Par rapport à la méthode HPHT, les principaux avantages des méthodes CVD sont qu'elles permettent de faire croître des surfaces beaucoup plus importantes de diamant et qu'elles permettent un meilleur contrôle de la contamination du cristal par des défauts extrinsèques. La concentration de ces défauts dans le diamant dépend essentiellement de leur concentration dans les gaz apportés pour la croissance (CH<sub>4</sub> et H<sub>2</sub>), le vide étant réalisé dans le réacteur avant l'injection des dits-gaz. Les vitesses de croissance s'évaluent en  $\mu$ m/h. La nature et la qualité du substrat utilisé aura par ailleurs une grande importance sur la qualité du diamant produit. Les diamants CVD sont aujourd'hui utilisés dans de nombreux domaines d'application. Les auteurs de [Balmer, 2009, Nemanich, 2014] en font une revue. Les diamants utilisés pour réaliser des détecteurs de particules sont dans l'immense majorité des cas des diamants CVD. À ce jour, trois qualités cristallines distinctes produites par CVD sont développées et utilisées pour la conception de détecteurs.

### 2.2.3 Qualités cristallines disponibles

### 2.2.3.1 Diamant monocristallin

Les diamants monocristallins CVD (en anglais single-crystal, noté sCVD ou sc-CVD) sont des diamants faits d'un seul cristal homogène, selon une orientation cristallographique précise (généralement  $\langle 100 \rangle$  pour les détecteurs). Les échantillons monocristallins utilisés pour la détection de particules sont caractérisés par des concentrations d'impuretés extrinsèques très faibles ( $[N] \leq 1$  ppb et [B] < 0.5 ppb). Ils sont produits par homoépitaxie : le germe utilisé est généralement un diamant monocristallin ultra-pur produit par méthode HPHT. À l'heure actuelle, ils continuent de constituer les seuls diamants permettant la conception de détecteurs présentant des capacités spectroscopiques comparables au silicium (voir figure 2.19). Ils sont commercialement disponibles pour des surfaces sensibles allant jusqu'à  $4.5 \times 4,5$  mm<sup>2</sup>. Leur petite taille constitue, conjointement avec leur prix très élevé, la principale limite à leur utilisation. Plusieurs groupes ont pour objectif de développer des méthodes de croissance permettant la production de diamants monocristallins de grande taille (> 10 × 10 mm<sup>2</sup>) [Tallaire, 2013].

### 2.2.3.2 Diamant polycristallin

Les diamants polycristallins CVD (en anglais *polycrystalline*, noté pCVD ou pc-CVD) sont eux produits par hétéroépitaxie. L'utilisation de substrats de nature chimique différente du diamant permet notamment de produire des échantillons de taille beaucoup plus importante (jusqu'à  $120 \times 120 \text{ mm}^2$ ). Ils sont commercialement disponibles chez différents producteurs à un prix par unité de surface très inférieur aux diamants sCVD. La croissance par hétéroépitaxie sur substrat de silicium nécessite le dépôt de cristallites<sup>1</sup> de diamant à sa surface. Ces cristallites vont servir de base à la croissance du diamant. En croissant, les cristallites vont coalescer pour former une couche de diamant. La formation de cette couche primaire issue de cristallites entraîne la croissance du diamant polycristallin selon une structure en colonnes, comme illustré en figure 2.5. L'interface entre les colonnes voisines forme des joints de grain. Ces structures sont en grande partie à l'origine des performances inférieures des diamants pCVD en comparaison avec les diamant sCVD. Ils sont composés de carbone amorphe ou de graphite ainsi que de défauts structuraux. D'autre part, les diamants pCVD connaissent généralement une contamination à l'azote plus importante ([N] < 50 ppb).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Germes monocristallins de taille microscopique et d'orientation aléatoire servant de base à la croissance des différents grains constitutifs des diamants polycristallins.



FIGURE 2.5 – Section d'un diamant polycristallin crû sur un substrat de silicium, observé par microscopie électronique à balayage. Le cliché permet d'observer clairement la structure colonnaire des cristaux. Sur la figure, le substrat de silicium se trouve en bas et le diamant croît vers le haut. Extrait de [Vaissière, 2014].

### 2.2.3.3 Diamant hétéroépitaxié sur substrat d'iridium

Au cours des vingt dernières années, deux groupes ont intensivement investigué et développé l'hétéroépitaxie du diamant sur substrat d'iridium [Ohtsuka, 1996, Schreck, 1999]. L'objectif de l'hétéroépitaxie sur iridium est, à terme, de permettre la croissance de diamants de grande taille avec des propriétés électroniques tendant vers celles des diamants sCVD. Les diamantssur-iridium (en anglais *Diamond-On-Iridium*, noté DOI) voient encore aujourd'hui les propriétés électroniques fortement impactées par les importantes densités de dislocations présentes dans la structure des échantillons. Dans le cadre d'une collaboration entre le centre de recherche allemand sur les ions lourds GSI (Gesellschaft für Schwerionenforschung) et l'Université d'Augsburg (équipe de Matthias Schreck), le développement et la caractérisation de détecteurs diamant basés sur des DOI ont pu être réalisés. Les auteurs de Berdermann, 2019 présentent une revue des résultats qui ont été obtenus au cours de ce travail. Il en ressort que s'il existe encore une grande disparité dans la qualité des échantillons produits, certains détecteurs DOI présentent une qualité de réponse comparable à celle des détecteurs monocristallins. Il ressort également que dans les détecteurs DOI, si le transport des trous est réalisé avec une très haute qualité, le transport des électrons est lui sévèrement détérioré. La cause de cette détérioration du signal d'électrons est encore aujourd'hui inexpliquée.

### 2.3 Le diamant CVD comme détecteur de particules

### 2.3.1 Interaction des particules dans la matière

La génération d'un signal exploitable dans un détecteur de particules résulte nécessairement d'une ionisation causée, de manière directe ou indirecte, dans le détecteur par la particule incidente. En fonction du type de particules que l'on cherche à détecter, différents phénomènes physiques sont mis en jeu. Cette sous-section se propose de présenter et rappeler l'essentiel des phénomènes générant un signal dans un détecteur en fonction du type de particules et de leur énergie. Des ouvrages de références fournissent une description plus détaillée [Leo, 1994, Knoll, 2010].

#### 2.3.1.1 Interaction des photons

Les photons sont des particules électriquement neutres. Leur interaction dans un détecteur de particules est donc fondamentalement aléatoire mais varie en fonction du milieu d'interaction et de leur énergie. En conséquence, le dépôt d'énergie est indirect, étant donné que celui-ci sera réalisé par la particule chargée (en général l'électron) qui va absorber tout ou partie de l'énergie du photon. La probabilité d'interaction des photons dans un milieu est liée à son coefficient d'atténuation massique  $\mu$  (généralement exprimé en cm<sup>2</sup> · g<sup>-1</sup>), lui-même proportionnel à la section efficace d'interaction. Le nombre de photons N(x) issus d'une population initiale de photons  $N_0$  traversant une épaisseur x de matière, caractérisée par une densité  $\rho$  et un coefficient d'atténuation massique  $\mu$ , est donnée par la loi de Beer-Lambert :

$$N(x) = N_0 e^{-\rho\mu x} \,. \tag{2.3}$$

Le nombre de photons  $N_{int}(x)$  ayant interagi dans le détecteur est donc :

$$N_{int}(x) = N_0 - N(x) = N_0 \left(1 - e^{-\rho\mu x}\right).$$
(2.4)

En fonction de l'énergie des photons et du numéro atomique du milieu traversé, divers types d'interaction vont avoir lieu dans le diamant :

- Diffusion Rayleigh : significative seulement à basse énergie (< 20 keV), celle-ci correspond à la diffusion élastique d'un photon sur l'ensemble du cortège électronique d'un atome. Le photon diffusé ne cède donc pas d'énergie à l'électron. La probabilité d'occurrence relative de la diffusion Rayleigh est liée au coefficient d'interaction  $\mu_R$ . Cet effet ne génère pas de signal détectable dans le détecteur diamant.
- Effet photoélectrique : effet dominant à basse énergie, il correspond à l'absorption d'un photon d'énergie  $h\nu$  par un électron lié à l'atome par une énergie de liaison  $E_b$ . Ceci cause l'ionisation de l'atome, l'électron étant éjecté avec une énergie  $E_{e^-} = h\nu - E_b$ . Il est décrit par le coefficient  $\mu_{pe}$ , avec  $\mu_{pe} \propto Z^5 (h\nu)^{-3,3}$  dans le diamant, Z étant ici le numéro atomique.
- **Diffusion Compton** : effet dominant et prépondérant aux énergies moyennes à hautes (dominant de 30 keV à 20 MeV dans le diamant, voir figure 2.6), il correspond à la diffusion inélastique d'un photon qui va céder une partie de son énergie  $h\nu$  à un électron qui va être éjecté de l'atome en transportant une énergie  $E_{e^-}$ . Le photon résiduel, d'énergie  $h\nu'$ , est dévié d'un angle  $\theta$  par rapport à la direction du photon incident. Les énergies du photon résiduel et de l'électron libre sont données par les expressions :

$$h\nu' = \frac{h\nu}{1 + \frac{h\nu}{m_e c^2} (1 - \cos\theta)},$$
 (2.5)

$$E_{e^{-}} = h\nu - h\nu' = h\nu \frac{\frac{h\nu}{m_e c^2} (1 - \cos \theta)}{1 + \frac{h\nu}{m_e c^2} (1 - \cos \theta)}.$$
 (2.6)

La probabilité d'occurrence relative de l'effet Compton est liée au coefficient  $\mu_C \propto Z/h\nu$ (à basse énergie).

- Création de paire : phénomène prédominant à haute énergie (>30 MeV) et quasiexclusif à très haute énergie, il correspond à la matérialisation d'un photon en paire électron-positon. Ce phénomène se produit au voisinage du noyau avec une énergie seuil de 1,022 MeV correspondant à la somme des énergies de masse de l'électron et du positon. La matérialisation de la paire peut également se produire au voisinage d'un électron avec une énergie seuil de 2,044 MeV. L'énergie résiduelle est partagée entre l'électron et le positon. Le coefficient de création de paire  $\mu_{cp}$  croît continûment avec l'énergie du photon.

Le coefficient d'atténuation massique total  $\mu$  est donc la somme des termes  $\mu_i$  des différents phénomènes :

$$\mu = \mu_R + \mu_{pe} + \mu_C + \mu_{cp} \,. \tag{2.7}$$

La figure 2.6 représente le coefficient d'atténuation des photons, donné par le produit  $\rho\mu$ , dans le diamant en fonction de l'énergie du photon (données extraites de l'application XCOM du NIST<sup>1</sup>).



FIGURE 2.6 – Coefficient d'atténuation des photons dans le diamant en fonction de leur énergie et des phénomènes physiques impliqués. Données extraites du l'application XCOM du NIST.

À une énergie donnée, le rapport  $\mu_i/\mu$  donne la probabilité relative d'occurrence d'un phénomène. Ainsi, pour des photons de 8,53 keV, les proportions de phénomènes d'interactions des photons dans le diamant sont les suivantes : 91,4% d'effet photoélectrique, 5,2% de diffusion Rayleigh et 3,4% de diffusion Compton.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html

### 2.3.1.2 Interaction des particules chargées lourdes

Les particules chargées lourdes (comprenant les ions utilisés en hadronthérapie) sont soumises à l'interaction coulombienne. De ce fait, lorsqu'un ion arrive dans le détecteur diamant, il est soumis à de multiples interactions simultanées avec les électrons des atomes se trouvant à proximité, ainsi que leurs noyaux. Aux énergies de la hadronthérapie, la perte d'énergie des ions dans le diamant se fait donc quasi-exclusivement par interaction avec les électrons. Les deux modes de transfert d'énergie sont l'excitation et l'ionisation. L'excitation consiste en un transfert d'énergie suffisant pour que l'électron passe à un niveau de plus haute énergie tout en restant lié à l'atome. L'ionisation correspond à un transfert d'énergie suffisant pour libérer l'électron de l'atome. Le rapport des masses entre l'ion et l'électron est donné par  $A_{ion} \frac{uma}{m_e c^2} = A_{ion} \times 1.8 \cdot 10^3$ , avec A<sub>ion</sub> le nombre de masse de l'ion. En conséquence, la perte d'énergie de l'ion par interaction est faible et ce dernier perd continûment de l'énergie au fur et à mesure qu'il se déplace dans le détecteur. Dans la majorité des ionisations, l'énergie communiquée à l'électron est suffisante pour qu'il ionise lui-même d'autres atomes du milieu (électrons  $\delta$ ). La perte d'énergie des particules chargées par unité de longueur, appelée pouvoir d'arrêt, notée dE/dx et exprimée par exemple en MeV  $\cdot$  cm<sup>-1</sup>, dépend de la vitesse du projectile. Son expression a été développée par Hans Bethe [Bethe, 1930] et complétée par Felix Bloch [Bloch, 1933] et prend la forme  $suivante^{1}$ :

$$-\frac{dE}{dx} = 2\pi N_A r_e^2 m_e c^2 \cdot \frac{\rho Z}{A} \cdot \frac{z^2}{\beta^2} \cdot \left[ \ln\left(\frac{2m_e c^2 \beta^2 \gamma^2 W_{max}}{I^2}\right) - 2\beta^2 - \delta - 2\frac{C}{Z} \right], \qquad (2.8)$$

où le facteur  $2\pi N_a r_e^2 m_e c^2 = 0.1535 \,\mathrm{MeV} \cdot \mathrm{cm}^2 \cdot \mathrm{g}^{-1}$  est une **constante** avec :

- $N_A$  le nombre d'Avogadro  $(6,022 \cdot 10^{23} \text{mol}^{-1})$ ,
- $r_e$  le rayon classique de l'électron <sup>2</sup> (2,817 · 10<sup>-13</sup> cm),
- $-m_e$  la masse de l'électron,
- -c la vitesse de la lumière,

le terme  $\rho Z/A$  caractérise le **matériau cible** avec :

- $-\rho$  sa masse volumique,
- Z son numéro atomique,
- A son nombre de masse,

le terme  $z^2/\beta^2$  caractérise la **particule projectile** avec :

- z sa charge (en unités de la charge élémentaire),

—  $\beta = v/c$  et v sa vitesse.

De plus, on a :

 $-\gamma = 1/\sqrt{1-\beta^2},$ 

- I le potentiel d'excitation moyen du matériau cible,
- $\delta$  le terme correctif de densité (pour les très hautes énergies),
- -C le terme correctif de couche (pour les très faibles énergies).

Enfin,  $W_{max}$  est l'énergie maximale transférable à un électron par le projectile de masse M (lors d'une collision frontale) et s'exprime :

 $<sup>^1</sup>$   $\,$  dans le régime où la vitesse de l'ion est grande par rapport à la vitesse moyenne des électrons du milieu

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>  $r_e = \alpha^2 a_0$  où  $\alpha = e^2/(4\pi\varepsilon_0\hbar c)$  est la constante de structure fine et  $a_0 = 4\pi\varepsilon_0\hbar^2/(m_ec^2)$  est le rayon de Bohr
$$W_{max} = \frac{2m_e c^2 \beta^2 \gamma^2}{1 + 2\frac{m_e}{M}\sqrt{1 + \beta^2 \gamma^2} + \left(\frac{m_e}{M}\right)^2} \,. \tag{2.9}$$

Il est à noter que l'on trouve souvent le pouvoir d'arrêt exprimé en pouvoir d'arrêt massique, noté  $(1/\rho)(dE/dx)$  et exprimé en MeV  $\cdot$  cm<sup>2</sup>  $\cdot$  g<sup>-1</sup>. Dans la gamme d'énergie de la hadronthérapie, les termes correctifs  $\delta$  et C peuvent être négligés. À un milieu cible donné (ici le diamant), le pouvoir d'arrêt ne dépend plus que de la vitesse ( $\beta$ ) de l'ion et de sa charge z. Déterminer le dépôt d'énergie des ions dans le détecteur consiste à intégrer le pouvoir d'arrêt sur l'épaisseur d du détecteur :

$$\Delta E = -\int_0^d \left(\frac{dE}{dx}\right) dx \tag{2.10}$$

Dans les faits, l'estimation du dépôt d'énergie se fait soit par mesure directe, soit par méthode numérique. Les méthodes Monte-Carlo sont très fréquemment utilisées pour estimer ce dépôt d'énergie. Le programme *Stopping and Range of Ions in Matter* (SRIM<sup>1</sup>) [Ziegler, 2010] peut être utilisé à ces fins. La figure 2.7 représente la variation du pouvoir d'arrêt des protons et des ions carbone dans le diamant, en fonction de l'énergie de l'ion considéré. Sur chaque graphe, des bornes correspondant aux gammes d'énergie des protons et des ions carbone utilisées en hadronthérapie sont mises en évidence.



FIGURE 2.7 – Gauche : pouvoir d'arrêt des protons dans le diamant en fonction de leur énergie. Droite : pouvoir d'arrêt des ions carbone dans le diamant en fonction de leur énergie. Les gammes d'énergie des deux ions en hadronthérapie sont mises en évidence. Données obtenues via le programme SRIM.

Dans cette gamme d'énergie, le pouvoir d'arrêt des ions décroît avec l'énergie de l'ion. La figure 2.7 met en évidence la dépendance en  $z^2/v^2$  du dépôt d'énergie  $\Delta E$ . Lorsqu'un ion traverse un milieu, son énergie est maximale à l'entrée dans le milieu. Au fur et à mesure qu'il traverse le milieu, son énergie diminue et sa perte d'énergie par unité de longueur augmente.

SRIM permet également de donner le dépôt d'énergie dans une épaisseur donnée de matériau en réalisant une simulation Monte-Carlo, ion par ion. La figure 2.8 représente l'évolution du dépôt d'énergie dans des détecteurs diamant de différentes épaisseurs (50, 150, 250, 350, 450 et 550 µm), en fonction de l'énergie de l'ion considéré (Droite : protons et Gauche : ions carbone). La gamme d'énergie pour les protons est [70; 250] MeV et celle des ions carbone est [80; 400] MeV · u<sup>-1</sup>. Dans les deux cas, les courbes noires représentent le dépôt d'énergie moyen obtenu pour 10<sup>4</sup> ions (pour chaque couple épaisseur-énergie). Les bandes de couleur représentent la pleine largeur à mi-hauteur des distributions de dépôt d'énergie données par la simulation. La charge  $Q_{gen}$  correspondante générée dans le détecteur est obtenue grâce à l'expression :

$$Q_{gen} = \frac{\Delta E}{\varepsilon_{e/h}} \times e \,, \tag{2.11}$$

avec  $\varepsilon_{e/h}$  l'énergie moyenne de création de paire électron/trou dans le diamant (13 eV) et *e* la charge élémentaire (1,602 · 10<sup>-19</sup> C). Cette charge correspond également à la charge collectée par le détecteur si celui-ci a une efficacité de collecte de charges de 100% et que les potentiels phénomènes d'atténuation du transport des charges dans le diamant (recombinaison, effet de polarisation etc.) sont négligés.



FIGURE 2.8 – Gauche : dépôt d'énergie des protons dans le diamant en fonction de leur énergie, pour des diamants de différentes épaisseurs. Droite : dépôt d'énergie des ions carbone dans le diamant en fonction de leur énergie, pour des diamants de différentes épaisseurs. Données obtenues par simulation Monte-Carlo avec le programme SRIM. Les bandes de couleur représentent la pleine largeur à mi-hauteur des distributions de dépôt d'énergie (pour chaque couple épaisseur-énergie).

La figure 2.8 renseigne sur la quantité de charges générées par le passage d'un ion unique dans le détecteur. En utilisant l'équation 2.11, on obtient alors une information sur le signal primaire généré dans le détecteur, ce qui constitue une information importante pour la définition du cahier des charges de l'électronique associée à l'hodoscope.

#### 2.3.1.3 Interaction des électrons

Tout comme les ions, les électrons sont des particules chargées. Ils sont donc également soumis à l'interaction coulombienne. Toutefois, leur masse est plus de 1800 fois plus faible que celle du proton et ce sont les mêmes particules que celles avec lesquelles ils vont interagir dans le milieu. Ces deux éléments ont pour conséquence directe que chaque interaction d'un électron projectile mettra en jeu un transfert d'énergie représentant une fraction beaucoup plus importante de son énergie à l'électron cible. La propagation des électrons projectiles se fait donc de manière beaucoup moins rectiligne que les ions, les électrons étant déviés bien plus facilement lors de collisions avec des électrons cibles. À très haute énergie, les électrons sont également susceptibles de perdre de l'énergie par rayonnement électromagnétique au voisinage d'un noyau cible et l'émission de rayonnement de freinage qui en résulte (*Bremsstrahlung*). Pour toute énergie, la perte d'énergie des électrons dans la matière  $(dE/dx)_{tot}$  est donc la somme des pouvoirs d'arrêt collisionnel  $(dE/dx)_{coll}$  et radiatif  $(dE/dx)_{rad}$  (*Bremsstrahlung*) :

$$\left(\frac{dE}{dx}\right)_{tot} = \left(\frac{dE}{dx}\right)_{coll} + \left(\frac{dE}{dx}\right)_{rad}, \qquad (2.12)$$

Au cours de cette thèse, nous n'avons jamais irradié les détecteurs avec des électrons de plus de 2,28 MeV. Pour des énergies inférieures à cette valeur dans le diamant, le terme radiatif est négligeable et la perte d'énergie se fait par collisions. Pour les électrons, le pouvoir d'arrêt collisionnel est donné par l'équation 2.13 :

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right)_{coll} = \left(\frac{1}{4\pi\varepsilon_0}\right)^2 \frac{2\pi e^4 N_A Z\rho}{m_e c^2 \beta^2 A} \cdot \left[\ln\left(\frac{(\gamma-1)\left(m_e c^2\right)^2 \beta^2 \gamma^2}{2I^2}\right) - \ln\left(2\right) \cdot \left(2\sqrt{1-\beta^2} - 1 + \beta^2\right) + (1-\beta^2) + \frac{1}{8}\left(1 - \sqrt{1-\beta^2}\right)^2\right]$$
(2.13)

Les termes utilisés dans cette équation sont les mêmes que pour l'équation 2.8. La charge du projectile étant ici fixée à -1, la perte d'énergie par unité de longueur dans le diamant dépend uniquement de la vitesse de l'électron. La figure 2.9 représente la variation du pouvoir d'arrêt des électrons dans le diamant (données extraites de l'application ESTAR du NIST<sup>1</sup>).



FIGURE 2.9 – Pouvoir d'arrêt massique des électrons dans le carbone. Données extraites de l'application ESTAR du NIST.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> https://physics.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR.html

Comme le montre la figure 2.9, à basse énergie, la perte d'énergie des électrons est exclusivement due aux collisions. Le pouvoir d'arrêt décroît jusqu'à atteindre un minimum, appelé minimum d'ionisation. Toute particule ayant une perte d'énergie autour du minimum d'ionisation est appelée MIP (pour *Minimum Ionizing Particle* en anglais). Au-delà du minimum d'ionisation, le terme collisionnel augmente certes à cause du terme relativiste  $\delta$  mais peut-être considéré relativement constant sur une grande gamme d'énergie. Le terme radiatif devient de plus en plus prédominant. L'énergie pour laquelle on a  $(dE/dx)_{coll} = (dE/dx)_{rad}$  est appelée énergie critique ( $\simeq 100$  MeV dans le diamant).

Pour des détecteurs minces (comme c'est le cas présent), les électrons peuvent être considérés comme des MIP au-delà du minimum d'ionisation. En effet, à plus haute énergie, la perte d'énergie par collisions croît peu, et les photons pouvant être générés par du rayonnement de freinage ont un énergie suffisante pour sortir du volume du détecteur sans avoir interagi. Le dépôt d'énergie réel dans le détecteur reste donc dominé par le terme collisionnel qui est à peu près constant. Il en résulte que si l'on connaît la perte d'énergie par unité de longueur des MIP  $(dE/dx)_{MIP}$  dans un diamant de faible épaisseur d, le dépôt d'énergie  $\Delta E_{MIP}$  s'obtient facilement comme ci-dessous :

$$\Delta E_{MIP} = d \cdot \left(\frac{dE}{dx}\right)_{MIP} = d \cdot \varepsilon_{e/h} \cdot \varepsilon_{MIP} , \qquad (2.14)$$

avec  $\varepsilon_{e/h}$  l'énergie moyenne de création de paire électron-trou  $(13 \text{ eV}/e^-)$  et  $\varepsilon_{MIP}$  le nombre de paires électron-trou créées par unité de longueur dans le diamant par un MIP de charge  $\pm 1$  (36  $e^-/\mu m$ ). Lorsque la perte d'énergie du projectile est très faible dans le détecteur (typiquement un MIP traversant un détecteur très fin), des fluctuations importantes peuvent être observées sur le dépôt d'énergie des particules. Ces fluctuations proviennent de la distribution des transferts d'énergie dans les collisions électron-électron. La fluctuation sur ce dépôt d'énergie est décrite par la distribution de Landau-Vavilov [Landau, 1944, Vavilov, 1957] et est illustrée en figure 2.10.



FIGURE 2.10 – Dépôt d'énergie généré par le passage de protons de 12 GeV dans des détecteurs silicium d'épaisseur variable. Le dépôt d'énergie suit la distribution de Landau. Extrait de [Meroli, 2011].

Étant donné que la distribution de Landau-Vavilov décrit la somme des dépôts d'énergie de chaque interaction du projectile (particule primaire) et des électrons secondaires, et que ces dépôts d'énergie sont des variables aléatoires indépendantes, le théorème central limite s'applique à la distribution de Landau-Vavilov. Concrètement, à une énergie donnée, augmenter l'épaisseur du détecteur fait tendre la distribution du dépôt d'énergie vers la loi normale (cf figure 2.10).

### 2.3.1.4 Interaction des neutrons

Les neutrons sont des particules neutres. Au même titre que les photons, ils ne sont donc pas soumis à l'interaction coulombienne. Toutefois, contrairement aux photons, ils sont massifs  $(m_n c^2 = 940 \text{ MeV})$ . Ils interagissent donc eux aussi aléatoirement dans la matière. On considère ici seulement les neutrons rapides, avec une énergie supérieure à 1 MeV. Les neutrons peuvent traverser des détecteurs fins sans interagir. Dans le cas où une interaction avec le noyau d'un atome se produit, plusieurs scénarii peuvent se produire en fonction de l'énergie du neutron. D'après les lois de la cinématique, le neutron peut communiquer tout ou partie de son énergie en une collision élastique en fonction de la masse du noyau cible. Lors d'une collision inélastique, le neutron peut également transférer une partie de son énergie au noyau qui va atteindre un niveau de plus haute énergie et se désexciter en émettant un photon  $\gamma$  ou une particule massive. Le neutron peut enfin être capturé par le noyau. Dans la très grande majorité des cas, un noyau de masse A capturant un neutron (et donc désormais de masse A+1) est instable. Il peut se stabiliser en émettant, par exemple, un proton ( $^{A+1}X(n,p)^{A}Y$ ) ou une particule  $\alpha$  ( $^{A+1}_ZX(n,\alpha)^{A-3}_{Z-2}Z$ ).

Les détecteurs diamant sont utilisés pour la détection neutronique. Leur résistance aux radiations comparée au silicium pour la détection de neutrons [De Boer, 2007, Guthoff, 2014], leur rapidité et leur bonne résolution en énergie sont mises à profit pour la mesure de sections efficaces [Weiss, 2014] mais également pour la spectroscopie des neutrons dans les Tokamak tels que ITER au CEA Cadarache ou le Joint European Torus (JET) où les détecteurs diamant peuvent opérer dans des plasmas deutérium-tritium [Cazzaniga, 2014]. La spectroscopie neutronique passe par la détection de particules chargées lourdes produits par capture neutronique. Celle-ci peut avoir lieu dans un convertisseur déposé à la surface du détecteur diamant [Kavrigin, 2015] ou directement dans le volume du détecteur, via la capture des neutrons par les noyaux de carbone [Weiss, 2016b]. En déterminant l'énergie de la particule chargée émise, on peut déduire l'énergie du neutron.

# 2.3.2 Principe opératoire d'une chambre d'ionisation solide

#### 2.3.2.1 Génération du signal

À l'heure actuelle, les détecteurs diamant sont quasiment exclusivement utilisés comme des chambres d'ionisation solide. Le principe de fonctionnement d'une chambre d'ionisation est basé sur la collecte de charges libres générées par le passage d'une particule ionisante dans un volume de détection (figure 2.11). En interagissant selon les modalités présentées en section 2.3.1, la particule va céder tout ou partie de son énergie initiale dans le volume de détection, générant ainsi une certaine quantité de charges proportionnelle au dépôt total d'énergie de la particule dans le volume. Sans application d'un champ électrique externe, ces charges libres sont à même d'être recombinées très rapidement dans le détecteur. Pour lutter contre cette recombinaison et générer un signal exploitable, un champ électrique est donc appliqué au volume de détection de manière à faire dériver ces charges. Le déplacement de ces charges induit un signal de courant sur les électrodes de polarisation. Les caractéristiques de ce signal de courant peuvent alors être mesurées pour obtenir des informations sur la particule incidente (temps de passage, dépôt d'énergie etc.). Dans une chambre d'ionisation, le champ électrique permet seulement de faire dériver les charges générées par l'ionisation et ne permet pas d'induire la multiplication des charges par la génération de cascades électroniques. Il n'y a donc pas d'amplification interne du signal primaire dans une chambre d'ionisation. Le champ électrique de polarisation d'un détecteur diamant en régime de chambre d'ionisation est généralement de quelques V ·  $\mu$ m<sup>-1</sup> (quelques 10 kV · cm<sup>-1</sup>).



FIGURE 2.11 – Schéma de concept d'une chambre d'ionisation solide basée sur du diamant synthétique.

Le signal mesuré et exploité correspond donc au signal induit par le déplacement des charges soumises à un champ électrique E = V/d, où V est la valeur de la tension de polarisation et dest l'épaisseur du diamant (cas d'une géométrie de condensateur plan). Le signal induit peut alors être calculé en utilisant le théorème de Shockley-Ramo, démontré pour la première fois par William Shockley [Shockley, 1938] puis par Simon Ramo [Ramo, 1939]. Le courant  $I_{induit}$ , généré par le déplacement d'une charge libre q à la vitesse de dérive  $v_q = \|\vec{v}_q\|$  est donné par :

$$I_{induit} = q \overrightarrow{v_q} \cdot \overrightarrow{E_w} , \qquad (2.15)$$

où  $\overrightarrow{E_w} = -\overrightarrow{\text{grad}}(\phi_w)$  est appelé le champ "pondérant" (weighting field en anglais) et  $\phi_w$  est appelé potentiel "pondérant". Les notions de champ et potentiel "pondérants"  $\overrightarrow{E_w}$  et  $\phi_w$  ont été introduites par Simon Ramo pour faciliter le calcul du potentiel réel du détecteur. La grandeur  $\phi_w$  est adimensionnée (il correspond à un facteur de pondération) et la norme de  $\overrightarrow{E_w}$  est de dimension  $[\mathbf{L}]^{-1}$ . Concrètement, l'électrode étudiée est placée au potentiel unitaire, toutes les autres électrodes sont mises à la masse, et aucune charge n'est présente dans le volume circonscrit par les électrodes (ni la charge q, ni aucune charge d'espace). La résolution de l'équation de Laplace permet d'en déduire l'expression 2.15 [Ramo, 1939]. Dans le cas d'une charge libre dans un condensateur plan polarisé, on peut également exprimer la charge induite  $Q_{induit}$  entre deux instants  $t_1 = x_1/v_q$  et  $t_2 = x_2/v_q$  comme suit :

$$Q_{induit} = \int_{t_1}^{t_2} I_{induit} dt = -q \int_{t_1}^{t_2} {v_q \choose 0} \cdot \left(\frac{\partial \phi_w}{\partial x}\right) dt = -q \int_{t_1}^{t_2} \frac{dx}{dt} \cdot \frac{\partial \phi_w}{\partial x} dt$$
  
$$= -q \int_{x_1}^{x_2} d\phi_w(x) = q \left[\phi_w(x_1) - \phi_w(x_2)\right] .$$
 (2.16)

Ce qui suit est l'établissement d'équations décrivant l'évolution de  $I_{induit}$  et  $Q_{induit}$  dans le temps. Il est en grande partie issu du travail de Mohammad Nakhostin [Nakhostin, 2013]. Si on considère maintenant non plus une charge ponctuelle mais une densité linéique uniforme de charges libres  $\rho(x)$  causée par une ionisation uniforme (par exemple le passage d'une MIP dans le détecteur perpendiculairement à la surface), la charge créée dans le détecteur est :

$$dQ = \rho(x)dx = \frac{Q_0}{d}dx \tag{2.17}$$

avec  $Q_0 = d \cdot \varepsilon_{MIP} \cdot e$  (d'après l'équation 2.14). La charge induite par les porteurs créés entre 0 et une distance  $x_0$  dans le détecteur est donc :

$$Q(x_0) = \int_0^{x_0} \rho(x) \left(\phi(x) - \phi(x_f)\right) dx, \qquad (2.18)$$

avec  $\phi(x) = x/d$ . Par ailleurs,  $x_f$  désigne la position de l'électrode de collecte des charges considérées. Dans la configuration de la figure 2.11,  $\phi(x_f) = 1$  pour les électrons et 0 pour les trous. Considérons maintenant des paires électrons-trous. Les électrons et trous se déplacent maintenant à une vitesse de dérive constante respective  $v_e$  et  $v_h$  telles qu'à l'instant t on a  $x_e = v_e t$  et  $x_h = v_h t$ . On considère également que le détecteur est soumis à un champ électrique faible, de sorte que l'on puisse écrire  $v_e = \mu_e E$  et  $v_h = \mu_h E$ . On peut alors exprimer la charge induite par le déplacement des électrons et des trous sur une même électrode en fonction du temps :

$$Q_h(t) = \int_0^t \frac{Q_0}{d} \frac{(d - v_h t)}{d} v_h dt = \frac{-Q_0 v_h^2}{2d^2} t^2 + \frac{Q_0 v_h}{d} t , \qquad (2.19)$$

$$Q_e(t) = \int_0^t \frac{-Q_0}{d} \frac{v_e t}{d} v_e dt - \int_0^t \frac{-Q_0}{d} v_e dt = \frac{-Q_0 v_e^2}{2d^2} t^2 + \frac{Q_0 v_e}{d} t.$$
 (2.20)

Le temps de dérive le plus important est celui d'une charge créée à une distance d de l'électrode considérée et dérivant vers cette même électrode. Si l'on note  $T_{e,h}$  ce temps, alors  $T_{e,h} = d/(\mu_{e,h}E)$ . Étant donné que  $v_h > v_e$  dans le diamant CVD, on distingue alors trois régimes temporels :

Lorsque les deux porteurs de charges dérivent  $(t < T_h < T_e)$ :

$$Q_{induit}(t) = Q_h(t) + Q_e(t) = \frac{-Q_0 E^2}{2d^2} \left(\mu_h^2 + \mu_e^2\right) t^2 + \frac{Q_0 E}{d} \left(\mu_h + \mu_e\right) t , \qquad (2.21)$$

$$I_{induit}(t) = \frac{dQ_{induit}(t)}{dt} = \frac{-Q_0 E^2}{d^2} \left(\mu_h^2 + \mu_e^2\right) t + \frac{Q_0 E}{d} \left(\mu_h + \mu_e\right) .$$
(2.22)

Lorsque seuls les électrons dérivent encore  $(T_h < t < T_e)$ :

$$Q_{induit}(t) = \frac{-Q_0 E^2}{2d^2} \mu_e^2 t^2 + \frac{Q_0 E}{d} \mu_e t + \frac{-Q_0 E^2}{2d^2} \mu_h^2 T_h^2 + \frac{Q_0 E}{d} \mu_h T_h$$
(2.23)

$$= \frac{-Q_0 E^2}{2d^2} \mu_e^2 t^2 + \frac{Q_0 E}{d} \mu_e t + \frac{Q_0}{2} , \qquad (2.24)$$

$$I_{induit}(t) = \frac{-Q_0 E^2}{d^2} \mu_e^2 t + \frac{Q_0 E}{d} \mu_e .$$
(2.25)

Lorsque les deux porteurs ont cessé de dériver  $(T_h < T_e < t)$ :

$$Q_{induit}(t) = \frac{-Q_0 E^2}{2d^2} \left( \mu_h^2 T_h^2 + \mu_e^2 T_e^2 \right) + \frac{Q_0 E}{d} \left( \mu_h T_h + \mu_e T_e \right) = Q_0 , \qquad (2.26)$$

$$I_{induit}(t) = 0. (2.27)$$

On remarque que la valeur absolue de la charge induite est égale à la valeur de la charge générée. Ce résultat est essentiel pour la réalisation de chambres d'ionisation. L'ensemble des développements est présenté sous forme de schéma récapitulatif en figure 2.12. Le signal généré par des particules traversantes dans le diamant est donc de forme triangulaire quand le transport des charges se fait sans recombinaison ou effet de polarisation.



FIGURE 2.12 – Induction d'un signal de courant dans un détecteur diamant, au passage d'une particule chargée traversante. (a) Une particule ionise uniformément le milieu le long de sa trajectoire et les charges libres se mettent à dériver sous l'effet du champ électrique. (b) La dérive des deux porteurs de charge induit un courant de même signe sur l'électrode considérée. (c) Le courant induit total sur l'électrode est la somme des courants des deux porteurs de charges.

#### 2.3.2.2 Piégeage et recombinaison de charges

Considérons maintenant qu'une certaine concentration de pièges est présente dans le détecteur et que ces pièges sont uniformément et aléatoirement distribués sur le volume de détection. Les charges libres vont alors être caractérisées par une probabilité constante dans le temps  $1/\tau_{e,h}$ d'être piégées, avec  $\tau_{e,h}$  le temps de vie du porteur de charge considéré. La variation de la charge au cours du temps est donc cette fois :

$$\frac{dQ(t)}{Q(t)} = -\frac{dt}{\tau_{e,h}}, \qquad (2.28)$$

$$Q(t) = Q_0 e^{-t/\tau_{e,h}} . (2.29)$$

On en déduit la densité de charge dépendante du temps  $\rho(t)$  :

$$\rho(t) = \frac{Q_0}{d} e^{-t/\tau_{e,h}} .$$
(2.30)

On peut maintenant appliquer à nouveau le raisonnement développé en section 2.3.2.1 avec cette nouvelle expression de  $\rho$ . Lorsque les deux porteurs de charges dérivent, on obtient :

$$Q_{induit}(t) = \frac{Q_0 E}{d} \left[ \mu_e \tau_e \left( 1 - e^{-t/\tau_e} \right) + \mu_h \tau_h \left( 1 - e^{-t/\tau_h} \right) \right] + \frac{Q_0 E^2}{d^2} \left[ \mu_e^2 \tau_e^2 \left( \left( 1 + \frac{t}{\tau_e} \right) e^{-t/\tau_e} - 1 \right) + \mu_h^2 \tau_h^2 \left( \left( 1 + \frac{t}{\tau_h} \right) e^{-t/\tau_h} - 1 \right) \right]$$
(2.31)

$$I_{induit}(t) = \frac{Q_0 E}{d} \left( \mu_e \, e^{-t/\tau_e} + \mu_h \, e^{-t/\tau_h} \right) - \frac{Q_0 E^2}{d^2} \left[ \mu_e^2 \left( t \, e^{-t/\tau_e} \right) + \mu_h^2 \left( t \, e^{-t/\tau_h} \right) \right] \tag{2.32}$$

Dans le cas où les trous et les électrons ont tous deux cessé de dériver  $(t > T_e > T_h)$ , la charge induite totale obtenue est :

$$Q_{induit} = \frac{Q_0 E}{d} \left[ \mu_e \tau_e \left( 1 - e^{-T_e/\tau_e} \right) + \mu_h \tau_h \left( 1 - e^{-T_h/\tau_h} \right) \right] + \frac{Q_0 E^2}{d^2} \left[ \mu_e^2 \tau_e^2 \left( \left( 1 + \frac{T_e}{\tau_e} \right) e^{-T_e/\tau_e} - 1 \right) + \mu_h^2 \tau_h^2 \left( \left( 1 + \frac{T_h}{\tau_h} \right) e^{-T_h/\tau_h} - 1 \right) \right]$$
(2.33)

Le résultat obtenu en équation 2.33 montre qu'en présence de pièges dans le volume de détection, la charge induite est essentiellement dépendante des rapports  $T_e/\tau_e$  et  $T_h/\tau_h$ . Ceci met en évidence la compétition qui s'établit dans le détecteur entre le transport des charges et la probabilité de piégeage.

Les valeurs numériques des grandeurs de l'équation 2.32, utilisées pour tracer la courbe de courant observé en figure 2.13 sont extraites de [Pernegger, 2005]. Les différentes courbes représentent les cas d'un temps de dérive plus court que le temps de piégeage (ligne pleine noire), d'un temps de piégeage 2 fois plus court (tirets), d'un temps de piégeage 10 fois plus court (tirets), d'un temps de piégeage 10 fois plus court avec le signal théorique convolué à la fonction de transfert d'un préamplificateur de courant de bande-passante analogique BW = 2 GHz (ligne



FIGURE 2.13 – Courant induit sur un détecteur diamant de 400 µm polarisé à  $1 \text{ V} \cdot \text{µm}^{-1}$  suite à l'interaction de particules  $\alpha$  de 100 MeV. Adapté de [Nakhostin, 2013].

pleine grise).

Les pièges présents dans le volume du détecteur ont une influence majeure sur les propriétés de collecte de charges et le comportement de celui-ci au cours du temps. En théorie, dans un cristal exempt de tout défaut structurel, les pièges sont absents et le signal induit est parfaitement reproductible. Dans la pratique, les différents défauts structurels présents dans les détecteurs (joints de grain, dislocations) sont le siège d'espèces contaminantes (azote et bore). La présence de ces espèces rompt la continuité du cristal et introduit des niveaux d'énergie métastables dans la bande interdite (figure 2.14).

Un niveau d'énergie  $E_{pe}$  introduit à proximité de la bande de conduction ( $E_{pe} > E_f$ ) est appelé piège accepteur ou piège à électrons : un électron de la bande de conduction peut occuper ce niveau d'énergie, participant ainsi à la construction d'une charge d'espace négative. Un niveau d'énergie  $E_{ph}$  à proximité de la bande de valence ( $E_{ph} < E_f$ ) est appelé piège donneur ou piège à trous : un trou de la bande de valence peut occuper cet état et participer à l'établissement d'une charge d'espace positive. Des niveaux d'énergie peuvent aussi être présents autour du niveau de Fermi. Ces niveaux d'énergie sont appelés pièges profonds et centres de recombinaison : un porteur de charge peut être piégé durant un temps très long sur ce niveau (du fait de la largeur du gap) avant qu'il soit annihilé par la transition d'un porteur de charge opposée vers le même niveau, résultant ainsi en une passivation *de facto* du piège. À l'inverse, la génération consiste en la création d'une paire électron-trou participant à la génération d'un signal et résultant du dépiégeage d'un piège profond.

### 2.3.2.3 Effet de polarisation

On appelle effet de polarisation l'établissement d'un champ électrique interne dans le volume du détecteur. Il est généralement causé par l'accumulation de charges piégées de manière inhomogène dans l'ensemble du volume. Il peut résulter de l'interaction de photons UV ou de



FIGURE 2.14 – Gauche : schéma récapitulatif des phénomènes de piégeage (1), de recombinaison (2) et de génération (3) de charges dans le diamant. Droite : [Tranchant, 2008] nature et niveaux d'énergie des espèces générant des pièges dans le diamant.

particules chargées de haut TEL et de faible parcours (particules  $\alpha$  et fragments de fission [Valentin, 2015, Naaranoja, 2019]). Il peut aussi être généré par une irradiation homogène avec des particules traversantes de haut TEL [Kassel, 2016]. L'accumulation et la concentration de charges piégées à proximité des électrodes de collecte génère une déformation locale importante du champ électrique et une charge d'espace de polarité opposée de part et d'autre du détecteur (figure 2.15). Un champ interne  $\overrightarrow{E_{pol}}$ , de direction opposée à  $\overrightarrow{E}$ , s'établit alors dans le cristal et écrante partiellement le potentiel appliqué V de sorte que le champ réellement perçu par une charge libre dérivant dans le volume de détection est  $E' = \left\| \overrightarrow{E'} \right\| = \left\| \overrightarrow{E} + \overrightarrow{E_{pol}} \right\| = E - E_{pol}$ .



FIGURE 2.15 – Effet de polarisation généré dans les détecteurs diamant par des particules implantées (Gauche, d'après [ichiro Sato, 2017]) ou traversantes (Droite, d'après [Kassel, 2016]).

L'effet de polarisation peut avoir des conséquences très lourdes sur la détection de particules, pouvant entraîner une perte quasi-totale du signal primaire. Il existe toutefois différentes méthodes expérimentales pour limiter ou supprimer l'effet de polarisation, selon la situation donnée. Une excitation thermique, causée par le chauffage du détecteur peut être utilisée [Guerrero, 2006,Bergonzo, 2007]. Une inversion périodique de la tension de polarisation est également souvent utilisée [Guthoff, 2013,Rebai, 2016,Holmes, 2019]. Elles permettent d'évacuer la charge d'espace en forçant la charge accumulée à se déplacer vers l'électrode opposée. Une exposition à la lumière rouge ou infra-rouge produit les mêmes effets qui permettent de restaurer l'efficacité de collecte de charges du détecteur [Bentele, 2016].

#### 2.3.2.4 Pompage

Le pompage, appelé également *priming* dans la littérature, consiste en la génération intentionnelle d'une charge d'espace homogène dans le volume du détecteur. En saturant les pièges de charges (superficiels ou profonds), on permet une stabilisation du signal du détecteur. Lorsque de nouvelles charges libres sont mises mises en mouvement, elles peuvent dériver sans risque de piégeage ou de recombinaison, les pièges étant déjà occupés. Du fait de la présence de cette charge d'espace homogène, les capacités de collecte de charges ne sont pas toujours optimales mais la stabilisation du signal permet d'utiliser le détecteur dans des conditions susceptibles de générer une perte de signal en l'absence de pompage. Le pompage est généralement réalisé en irradiant le volume du détecteur avec une source de particules de faible TEL, comme des d'électrons au minimum d'ionisation (<sup>90</sup>Sr). L'interaction des électrons dans tout le volume génère la saturation des pièges.

#### 2.3.2.5 Pulse Height Defect

Dans le cas de très fortes densités d'ionisation, causées par exemple par des ions lourds de quelques dizaines de MeV, un défaut de collecte de charges constant et lié à la charge de l'ion peut être observé, en plus d'un effet de polarisation. Lors de l'interaction dans le détecteur, l'ion génère une ionisation tellement importante qu'une partie de la charge libre est immédiatement piégée ou recombinée avant même d'avoir pu dériver pour induire un signal. Cet effet associé au dépôt d'énergie, appelé *Pulse Height Defect*, génère une rupture de linéarité dans la réponse du détecteur en fonction de la charge de l'ion mesuré. La figure 2.16 illustre la différence de réponse spectroscopique d'un détecteur diamant monocristallin en fonction de l'ion utilisé, pour différents ions ayant tous une énergie de 3 MeV. La densité de dépôt d'énergie est proportionnel à  $Q^2/v^2$  (avec Q la charge effective de l'ion et v sa vitesse)

En prenant comme référence la réponse des protons de 3 MeV, on remarque que la charge collectée décroît pour des valeurs croissantes de numéro atomique. Le défaut de collecte de charges observé dépend en réalité du TEL de l'ion, qui croît avec le numéro atomique de ce dernier à vitesse fixée. D'autres études ont été menées récemment pour étudier cet effet dans les détecteurs diamant [Beliuskina, 2017]. Au cours de cette thèse, des expériences ont été menées à l'Institut Laue Langevin sur le spectromètre LOHENGRIN avec des détecteurs diamant. Les expériences avaient pour but d'évaluer les capacités des détecteurs diamant pour l'identification des fragments de fission nucléaire et un effet de *Pulse Height Defect* a clairement pu être mis en évidence. Les résultats de cette expérience ont fait l'objet d'un article soumis pour publication.



FIGURE 2.16 – Spectres mesurés de différents ions ayant tous une énergie de 3 MeV à l'entrée d'un détecteur diamant monocristallin, d'après [Sato, 2013].

Des détails des mesures réalisées ont été présentés au workshop ADAMAS, au GSI Darmstadt en 2019 [Gallin-Martel, 2019].

# 2.3.3 Contacts et interfaces métal/semi-conducteur

La qualité des contacts utilisés peut avoir une influence importante sur le comportement d'un détecteur. En plus de permettre la polarisation du détecteur, les contacts doivent permettre de pouvoir évacuer la charge libre générée par l'ionisation tout en empêchant que des charges provenant du métal ne diffusent dans le volume de détection. Deux types de contact sont réalisables avec des détecteurs diamant : les contacts ohmiques et les contacts Schottky. Une revue abordant cette question peut être consultée dans [Evans, 2009].

Un contact ohmique, à l'interface métal/semi-conducteur, est caractérisé par le fait que la bande de conduction du semi-conducteur est à un niveau d'énergie plus faible que le niveau de Fermi du métal. Lorsque les porteurs de charges atteignent l'électrode ils peuvent alors passer au métal sans blocage ni accumulation de charges à l'interface, susceptible de générer un effet de polarisation. La réponse courant-tension d'un contact ohmique est linéaire : le courant d'obscurité varie linéairement et de manière symétrique avec la tension de polarisation. La réalisation de contacts ohmiques est facilitée par des liaisons de type carbure. Ces liaisons sont permises par l'intermédiaire de certains métaux, tels que le titane et le chrome. Lorsque ces métaux sont évaporés à la surface du diamant, un recuit est nécessaire pour assurer la formation de liaison de type carbure. Les associations Cr/Au ou Ti/Pt/Au sont souvent utilisées pour réaliser des contacts ohmiques (les couches Cr et Ti étant la couche d'adhésion dans les deux cas). On peut également réaliser des liaisons de type carbure par graphitisation de la surface du diamant [De Feudis, 2018]. Un fort dopage au bore permet aussi de réaliser des contacts ohmiques.

Un contact Schottky est lui dit bloquant ou rectifiant. Il est causé par la barrière de potentiel formée entre la bande de conduction du semi-conducteur et le niveau de Fermi du métal, la bande de conduction se situant à un niveau d'énergie supérieur. La valeur de la barrière dépend du métal utilisé et du niveau de polarisation du détecteur. Tant que la polarisation reste faible, les charges libres ne peuvent pas passer et s'accumulent à l'interface. La caractéristique courant-tension d'un contact Schottky est asymétrique et présente un très faible courant d'obscurité à polarisation négative, et un courant croissant de manière exponentielle avec la tension à polarisation positive. Les contacts Schottky sont donc utilisés pour limiter les courants de fuite dans les détecteurs.

# 2.4 Technologies innovantes de détecteurs diamant

# 2.4.1 Membranes diamant

Les membranes diamant sont des détecteurs diamant de faible épaisseur (<10 µm). Elles sont généralement produites à partir d'échantillons diamant de plus grande épaisseur réduits à une épaisseur de quelques microns par gravure plasma [Pomorski, 2013, Zahradnik, 2018]. Du fait de leur très petite épaisseur, les membranes diamant sont étudiées pour le comptage d'ions de basse énergie (quelques MeV). Les ions de basse énergie ont un pouvoir d'arrêt élevé dans le diamant, ce qui induit un parcours très faible. Les membranes diamant constituent donc de bons détecteurs en transmission pour les faisceaux d'ions de basse énergie. Ils sont notamment utilisés comme fenêtre de sortie des faisceaux d'ions de l'accélérateur du *Ruder Bošković Institute* de Zagreb, en Croatie [Grilj, 2013, Radović, 2020], ainsi que sur la plateforme d'Applications Interdisciplinaires de Faisceaux d'Ions en Région Aquitaine (AIFIRA), à Gradignan en France [Barberet, 2017]. Dans le second cas, les membranes utilisées ont permis de monitorer un faisceau de protons de 3 MeV avec une efficacité de détection de 98% au cours d'une irradiation cellulaire, dans le cadre d'une expérience de radiobiologie (figure 2.17).



FIGURE 2.17 – Représentation de la membrane diamant (b) utilisée à la plateforme AIFIRA pour les irradiations cellulaires (a). Adapté de [Barberet, 2017]

Selon la même idée, les membranes diamant peuvent être utilisées comme des détecteurs  $\Delta E$ , pour l'identification d'ions de basse énergie par méthode de détection en  $\Delta E - E$  [Pomorski, 2013, Cesaroni, 2019], dans des expériences de physique nucléaire. Leur utilisation pour la microdosimétrie des faisceaux en hadronthérapie est également étudiée, aussi bien avec des membranes dopées au bore présentant un champ interne [Zahradnik, 2018] qu'avec des mem-

branes de diamant intrinsèque [Zahradnik, 2020]. Elles sont ici métallisées en cellules de taille micrométrique permettant une mesure directe du TEL des ions incidents, pour une estimation expérimentale de leur EBR. Les membranes diamant ont également montré leur capacité à fonctionner comme détecteurs soumis à des champs électriques de polarisation très élevés. En appliquant un champ de  $200 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$  ( $2 \text{ MV} \cdot \text{cm}^{-1}$ ), les auteurs de [Skukan, 2016] ont réussi à mesurer une efficacité de collecte de charges de 265% avec une membrane diamant, ne pouvant être obtenue qu'avec un effet de multiplication de charges (amplification interne). Dans un autre article [Skukan, 2019], les auteurs ont irradié une membrane diamant avec un faisceau d'ions oxygène de 26 MeV (fluence de  $8 \cdot 10^{12} \text{ ions/cm}^2$ ) pour générer une détérioration de la réponse de la membrane par endommagement. En scannant sa surface avec des protons de 2 MeV, ils ont totalement restauré l'efficacité de collecte de charges de la membrane en appliquant un champ de  $100 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ . Enfin, les membranes diamant peuvent être utilisées pour réaliser un monitorage ultra rapide de faisceaux d'ions très intenses ( $10^8 \text{ ions/paquet}$ ) [Jahn, 2018].

# 2.4.2 Détecteurs 3D

La technologie des détecteurs 3D est déjà utilisée pour les détecteurs silicium [Kok, 2006]. L'idée de base des détecteurs 3D est de créer des électrodes de collecte dans le volume du détecteur, de sorte à réduire fortement le temps de transit des charges libres. Ceci permet également de réduire la tension de polarisation du détecteur tout en appliquant le même champ électrique. La conséquence directe de ce choix est une plus grande résistance aux radiations en minimisant le risque de détérioration du détecteur par claquages.



FIGURE 2.18 – Gauche : [Bachmair, 2015] photographie du premier détecteur diamant 3D monocristallin produit par la collaboration RD42. Droite : illustration de l'agencement géométrique des colonnes graphitiques, minimisant le temps dérive des charges dans le détecteur. Adapté de [Lagomarsino, 2013]

Les auteurs de [Oh, 2013] sont les premiers à proposer et présenter le développement d'un détecteur diamant 3D. La réalisation de colonnes graphitiques à l'intérieur du volume du détecteur est réalisée par une exposition à un faisceau laser femtoseconde, permettant la transition de phase du diamant vers le graphite [Caylar, 2013]. Les détecteurs diamant 3D sont particulièrement intéressants pour développer des détecteurs de grande surface sensible (>1 cm<sup>2</sup>) avec une efficacité de collecte de charges proche de 100%. Celle-ci est permise par la réduction du temps de transit des charges et donc de leur probabilité de recombinaison. La technologie des détecteurs diamant a ensuite été intensivement étudiée par la collaboration RD42 du CERN, qui publie les résultats obtenus avec leur premier détecteurs 3D polycristallins avec un pas de colonne plus petit (cellules de  $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$ ), relié à une électronique pixellisée par *bump bon*ding [Reichmann, 2020]. Leur détecteur polycristallin 3D pixellisé présente une efficacité de détection de MIP supérieure à 99% avec des détecteurs polarisés à  $\pm 30 \,\text{V}$ .

En dehors des activités de la collaboration RD42, l'utilisation des détecteurs 3D est également étudiée pour la dosimétrie en radiothérapie [Kanxheri, 2017, Kanxheri, 2018] et pour la mesure de temps rapide [Morozzi, 2019, Morozzi, 2020]. Dans le second cas, la résistance des colonnes graphitiques (>10 k $\Omega$ , d'après [Bachmair, 2015, Lagomarsino, 2013]) est une limitation à des performances optimales pour la mesure de temps, bien que les signaux transitifs de courant soient naturellement extrêmement brefs du fait des petites distances entre les colonnes graphitiques [Morozzi, 2019].

# 2.5 Performance des détecteurs diamant pour la détection de particules

# 2.5.1 Performances spectroscopiques

Les performances spectroscopiques des détecteurs diamant sont directement liées aux capacités de transport de charges des détecteurs et donc de leur qualité cristalline. Les meilleures performances spectroscopiques sont donc obtenues avec les détecteurs monocristallins. La caractérisation des détecteurs diamant en laboratoire fait fréquemment appel à des sources de rayonnement  $\alpha$  telles que l'américium 241 (<sup>241</sup>Am), qui émet des alphas avec une énergie proche de 5,5 MeV (5,486 MeV pour la raie la plus probable). Les auteurs de [Pomorski, 2006] puis [Shimaoka, 2016] ont rapporté avoir obtenu une résolution de 0,3% (FWHM) pour la détection des particules  $\alpha$  de 5,486 MeV (figure 2.19). Cette mesure constitue à l'heure actuelle une valeur de référence pour les mesures en spectroscopie avec des détecteurs diamant. Dans l'article [Pomorski, 2006], les auteurs comparent les performances d'un détecteur diamant monocristallin et d'une diode PIN en silicium. Ils obtiennent des résultats très proches, avec 14 keV (FWHM) pour la diode et 17 keV pour le détecteur diamant.



FIGURE 2.19 – Gauche et Milieu : [Pomorski, 2006] Résolution en énergie comparées d'une jonction PIN en silicium (Gauche) et d'un détecteur diamant monocristallin (Milieu). Droite : Résolution en énergie obtenue par les auteurs de [Shimaoka, 2016] avec un échantillon monocristallin.

# 2.5.2 Etiquetage temporel ultra-rapide d'ions uniques

Les principales contraintes auxquelles doit répondre l'hodoscope développé dans le cadre de cette étude sont de pouvoir détecter des ions individuels avec une résolution de 100 ps à un taux de comptage pouvant atteindre les 106 MHz (fréquence d'un cyclotron médical IBA C230, voir table 1.2). Des collaborations internationales ont déjà évalué les performances de détecteurs diamant pour la détection ultra-rapides d'ions uniques à très haute résolution temporelle. Les collaborations HADES au GSI Darmstadt et TOTEM au CERN ont déjà mené des études poussées avec des particules au minimum d'ionisation. Une revue récente des résultats obtenus en mesures de temps avec des détecteurs diamant par les deux collaborations est présentée dans [Bossini, 2020b].

Le High Acceptance DiElectron Spectrometer (HADES [Agakichiev, 2009]) est une expérience de physique hadronique qui se propose d'étudier les caractéristiques spectrales des mésons vecteurs intervenant dans des collisions d'ions ultra-relativistes sur une cible. Les canaux de désintégration de ces mésons vecteurs en dileptons sont des événements rares nécessitant un système de détection complexe faisant intervenir des techniques d'identification de particules basée sur la perte d'énergie et le temps-de-vol des particules détectées par les différents détecteurs de HADES. Un détecteur nommé START (ou  $T_0$  selon les références) est placé en amont de la cible. Ce détecteur, basé sur un diamant CVD, doit à la fois fournir une information sur le faisceau incident (intensité, position transverse) et générer un signal utilisé comme déclencheur des mesures de temps-de-vol utilisées pour l'identification de particules. Différents prototypes ont été développés par la collaboration et sont présentés en figure 2.20.

Des études préliminaires des performances temporelles de détecteurs diamant pour la détections d'ions relativistes ont été menées au GSI Darmstadt dans la seconde moitié des années 2000 [Pomorski, 2008, Berdermann, 2009, Berdermann, 2010, Ciobanu, 2011]. Les mesures ont été menées avec des détecteurs monocristallins et polycristallins, couplés à une électronique discrète ou intégrée. Les résultats obtenus mettaient en évidence des résolutions temporelles  $\leq 100 \text{ ps} (\sigma)$  pour l'étiquetage des différents ions testés. Il est à noter par ailleurs qu'un test réalisé avec des ions carbone ayant une énergie de  $356 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$  (énergie dans la gamme de la carbonethérapie) a permis d'obtenir une résolution temporelle en coïncidence de 62 ps (*sigma*) entre un grand détecteur polycristallin (4 cm<sup>2</sup>) et un scintillateur plastique. La contribution du détecteur diamant à la résolution en coïncidence est estimée ici < 45 ps.

Une étude de la réponse des premiers prototypes de détecteurs START, publiée dans [Pietraszko, 2010a], fait état d'une résolution temporelle  $\sigma_{T_0} = 166/\sqrt{2} = 117$  ps et d'une efficacité de détection supérieure à 95% pour la détection de protons uniques de 1,8 GeV. Un autre test réalisé avec un autre prototype et des protons de 2,95 GeV a permis d'obtenir la valeur de référence  $\sigma_{T_0} = 127/\sqrt{2} = 91$  ps [Adamczewski-Musch, 2017]. La résistance aux radiations des détecteurs a aussi été évaluée avec un faisceau d'ions <sup>197</sup>Au<sup>69+</sup> relativistes, à 1,25 GeV · u<sup>-1</sup> [Pietraszko, 2014]. Le détecteur de 70 µm d'épaisseur a été irradié avec 3,02 · 10<sup>11</sup> ions déposant chacun une énergie de 329 MeV dans le détecteur, soit une dose absorbée totale de 87 MGy. Ceci induit une division du niveau de signal du détecteur par 5 entre la partie de la surface qui a été irradiée et la partie non irradiée. Pour autant, le détecteur conserve une excellente résolution temporelle pour la détection d'ions <sup>197</sup>Au<sup>69+</sup>, passant de  $59/\sqrt{2} = 42$  ps avant l'irradiation à



FIGURE 2.20 – Gauche : [Adamczewski-Musch, 2017] prototype du détecteur START de HADES basé sur deux couches de diamant en mosaïque (5 + 4 détecteurs en quinconce). Milieu : [Rost, 2019] métallisation par pistes orthogonales sur un prototype monocristallin. Droite : [Bossini, 2020b] prototype métallisé par pistes, monté avec le premier étage d'amplification sur le support de test de la collaboration HADES.

 $76/\sqrt{2} = 54 \,\mathrm{ps}$  après l'irradiation.

L'expérience TOTal Elastic and diffractive cross section Measurement (TOTEM, [Anelli, 2008]) est l'une des huit expériences du LHC. Elle a pour objectif la mesure des sections efficaces totales et de collisions élastiques et inélastiques proton-proton, aux énergies du LHC (jusqu'à  $\sqrt{s} = 7 \text{ TeV}$ ). La détection de protons diffusés, ayant survécu à la collision de deux paquets de protons au point d'interaction 5 du LHC, décrivent un angle de diffusion faible et peuvent être détectés à une distance transverse du faisceau de quelques millimètres, à une distance longitudinale de plus de 200 m du point d'interaction. À cet endroit, de part et d'autre du point d'interaction, un ensemble de détection appelé "Pot Romain", fait de plusieurs couches de détecteurs diamant CVD, peut être déplacé à proximité du faisceau afin de détecter ces protons diffusés pour ainsi reconstruire l'angle de diffusion et mesurer la perte d'impulsion des protons.

Les détecteurs du Pot Romain sont constitués de quatre diamants monocristallins métallisés avec des pistes de plus en plus étroites à proximité du faisceau (figure 2.21 Haut-Gauche). Chaque piste est couplée à un préamplificateur transconductance monté à proximité immédiate du diamant. Les signaux en sortie des préamplificateurs sont ensuite amplifiés par un premier amplificateur de tension puis un module "booster" (amplificateur et mise en forme) pour un gain en courant total de 93 dB à 200 MHz. Le détail de l'électronique utilisée est présenté par la collaboration dans [Antchev, 2017]. La collaboration TOTEM a par ailleurs mené une caractérisation extensive de leurs détecteurs diamant pour la détection de MIP. L'efficacité de détecteurs silicium pixelisés MIMOSA-26 et un faisceau d'électrons de 5,6 GeV ( [Antchev, 2017], figure 2.21 Haut-Droite). La mesure met en évidence une efficacité de détection moyenne de 98% sur l'ensemble de la surface de recouvrement entre le détecteur diamant et les détecteurs silicium du télescope. Par ailleurs, dans l'inter-piste de 100 µm, l'efficacité des deux pistes adjacentes preste à la collaboration d'estimer une efficacité de charges entre les deux pistes adjacentes permet à la collaboration d'estimer une efficacité de détection combinée de 96%.



FIGURE 2.21 – Haut-Gauche : [Bossini, 2020b] photographie d'une carte du Pot Romain, contenant 4 diamants métallisés par pistes et les trois étages d'amplification. Haut-Droite : [Antchev, 2017] mesure de l'efficacité de détection sur et entre deux pistes adjacentes, avec un faisceau d'électrons de 5,6 GeV. Bas-Gauche : [Berretti, 2017b] deux détecteurs couplés au même préamplificateur, référencée comme "Double Diamant (DD)". Bas-Droite : [Berretti, 2017a] résolution temporelle mesurée en coïncidence entre deux cartes du "Pot Romain" (TB1-TB2) et entre chaque carte et une galette à micro-canaux (TBx - MCP), avec un faisceau de  $\pi^+$  de 180 GeV, en fonction de la piste utilisée pour la mesure. La résolution temporelle des détecteurs a également été mesurée avec un faisceau de  $\pi^+$  de 180 GeV, en coïncidence avec une galette à micro-canaux (en anglais *Micro-Channel Plate* (*MCP*)). Les mesures obtenues sont présentées en figure 2.21 Bas-Droite, et extraites de [Berretti, 2017a]. La résolution intrinsèque des détecteurs diamant (courbe rouge) varie entre 80 et 108 ps, en fonction de la piste testée. Cette résolution varie en fonction de la surface de la piste et donc est directement corrélée à la capacité du détecteur en entrée de l'électronique [Antchev, 2017]. La collaboration a par ailleurs proposé de connecter deux diamants à un même préamplificateur pour augmenter le rapport signal-sur-bruit des unités de détection et donc améliorer la résolution temporelle. Ce concept de sommation physique des signaux, appelé "Double Diamant" (DD), est illustré en figure 2.21 Bas-Gauche et présenté en détail dans [Berretti, 2017b]. Cette technique permet une augmentation de rapport signal-sur-bruit moyen de 52% et d'atteindre une résolution temporelle  $\simeq 50$  ps pour la détection de  $\pi^+$  à 180 GeV. Enfin la résistance aux radiations des détecteurs a été évaluée tout au long du *Run 2* du LHC, pendant lequel les détecteurs ont été utilisés [Bossini, 2020a]. Sur la durée totale du *Run*, la résolution temporelle des deux Pots Romains est passée de [90 - 95] ps à [106 - 124] ps.

Les très bonnes performances obtenues par les collaborations HADES et TOTEM s'expliquent par plusieurs aspects. Les deux collaborations ont mené des études poussées pour maximiser le rapport signal-sur-bruit et minimiser la capacité des détecteurs [Ciobanu, 2011, Antchev, 2017, Bossini, 2020b], paramètres corrélés entre eux ayant la plus grande influence sur la résolution temporelle des détecteurs. Pour répondre à ces deux objectifs, des détecteurs monocristallins segmentés en pistes ont été utilisés. De plus, du fait de la segmentation de la surface et des taux de comptage n'atteignant pas les 100 MHz (comme cela peut être le cas en hadronthérapie), le choix d'une impédance d'entrée nettement supérieure à 50  $\Omega$  a été fait (quelques k $\Omega$ ). Ceci leur permet d'augmenter le rapport signal-sur-bruit tout en conservant un temps de montée de 1,7 ns (sous réserve d'une capacité de 1 pF au maximum). L'augmentation du temps de montée n'impacte toutefois pas négativement la résolution temporelle du détecteur car son effet est compensé par la forte augmentation du rapport signal-sur-bruit. La contre-partie principale est une augmentation de la durée des impulsions, ce qui constitue un problème pour des taux de comptage de l'ordre de 100 MHz.

# 2.5.3 Monitoring des faisceaux d'ions en hadronthérapie

Du fait des qualités des détecteurs présentées précédemment, le monitoring des faisceaux d'ions en hadronthérapie est un champ d'application prometteur pour les détecteurs diamant. Au début des années 2000, en parallèle du développement du télescope diamant qui allait constituer le *Beam Conditions Monitor* d'ATLAS, des membres de la collaboration RD42 du CERN (H. Pernegger, E. Griesmayer, H. Frais-Kölbl, H. Kagan) ont été les premiers à proposer de développer un moniteur de faisceau en diamant synthétique pour la hadronthérapie. En collaboration avec le centre de hadronthérapie autrichien MedAustron, de premiers tests ont été menés à l'*Indiana University Cyclotron Facility* et sont reportés dans [Pernegger, 2004, Frais-Kölbl, 2004]. Le lecteur peut aussi consulter leur présentation à la *Vienna Conference of Instrumentation 2004*<sup>1</sup> [Frais-Kölbl, H and Griesmayer, E and Kagan, H and Pernegger, H, 2004]. Un

http://vci.hephy.at/2004/presentations/saturday/pernegger.pdf

détecteur polycristallin de  $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$  a été testé, couplé avec un préamplificateur RF dédié (3 étages d'amplification, 2 GHz, 60 dB, adapté 50  $\Omega$ ). Des intensités variant du proton unique aux intensités cliniques ont été utilisées durant les tests. Il en ressort qu'avec des protons uniques ayant une énergie de 55 MeV, le détecteur utilisé présentait :

- un temps de montée moyen de 340 ps, indiquant une bande passante supérieure à 1 GHz,
- -- une capacité de séparation d'impulsions inférieure à  $4,3\,\mathrm{ns},$
- une largeur moyenne à mi-hauteur du signal analogique de 1,38 ns,
- un rapport signal-sur-bruit de 14,5,
- une efficacité de détection de 99,9%.

Bien que les articles ne présentent pas de mesure de résolution temporelle, on peut raisonnablement supposer que celle-ci serait également excellente (de l'ordre de 100 ps). Les tests ont été réalisés sur une large gamme d'énergie entre 55 et 200 MeV donnant un rapport signal-sur-bruit variant entre 14,5 et 7,1 pour la détection de protons uniques, correspondant à une efficacité de détection variant entre 99,9% et 96,8%. Dans d'autres articles ( [Pernegger, 2006, Frais-Kölbl, 2007]), les auteurs mentionnent des tests menés sur d'autres accélérateurs. La rapidité du détecteur est confirmée par des mesures réalisées au *Francis H. Burr Proton Therapy Center* (anciennement *Northeastern Proton Therapy Center*), dépendant du *Massachusetts General Hospital* aux États-Unis. L'accélérateur sur lequel ont été réalisés les tests est un cyclotron isochrone IBA C235, avec une fréquence RF de 106 MHz. La figure 2.22 (Gauche) illustre les signaux observés avec le détecteur diamant à une énergie de 200 MeV et un flux de faisceau de  $2,1 \cdot 10^9$  protons/cm<sup>2</sup>/s.



 $\begin{array}{l} \mbox{FIGURE 2.22-Gauche}: [\mbox{Pernegger, 2006}] \mbox{ signal en sortie du détecteur testé sur l'accélérateur IBA C235, à une énergie de 200 MeV et une intensité faisceau de 2,1 <math display="inline">\cdot$  10<sup>9</sup> protons/cm<sup>2</sup>/s. Droite : [Frais-Kölbl, 2007] design d'un moniteur faisceau pour l'hadronthérapie, fait de deux diamants polycristallins métallisés par pistes.

La fréquence de 106 MHz, correspondant à un temps de 9,4 ns entre deux paquets d'ions consécutifs, représente à l'heure actuelle le taux de comptage le plus exigeant que doit atteindre un moniteur de faisceau pour la hadronthérapie. La figure 2.22 (Gauche) constitue donc la première preuve expérimentale de la capacité des détecteurs diamant à atteindre ce taux de comptage sur un accélérateur IBA C235. D'autres mesures sur le cyclotron supraconducteur Varian/Accell COMET du *Paul Scherrer Institut* (72,8 MHz) confirment ce résultat [Frais-Kölbl, 2007]. Une étude similaire réalisée par IBA sur leur synchrocyclotron supra-conducteur (S2C2, fréquence d'extraction de 63 MHz) avec un détecteur polycristallin et une électronique commerciale (CIVI-DEC C2) illustre les forts taux de comptage que les détecteurs diamant peuvent réaliser [Van de Walle, 2016]. Dans [Frais-Kölbl, 2007], les auteurs concluent sur la présentation d'un *design* de moniteur faisceau basé sur deux diamants polycristallins de grande taille ( $30 \times 30 \text{ mm}^2$ ), chacun métallisés par pistes : le premier en X, le second en Y (figure 2.22 Droite). Afin de pouvoir permettre une mesure en ligne de la taille, de la position et de l'intensité du faisceau, chaque piste est couplée à un préamplificateur de charges rapide et un convertisseur analogique-numérique (an anglais *Analog-to-Digital Converter*, ADC). Ce détecteur ne peut donc pas assurer un taux de comptage très élevé mais constitue un *design* précurseur de l'hodoscope dont ce travail de thèse fait l'objet. Au moment de la rédaction de cette thèse et à ma connaissance, il n'existe pas d'autres publications présentant le développement ou le test d'un tel moniteur.

Les capacités de discrimination et de comptage des diamants monocristallins ont aussi été étudiées pour réaliser la profilométrie du faisceau de protons délivré par l'accélérateur IBA C235 du Bronowice Cyclotron Center, à Cracovie, en Pologne. Les auteurs de [Rydygier, 2018] rapportent la supériorité de la réponse d'un détecteur monocristallin de 100 µm pour mesurer le profil latéral du faisceau par rapport au détecteur Lynx, scintillateur fourni par IBA-Dosimetry au centre de traitement pour la routine clinique. La grande dynamique du détecteur diamant ( $\simeq 10^7$ ) lui permet de réaliser un comptage du nombre de protons dans les paquets délivrés par l'accélérateur jusqu'à une distance de 300 mm par rapport à l'axe du faisceau.

D'autres expériences menées par Monika Rebisz-Pomorska ont permis d'évaluer l'efficacité de détection d'ions carbone. Ces expériences avaient pour but d'évaluer la possibilité d'utiliser les détecteurs diamant pour la dosimétrie par thermoluminescence des faisceaux d'ions carbone en hadronthérapie. Dans le cadre de la caractérisation de détecteurs, des mesures d'éfficacité de détection ont été effectuées avec des détecteurs polycristallins [Rebisz, 2006] et monocristallins [Rebisz, 2007, Rebisz-Pomorska, 2010]. Pour ce faire, des préamplificateurs discrets DBA [Moritz, 2001], ainsi que des ASIC dédiés aux mesures temporelles rapides NINO [Anghinolfi, 2004] et PADI [Ciobanu, 2008] ont été utilisés. Les résultats obtenus mettent en évidence une efficacité de 95% pour le détecteur polycristallin avec des ions carbone à 89 MeV · u<sup>-1</sup>. Pour les détecteurs monocristallins, un premier test avec des ions carbone à 399 MeV · u<sup>-1</sup> a permis d'obtenir une efficacité de détection de  $100 \pm 7\%$ . En 2010, les résultats ont été améliorés avec une efficacité de  $100 \pm 2\%$  à  $88,83 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$  et de  $100 \pm 5\%$  à  $356,68 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$ .

Enfin, il est à noter que des solutions alternatives au diamant existent pour le monitoring des faisceaux en hadronthérapie. Si on considère le monitoring de faisceaux à intensité clinique, à l'heure actuelle l'état de l'art des systèmes de monitoring de faisceaux en situation clinique est en majorité basé sur des chambres d'ionisation gazeuses. Les auteurs de [Patera, 2020] établissent une revue de différents développements récents pour le monitoring de faisceaux avec des détecteurs gazeux, mais aussi des détecteurs silicium ou des moniteurs à fibres scintillantes. Si on considère maintenant les solutions alternatives au diamant pour la détection d'ions uniques à une résolution temporelle de 100 ps ( $\sigma$ ), les détecteurs silicium ultra-rapides (en anglais Ultra-Fast Silicon Detectors, UFSD [Sadrozinski, 2017]) présentent un fort potentiel. Faisant partie de la famille des détecteurs à avalanche de gain faible (en anglais Low-Gain Avalanche detectors, LGAD), les performances des UFSD ont été évaluées pour la détection d'ions uniques et le monitoring des faisceaux d'ions en hadronthérapie [Vignati, 2017, Vignati, 2020, Sacchi, 2020] dans le cadre du projet MoVe-IT. Les tests sous faisceaux ont notamment démontré une résolution temporelle comprise entre 40 et 115 ps pour la détection de protons uniques d'énergie comprise entre 70 et 228 MeV, ainsi qu'une efficacité de détection de protons uniques >98% pour un flux de 10<sup>8</sup> protons/s/cm<sup>2</sup> [Vignati, 2020]. Grâce à leur amplification interne (gain ~ 10) et à la plus faible énergie de création de paire électron/trou dans le silicium (3,6 eV contre 13,1 eV dans le diamant), le rapport signal-sur-bruit des USFD est meilleur que celui des détecteurs diamant. Pour autant, les USFD souffrent d'une résistance aux radiations très faible et bien aux détecteurs diamant.

## 2.5.4 Autres utilisations des détecteurs diamant en physique médicale

Du fait de son numéro atomique de 6, le diamant peut être considéré comme un matériau équivalent-tissu (le numéro atomique moyen des tissus biologiques humains est de 7,4). Combinée à sa résistance aux radiations et à ses courants de fuite très faibles, cette caractéristique permet au diamant de constituer un matériau d'intérêt pour la conception de dosimètres en radiothérapie [Marsolat, 2014]. Du fait de la densité du diamant, ils peuvent par ailleurs être produits en de très petits volumes tout en conservant une bonne sensibilité. Un historique des développements de dosimètres diamant peut être consulté dans [Bucciolini, 2014]. Des dosimètres cliniques basés sur du diamant sont actuellement disponibles dans le commerce<sup>1</sup>. L'utilisation des dosimètres diamant pour la radiothérapie par micro-faisceaux à très haut débit de dose a également été investiguée [Livingstone, 2016]. Enfin, dans le cadre d'une collaboration entre le LPSC et l'équipe STROBE basée à l'ESRF, un moniteur de fluence pour les faisceaux spatialement fractionnés et à très haut débit de dose est en cours de développement. Ce détecteur, situé derrière le patient, devra pouvoir fournir un contrôle en ligne de la fluence du faisceau tout en étant exposé à des débits de dose pouvant atteindre les 10 kGy  $\cdot$  s<sup>-1</sup>.

# 2.6 Hodoscope diamant pour le projet CLaRyS-UFT

# 2.6.1 Cahier des charges

Dans le cadre du projet CLaRyS-UFT, un démonstrateur d'hodoscope faisceau basé sur des détecteurs diamant CVD doit être réalisé. Pour correspondre aux objectifs du projet, le démonstrateur doit remplir le cahier des charges suivant :

- une efficacité de détection des ions proche de 100%, sur une gamme dynamique allant de l'ion unique aux paquets d'ions,
- une résolution temporelle  $\leq 100 \text{ ps}(\sigma)$ , de manière à pouvoir améliorer la détection en coïncidence avec la caméra gamma et pouvoir viser des applications comme le PGT et la reconstruction ligne-cône en PGI basé sur une caméra Compton,
- un taux de comptage global pouvant atteindre les 106 MHz,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> PTW microDiamond : https://www.ptwdosimetry.com/en/products/microdiamond/

- une très haute résistance aux radiations pour garantir un fonctionnement durable de l'hodoscope en conditions cliniques,
- une résolution spatiale de l'ordre de 1 mm<sup>2</sup>, afin de pouvoir fournir une information sur la position transverse des ions incidents, nécessaire à la reconstruction en PGI,
- une surface active de l'ordre de  $1 \, \mathrm{cm}^2$ ,
- une électronique dédiée à la fois large-bande et capable de garantir une excellente résolution temporelle sur une très grande gamme dynamique (allant du proton unique de 250 MeV aux paquets de protons de 60 MeV),
- un transfert et traitement rapides des données, basée sur des cartes d'acquisition AMC40 utilisant le standard μ-TCA et développées au Centre de Physique des Particules de Marseille (CPPM).

Pour répondre à ce cahier des charges, la collaboration CLaRyS a décidé de développer des démonstrateurs d'hodoscope diamant basé sur des détecteurs diamant CVD métallisés par pistes.

# 2.6.2 Conception

La segmentation de la surface de détection en pistes permet de répondre au besoin de localisation 2D tranverse du faisceau d'ions incident mais permet également :

- une définition géométrique de la moindre résolution spatiale réalisable, conditionnée par l'aire définie par le croisement de deux pistes orthogonales,
- une division de la charge générée sur plusieurs voies de lecture, à même d'améliorer la résolution spatiale du dispositif à une valeur inférieure à l'aire décrite par le croisement de deux pistes orthogonales,
- -- une réduction des contraintes en termes de taux de comptage, l'objectif étant de pouvoir gérer un taux de comptage de  $10\,\rm MHz/voie,$
- une réduction de la taille des électrodes, minimisant ainsi la capacité en entrée de l'électronique de lecture.

La principale contrainte associée à une segmentation en pistes est la multiplication des voies de lecture. Celle-ci entraîne une complexification de l'électronique de lecture et du traitement de données qui s'en suit, une augmentation de la consommation électrique du système (et la dissipation thermique associée) et expose le dispositif à d'éventuels problèmes de diaphonie entre les différentes voies. La segmentation de la surface du détecteur introduit également des zones non métallisées (espaces inter-pistes) susceptibles de causer un défaut local de collecte de charges, et donc d'efficacité de détection. Enfin, à très faible taux de comptage, une métallisation sur les deux faces selon des directions orthogonales expose le détecteur au risque d'indétermination de la position et du nombre d'ions ayant interagi dans un même événement (coups fantômes ou *ghost hits* en anglais, cf figure 4.20).

La figure 2.23 présente le *design* du démonstrateur tel qu'il est envisagé par la collaboration. En fonction de la qualité et de la disponibilité des cristaux en termes de surface, nous envisageons un démonstrateur basé sur un seul diamant de grande surface (a, gauche) ou un démonstrateur basé sur quatre détecteurs diamant de petite taille agencés en mosaïque (a,droite) et ce afin de pouvoir couvrir une surface d'au moins  $1 \text{ cm}^2$ .



FIGURE 2.23 – Schéma de concept de l'hodoscope faisceau à pistes en diamant CVD. (a) : Métallisation par pistes de diamants de grande surface (gauche) ou d'assemblage en mosaïque de diamants de plus petite taille (droite). (b) Couplage des pistes à une électronique large bande pour la détection d'ions à très haute résolution temporelle.

Dans les deux cas, les diamants sont métallisés par pistes sur leurs deux faces, selon des directions orthogonales d'une face à l'autre de sorte à pouvoir décrire une matrice de détection. Les voies d'électronique sont adaptées  $50 \Omega$  et couplées en AC aux pistes de sorte à pouvoir atteindre des taux de comptage très élevés et conserver un temps de montée très court sur le signal analogique (figure 2.23 (b)).

L'ensemble des résultats déjà obtenus par d'autres groupes ou collaborations et présentés en section 2.5 mettent en évidence la faisabilité d'un tel projet. Les collaborations HADES et TOTEM ont déjà réussi à réaliser la détection de protons uniques au minimum d'ionisation avec une résolution temporelle de 80 ps ( $\sigma$ ) et une efficacité proche de 100%. Le signal primaire généré par le passage d'un proton MIP dans le diamant est inférieur à n'importe quelle situation rencontrée en hadronthérapie. Les études menées par Heinz Pernegger et Helmut Frais-Kölbl ont également montré qu'un taux de comptage de 106 MHz était réalisable avec un détecteur diamant. Bien que ces études soient ce qui, à ce jour, se rapproche le plus de l'hodoscope de CLaRyS, elles n'apportent pas d'indication sur la résolution temporelle des détecteurs testés.

D'autre part, l'essentiel des résultats présentés ont été obtenus avec des détecteurs monocris-

tallins. L'objectif de l'hodoscope étant de pouvoir couvrir la plus grande surface possible, les détecteurs polycristallins et DOI sont également à envisager. Dans le contexte du développement de l'hodoscope diamant, la caractérisation d'échantillons des trois qualités cristallines doit permettre de déterminer si l'hodoscope peut remplir les objectifs du projet avec des détecteurs de grande taille (polycristallins et DOI) ou non.

# 2.7 Conclusions générales du chapitre

Les détecteurs diamant sont des détecteurs de rayonnement à semi-conducteur particulièrement intéressants pour opérer dans des milieux radiatifs et permettent de générer des signaux très rapides à même de répondre aux exigences d'un étiquetage temporel ultra-rapide. Après avoir présenté les propriétés physiques du diamant et relié ces propriétés à ses caractéristiques, nous avons pu introduire la nomenclature décrivant les diamants selon leur qualité cristalline et leurs concentrations d'espèces chimiques contaminantes, constituants des pièges de charges pour une utilisation comme détecteur.

Les deux principales méthodes de production de diamants synthétiques ont également été présentées en mettant en lumière les avantages de la méthode CVD sur la méthode HPHT qui justifient la prédominance des diamants CVD dans les développements de détecteurs de rayonnement. Les différentes qualités cristallines présentent chacune des avantages et des inconvénients. Alors que les diamants monocristallins démontrent des propriétés de transport de charges qui permettent d'en faire d'excellents détecteurs avec des performances spectroscopiques comparables aux détecteurs silicium et un signal primaire induit très rapide, il existe encore aujourd'hui un verrou technologique qui ne permet pas de les produire dans des tailles supérieures à  $1 \,\mathrm{cm}^2$ . Ceci constitue, avec leur prix très élevé, la principale contrainte liée à leur utilisation pour la constitution d'un hodoscope de faisceau pour la hadronthérapie. Les diamants polycristallins sont eux disponibles pour des surface même supérieures à 1 cm<sup>2</sup> mais les défauts structurels et la contamination à l'azote dont ils pâtissent limitent fortement leurs propriétés de collecte de charges. Ceci impacte le rapport signal-sur-bruit qu'ils sont capables de produire, avec des conséquences pouvant compromettre leur utilisation pour des mesures temporelles ultra-rapides. Les diamants-sur-iridium sont produits par hétéroépitaxie sur substrat d'iridium. Ils sont censés pouvoir apporter un compromis entre monocristallin et polycristallin en termes de taille et de capacités mais les échantillons souffrent d'une mauvaise reproductibilité de leurs performances qui connaissent des variations importantes, d'après le travail des auteurs de [Berdermann, 2019].

Nous avons ensuite abordé les différents modes d'interaction des particules ionisantes dans la matière. D'autre part, à partir du théorème de Shockley-Ramo, on peut établir la forme de l'impulsion de courant induit par la dérive des charges produites par une ionisation uniforme le long de la trace d'une particule chargée. Nous avons également montré l'impact de la présence de pièges dans le détecteur sur la forme du signal et exposé les différents phénomènes pouvant être à l'origine d'une dégradation du signal dans un détecteur diamant.

Une revue des performances des détecteurs diamant pour la détection d'ions uniques a été

réalisée. Les résultats présentés par les collaboration HADES et TOTEM montrent notamment que les détecteurs diamant monocristallins sont capables de répondre aux critères du projet CLaRyS-UFT en termes de résolution temporelle, d'efficacité de détection et de résistance aux radiations justifiant ainsi de les utiliser pour la constitution d'un hodoscope. Des tests menés au MedAustron avec des détecteurs polycristallins et des protons uniques couvrant la gamme d'énergie de la hadronthérapie ont montré des performances suggérant que des détecteurs polycristallins pourraient également remplir de cahier des charges [Frais-Kölbl, 2004]. Toutefois aucune mesure de résolution temporelle n'a été présentée dans leur étude. Les détecteurs polycristallins pourraient par ailleurs présenter un avantage dans le cadre d'une utilisation sur des faisceaux de hadronthérapie à intensité clinique puisqu'ils produisent *de facto* un signal plus bref que les détecteurs monocristallins, pour une même épaisseur.

Le cahier des charges de l'hodoscope faisceau répondant aux objectifs du projet CLaRyS-UFT (Chapitre 1) a été introduit. La collaboration se tourne vers le développement de détecteurs à pistes permettant une localisation spatiale du faisceau. Du fait des différentes qualités disponibles et de l'absence dans la littérature scientifique d'études systématiques des performances des détecteurs de différentes qualités avec des ions uniques dans la gamme d'énergie de la hadronthérapie, ce travail de thèse se propose de caractériser les performances des différentes qualités cristallines disponibles. Le but est ici d'extraire les meilleurs candidats pour la constitution d'un hodoscope de surface acceptable (au minimum  $\sim 1 \text{ cm}^2$ ). Les deux prochains chapitres présentent les développements de méthodes de caractérisation des détecteurs diamant qui ont été mis en place pour répondre à cette problématique. La chapitre 3 présente le développement des différentes bancs de caractérisation qui ont été mis en place au LPSC pour l'étude des performances des détecteurs diamant. Le chapitre 4 aborde l'ensemble des expériences réalisées sur des accélérateurs avec des détecteurs diamant qui ont été menées au cours de ce travail de thèse. Enfin, le chapitre 5 présente le développement de démonstrateurs d'hodoscopes constituant les délivrables du projet CLaRyS-UFT.

3

# Caractérisation des échantillons diamant en laboratoire

# Sommaire

3.1 Co	onception de détecteurs pour les tests de caractérisation 100			
3.2 Co	ourants de fuite			
3.2.	1 Matériel et méthodes			
3.2.1	2 Résultats			
3.2.	3 Discussion			
3.3 Propriétés des porteurs de charge : Transient Current Technique . 108				
3.3.	1 Matériel et méthodes			
3.3.	2 Résultats			
3.3.	3 Discussion			
3.4 Résolution en énergie et efficacité de collecte de charges 118				
3.4.	1 Matériel et méthodes			
3.4.1	2 Résultats			
3.4.	3 Discussion			
3.5 De	etection de particules au minimum d'ionisation			
3.5.	1 Évaluation de l'efficacité de collecte de charges			
3.5.	2 Mesure des résolutions temporelle et de temps-de-vol			
3.6 Co	onclusions générales du chapitre			

Ce chapitre présente les différents bancs de tests qui ont été développés au cours de ce travail pour la mise en place de procédures de caractérisation systématique des échantillons diamant reçus au laboratoire. Ces caractérisations nous ont permis de conclure sur les performances pour la détection de particules de diamants de qualités cristallines diverses. Après une description des porte-échantillons et des outils conçus au laboratoire pour les tests des diamants, les différents bancs de tests seront détaillés. La mesure des courants de fuite qui constitue la première étape de caractérisation des échantillons diamant a nécessité la réalisation d'un banc de test dédié. Un dispositif de mesure incluant une source alpha a permis ensuite d'évaluer à la fois l'efficacité de collecte de charges et les propriétés de transport des porteurs. Contrairement aux particules  $\alpha$  qui pénètrent seulement d'une dizaine de microns à l'intérieur des diamants, une source d'électrons de haute énergie (<sup>90</sup>Sr) a permis quant à elle d'évaluer cette efficacité de collecte de charges pour des particules traversantes. Enfin, sur ce même banc de test j'ai pu mesurer la résolution temporelle de détecteurs monocristallins pour des particules au minimum d'ionisation ce qui m'a permis d'établir une limite basse à la résolution temporelle qu'on peut attendre de ce type de détecteurs avec une électronique commerciale.

# 3.1 Conception de détecteurs pour les tests de caractérisation

Afin de pouvoir être utilisés comme des chambres d'ionisation solides, les échantillons diamant achetés doivent pouvoir être métallisés et encapsulés dans des circuits imprimés permettant une lecture du signal de courant produit par la dérive des charges.

Dans une première approche, les échantillons ont reçu une métallisation homogène de leurs deux faces par un dépôt d'aluminium. Au cours de ce travail de thèse, ce dépôt a pu être réalisé selon deux méthodes différentes, soit par évaporation physique en phase vapeur dans un réacteur plasma soit par pulvérisation cathodique. L'évaporation physique des contacts a été réalisée au LPSC, par les personnels de l'équipe Plasma, Matériaux et Nanostructures selon un procédé développé par cette même équipe [Lacoste, 2002]. La pulvérisation est, elle, réalisée par les personnels de la plateforme NANOFAB de l'Institut Néel<sup>1</sup> de Grenoble. L'approche a été pragmatique ici : notre équipe n'a pas cherché à optimiser la qualité des contacts. Une procédure d'optimisation sera nécessaire dans le futur pour améliorer la reproductibilité des performances des détecteurs en fonction de leur métallisation.

Une fois les échantillons métallisés, ils sont encapsulés en laboratoire dans des circuits imprimés dessinés à la plateforme de conception assistée par ordinateur (CAO) du LPSC. Afin de pouvoir faciliter l'assemblage et de le démontage des détecteurs, les échantillons sont pris en sandwinch entre deux circuits imprimés faits en FR4. Chaque circuit imprimé contient une ouverture circulaire en son centre pour permettre d'exposer la surface du détecteur aux particules sans atténuation par le circuit imprimé. Le contour de cette ouverture est défini par une électrode en cuivre qui permet d'apporter la tension de polarisation sur les surfaces métallisées du détecteur et de collecter le signal induit. L'électrode de cuivre est reliée à une piste inté-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Institut NEEL CNRS/UGA UPR2940, 25 rue des Martyrs BP 166, 38042 Grenoble cedex 9

grée adaptée  $50 \Omega$  et est terminée par un connecteur coaxial SMA<sup>1</sup> permettant le transport de signaux haute fréquence en minimisant l'atténuation.



- FIGURE 3.1 (a) Observation à la loupe binoculaire de la surface métallisée par évaporation d'aluminium (50 nm) d'un échantillon diamant polycristallin de 10×10×0,3 mm<sup>3</sup>.
  (b) Photo des circuits imprimés développés au laboratoire pour des diamants de différentes tailles, avec leurs intercalaires dédiées. (c) Photo d'un diamant polycristallin de 20×20×0,5 mm<sup>3</sup> encapsulé entre deux circuits imprimés permettant de l'utiliser comme détecteur. (d) Schéma de la section du détecteur.
- TABLE 3.1 Caractéristiques des préamplificateurs de courant discrets utilisés pour la carac-<br/>térisation des détecteurs diamant.

	CIVIDEC C2-HV	Greenstream DBA IV-R
Bande passante analogique	$2\mathrm{GHz}$	$2\mathrm{GHz}$
Gain	$43\mathrm{dB}$	$23 \ge 53 \mathrm{dB}$ (variable)
Inverseur	Non	Oui
Impédance entrée/sortie	$50\Omega~/~50\Omega$	$50\Omega~/~50\Omega$
Té de polarisation	Oui	Oui
Couplage	AC $(1 \text{ nF})$	AC (2 nF)
Bruit de fond RMS	$2,5\mathrm{mV}$	$3,8{\rm mV}$ (à 50 dB)
Alimentation	$+12\mathrm{V}100\mathrm{mA}$	$+12\mathrm{V}150\mathrm{mA}$

Pour tenir compte de l'épaisseur du diamant entre les circuits imprimés, éviter des contraintes mécaniques de compression importantes sur l'échantillon et maintenir la position du diamant entre les circuits imprimés, une intercalaire en FR4 est positionnée entre les deux circuits imprimés. Cette intercalaire est d'une épaisseur égale à l'échantillon et contient une ouverture carrée de la taille de l'échantillon dans laquelle ce dernier est positionné avant assemblages du détecteur. La figure 3.1 résume l'ensemble des aspects présentés dans les deux derniers paragraphes. On peut notamment distinguer les intercalaires en FR4 sur la sous-figure (b). Ces dispositifs ont été utilisés tout au long de cette thèse aussi bien pour les caractérisations en laboratoire

 $<sup>^{1}</sup>$  norme SubMiniature version A

TABLE 3.2 – Caractéristiques des systèmes de numérisation de signaux analogiques des détecteurs diamant utilisés pour les tests de caractérisation. À noter que dans le cas de l'oscilloscope LeCroy, la fréquence d'échantillonnage peut être doublée en sacrifiant deux canaux.

	Oscilloscope numérique LeCroy HDO9404		Numériseur	
			WaveCatcher	
Voies analogiques actives	2	4	8	
Fréquence d'échantillonnage	$40 \ \mathrm{GS/s}$	$20 ~{ m GS/s}$	$3,2~\mathrm{GS/s}$	
Bande-passante analogique	$4\mathrm{GHz}$		$0.5\mathrm{GHz}$	
Résolution verticale	10 bits		12  bits	
Gamme dynamique (à $50 \Omega$ )	$\pm 5 \mathrm{V}$		$\pm$ 1,25 V	

(abordées dans le présent chapitre) que pour la très grande majorité des tests de caractérisation des détecteurs sous faisceaux d'ions (abordés dans le chapitre 4).

Lorsque les détecteurs sont testés sous faisceaux de particules, ils peuvent être mis en boîtier. Les boîtiers développés au LPSC permettent de placer jusqu'à deux détecteurs alignés, comme le montre la figure 3.2. Une ouverture sur les deux faces de la boîte parallèles à la surface des détecteurs permet de laisser passer le faisceau de particules sans qu'il intéragisse dans l'aluminium. Un film de 12 µm de polytéréphtalate d'éthylène (PET ou Mylar) aluminisé est collé sur chaque ouverture pour assurer le blindage électromagnétique des détecteurs et leur fonctionnement dans l'obscurité tout en minimisant l'atténuation du faisceau. Ils sont également utilisés en laboratoire pour les mesures de courant de fuite.



FIGURE 3.2 – Schémas CAO et photo du boîtier en aluminium permettant de contenir jusqu'à deux détecteurs diamant pour les caractérisation sous faisceaux de particules. L'ouverture dans le boîtier est recouverte d'un film de PET aluminisé d'une épaisseur de 12 µm assurant obscurité et blindage électromagnétique.

Enfin, dans la grande majorité des caractérisations réalisées au cours de cette thèse, les détecteurs diamant sont utilisés en mode impulsionnel. Étant donné que l'objectif principal de l'hodoscope diamant est l'étiquetage ultra-rapide d'ions, l'électronique de lecture et les systèmes d'acquisition de données utilisés doivent correspondre à ces contraintes. L'amplification des signaux générés dans les détecteurs diamant est donc assurée par des préamplificateurs de courant large-bande. Les deux modèles les plus utilisés au cours de cette thèse sont les préamplificateurs CIVIDEC C2-HV et Greenstream DBA IV-R. La table 5.1 dresse un comparatif des caractéristiques de ces deux préamplificateurs dédiés aux mesures temporelles rapides avec des détecteurs diamant de faible capacité. D'autre part, les signaux générés par ces préamplificateurs sont des

103

signaux brefs<sup>1</sup> nécessitant une numérisation à très haute fréquence d'échantillonnage. Les systèmes d'acquisition utilisés pour l'analyse des expériences impliquant des détecteurs diamant sont un oscilloscope numérique LeCroy HDO9404 et un numériseur WaveCatcher, développé à l'IJC Lab, à Orsay [Breton, 2014]. La table 3.2 dresse un comparatif des performances des deux systèmes d'acquisition.

# 3.2 Courants de fuite

L'évaluation des courants de fuite constitue une étape importante de la caractérisation des échantillons après leur métallisation et leur encapsulation dans les circuits imprimés. Tracer la caractéristique courant-tension des détecteurs permet de mettre en évidence la qualité des contacts réalisés (ohmique ou Schottky) mais permet également d'obtenir une information sur la qualité des cristaux étudiés. Enfin, cette étude nous permet d'évaluer la stabilité des détecteurs au cours du temps et leur capacité à supporter un niveau donné de polarisation. Cette soussection est consacrée à la présentation du banc de test développé et discute des résultats obtenus pour des détecteurs de diverses qualités cristallines.

# 3.2.1 Matériel et méthodes

Le montage expérimental développé pour la mesure des courants de fuite des détecteurs est présenté en figure 3.3. Le détecteur à tester est placé dans une boîte en aluminium permettant d'assurer obscurité et blindage électromagnétique. Deux passages de connecteurs permettent de relier le détecteur au système de mesure. Un module de haute tension ISEG NHQ 223M permet d'appliquer une polarisation sur les détecteurs pouvant atteindre  $\pm 3000$  V. La tension est délivrée sur une face du détecteur (une électrode). Le courant généré par le détecteur, sans excitation extérieure autre que le champ électrique qui lui est appliqué, est lu sur l'autre face. Il est mesuré par un picoampèremètre Keithley 6487, ayant une résolution minimale de  $\pm 10$  fA (pour une gamme de 2 nA).

Une durée d'intégration de 100 ms est utilisée sur le picoampèremètre pour la mesure de courant. Le picoampèremètre est contrôlé à distance par un ordinateur via une communication série RS-232, elle-même interfacée par un programme développé sous LabVIEW. Une capture d'écran de l'interface utilisateur de ce programme est présentée en figure 3.4. Le programme permet d'une part de piloter l'instrument mais également de générer des fichiers de données dans lesquels sont contenues les mesures réalisées. Il permet de suivre en temps réel l'évolution de la mesure. Il permet enfin de contrôler, pour chaque mesure de courant, que ce dernier ne dépasse pas une valeur seuil définie par l'utilisateur afin de protéger les instruments de mesure et le détecteur testé. L'historique des paramètres définis par l'utilisateur pour la mesure et les valeurs mesurées sont stockées dans des fichiers de données.

L'inversion de la polarisation ne peut se faire que manuellement, directement sur le module ISEG. Les deux polarités sont donc testées l'une après l'autre sur chaque détecteur. À une polarisation donnée, la mesure de courant est faite par paliers de 50 ou 100 V. Du fait des régimes transitoires généralement observés sur les courants de fuite mesurés sur les détecteurs diamant, un laps de temps  $\Delta t$  est défini pour chaque palier de tension. Les mesures faites

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> largeur inférieure à 10 ns et temps de montée de l'ordre de 1 ns



FIGURE 3.3 – Montage expérimental développé pour la mesure des courants de fuite sur les détecteurs diamant.



FIGURE 3.4 – Capture d'écran de l'interface graphique du programme de pilotage du picoampèremètre Keithley 6487, développé sous LabVIEW. Ce programme est utilisé pour acquérir les mesures réalisées par le picoampèremètre des courants de fuite produits par les détecteurs diamant. pendant ce laps de temps ne sont pas stockées dans les fichiers mais servent, d'une part, à contrôler l'évolution du niveau de courant au cours du temps et, d'autre part, d'observer si l'on persiste ou non dans un régime transitoire. Une fois ce temps écoulé, une série de 100 mesures de courant, espacées en temps d'une seconde, sont réalisées. La moyenne de ces 100 mesures est notre estimateur du courant de fuite à un niveau de polarisation donné, et l'écart-type associé renseigne sur la dispersion des mesures. Selon la valeur de  $\Delta t$  choisie, un écart-type important peut être soit associé à une dispersion intrinsèque des valeurs malgré un niveau de courant moyen stable, soit à un régime de transition persistant.

# 3.2.2 Résultats

Au cours de ce projet de thèse, des échantillons de dimensions et de qualités cristallines diverses ont pu être testés sur ce dispositif expérimental. La procédure de mesure consistait, pour l'essentiel des tests réalisés, à évaluer la réponse en courant du détecteur polarisé sur une gamme de tension de  $\pm 1200$  V par pas de 50 ou 100 V. On peut alors tracer la caractéristique courant-tension des détecteurs testés. Un échantillon des tests réalisés sur des diamants monocristallins, polycristallins et DOI sont présentés en figure 3.5.

La première lecture que l'on peut faire de ces résultats est que le niveau de courant de fuite mesuré sur un diamant, à un champ électrique donné, est directement lié à la qualité cristalline de ce dernier. Les détecteurs monocristallins présentent des courants de fuite globalement très faibles. Il se peut toutefois que certains échantillons aient un courant de fuite plus élevé, comme illustré en figure 3.5 (Haut, Droite, lot B). Les détecteurs polycristallins présentent un niveau de courant de fuite plus élevé que les détecteurs monocristallins. À un champ de  $\pm 1 \,\mathrm{V} \cdot \mu\mathrm{m}^{-1}$ , les courants de fuite restent en dessous de 10 pA. D'autres échantillons polycristallins présentaient des courant de fuite supérieurs à un tel champ. On remarque toutefois que le courant de fuite peut atteindre une dizaine de nA pour des valeurs de champ plus importantes. Enfin, les détecteurs DOI présentent un courant de fuite sensiblement plus important que les détecteurs d'autres qualités cristallines. À un champ de  $0.33 \,\mathrm{V} \cdot \mathrm{\mu m^{-1}}$ , les deux échantillons présentent déjà un courant de fuite supérieur à 10 nA. Lorsque le champ atteint  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ , le courant de fuite atteint la centaine de nA, soit quatre ordres de grandeur supérieur aux détecteurs polycristallins. Afin de faciliter la comparaison des résultats obtenus, la table 3.3 récapitule les résultats obtenus pour chacun des échantillons à un champ électrique de  $\pm 1 \,\mathrm{V} \cdot \mu\mathrm{m}^{-1}$ , qui constitue une valeur de champ électrique de référence.

Par ailleurs, la tendance des courbes courant-tension renseigne sur la qualité du contact à l'interface métal/semi-conducteur. On remarque des courbes de forme logarithmique sur certains détecteurs ("E6-sCVD-lotA" à tension positive, ou bien "DOI-UnivAugsburg"). Ces courbes, représentées dans des graphes semi-log, traduisent la quasi linéarité de la réponse de ces détecteurs. Le comportement des contacts impliqués tend à montrer que ceux-ci s'approchent de contacts ohmiques. Dans les autres cas, la qualité du contact est plus difficilement qualifiable, et est discutée en sous-section 3.2.3. On remarquera enfin que des claquages peuvent également être observés. Une polarisation de -900 V, correspondant à un champ de 3 V · µm<sup>-1</sup>, est suffisante pour générer un courant supérieur à 1 mA dans le détecteur DOI Audiatec. Le diamant devient alors conducteur et est inutilisable en temps que détecteur.



FIGURE 3.5 – Mesures de courants de fuite obtenus pour divers échantillons diamants de différentes qualités cristallines. Haut : Deux échantillons monocristallins Element6.
Milieu : Deux échantillons polycristallins, un Element6 de grande taille et un DDK de petite taille. Bas : Deux échantillons DOI, un produit à l'Université d'Augsburg, l'autre produit par Audiatec.

Diamant	Type	Épaisseur (µm)	Tension (V)	Courant (A)
E6 sCVD lot A	Mono	517	-500	$3,47\cdot 10^{-14}$
			+500	$3,98 \cdot 10^{-12}$
F6 sCVD lotB	Mono	540	-550	$5,30\cdot 10^{-12}$
			+550	$2,22 \cdot 10^{-11}$
$F6$ pCVD $20 \times 20$ mm <sup>2</sup>	Poly	500	-500	$4,29 \cdot 10^{-11}$
			+500	$1,09\cdot 10^{-11}$
E6 pCVD 5×5mm?	Poly	300	-300	$1,48 \cdot 10^{-12}$
			+300	$2,90 \cdot 10^{-12}$
DOI UnivAugeburg	DOI	300	-300	$7,45 \cdot 10^{-8}$
			+300	$1,30\cdot 10^{-7}$
DOI AuDiaTec	DOI	300	-300	$7,34 \cdot 10^{-8}$
			+300	$8,61 \cdot 10^{-8}$

TABLE 3.3 – Comparaison des courants de fuite obtenus pour différents détecteurs à un champ électrique avoisinant les  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ .

# 3.2.3 Discussion

Le développement de ce banc de test remplit plusieurs objectifs. Le premier est de pouvoir observer et étudier le comportement des échantillons diamant métallisés lorsque ces derniers sont polarisés et non exposés à une excitation extérieure. L'estimation des courants de fuite nous permet d'inférer un comportement des détecteurs en mode impulsionnel et d'estimer à quelle tension de polarisation on peut les utiliser. Le second est qu'il permet de mettre en évidence la différence de qualité cristalline entre les différents détecteurs. Les échantillons DOI présentent une forte densité de dislocations, comme on peut l'observer en figure 4.10. Ces dernières favorisent l'augmentation des courants de fuite. Enfin, la qualité des contacts réalisés peut également être mise en évidence.

Il convient toutefois de préciser que cette méthode de caractérisation n'est pas standard dans la communauté des détecteurs diamant et qu'elle souffre de plusieurs sources de biais de mesures. Le premier est que le dispositif a pour but de mesurer des courants extrêmement faibles alors que les détecteurs sont testés avec des câbles coaxiaux susceptibles de générer leur propre bruit de fond. Ce biais est toutefois pondéré par le fait que l'on ait pu mesurer des courants de fuite de valeurs très différentes avec le même dispositif sur différents détecteurs; ce qui tend à montrer que cette influence est relativement faible sur la pertinence de la mesure.

D'autre part, la réponse des détecteurs est également sensible aux conditions hygrométriques. Ces facteurs vont influer sur la conductivité de surface des électrodes et peuvent faire varier la réponse d'un même détecteur. À l'origine, le choix avait été fait de travailler sous atmosphère ambiante pour évaluer la réponse des détecteurs en conditions réelles d'utilisation, telle que sur une ligne de faisceau ou une salle de traitement. Un moyen de se prémunir de cette dépendance aux conditions environnementales serait d'implémenter un système d'atmosphère contrôlée dans le dispositif, avec une circulation de diazote sec. L'humidité serait alors contrôlée afin de réduire ce biais de mesure.
L'ajout d'un anneau de garde lors de la métallisation des détecteurs peut également permettre de réduire les contributions parasites au courant de fuite, en supprimant la contribution des courants de surface aux courants de fuite totaux. On mesurera alors seulement la contribution de signal induit par la dérive de charges dans le volume sensible du détecteur, le courant de surface étant évacué à la masse.

# 3.3 Propriétés des porteurs de charge : Transient Current Technique

La Transient Current Technique est la technique expérimentale de référence utilisée pour l'évaluation des propriétés de transport de charges dans les semi-conduteurs, et dans le diamant en particulier. Cette technique est aussi historiquement appelée "technique de temps-de-vol" dans la littérature scientifique, et continue de l'être dans les milieux de la physique de la matière condensée. La notion de temps-de-vol dans le cas présent ne correspond pas à la même notion que celle utilisée en physique subatomique. On utilisera donc la dénomination de Transient Current Technique dans ce qui suit pour lever toute ambiguïté sur la qualification de temps-de-vol, qui est une question centrale dans ce manuscrit, l'appellation littérale de courant transitoire n'étant pas usitée.

### 3.3.1 Matériel et méthodes

#### 3.3.1.1 Principe de la technique

L'évaluation des propriétés des porteurs de charge dans le diamant se fait à l'aide d'une source de rayonnement  $\alpha$ . Une source  $\alpha$  commerciale est généralement constituée d'un ou plusieurs isotopes dont les particules  $\alpha$  émises ont une énergie cinétique initiale de quelques MeV. Du fait de leur masse et de leur faible énergie, les particules  $\alpha$  ont une pénétration très faible mais bien définie dans le diamant. La source utilisée dans ce banc de test est une source <sup>241</sup>Am. Elle présente un spectre d'émission essentiellement constitué de cinq raies dont les énergies et intensités sont rappelées en table 3.4. Sa demi-vie est de 432 ans. Une simulation SRIM permet d'estimer le parcours des particules  $\alpha$  à 13,6 ± 0,2 µm (l'incertitude donnée est la valeur de straggling longitudinal) dans le diamant, pour la raie principale de la source (cf figure 3.6).

TABLE 3.4 – Énergies et intensités des principales raies $\alpha$ de la source <sup>241</sup> Am. Données extraites
de l'application LARA du Laboratoire National Henri Becquerel. Source : http
//www.lnhb.fr/donnees-nucleaires/module-lara/.

Énergie $E^i_{\alpha}$ (keV)	Intensité $\epsilon_i$ (%)
$5388,\!25$	1,66
$5442,\!86$	13,23
$5485,\!56$	84,45
$5511,\!46$	$0,\!23$
$5544,\!11$	$0,\!38$

Il résulte de cette simulation que le parcours des particules  $\alpha$  dans le diamant est très faible comparé à son épaisseur (entre 300 et 500 µm). De plus, en utilisant le fait que l'énergie moyenne

de création d'une paire électron/trou  $\varepsilon_{e/h}$  a été mesurée à de nombreuses reprises autour de 13,2 eV [Canali, 1979], on peut déterminer la charge  $Q^i_{\alpha}$  générée par l'interaction d'une particule  $\alpha$  d'une raie *i* dans le diamant :

$$Q^{i}_{\alpha} = \frac{E^{i}_{\alpha}}{\varepsilon_{e/h}} \times e \,. \tag{3.1}$$

Si la résolution en énergie des détecteurs le permet, on peut identifier indépendamment les différentes raies et mesurer les différentes  $Q^i_{\alpha}$  correspondants. Dans le cas où le détecteur n'a pas la résolution suffisante, on peut estimer la charge moyenne  $\langle Q \rangle_{\alpha}$  en calculant à partir des données du tableau 3.4. La charge moyenne générée par les particules  $\alpha$  de la source de <sup>241</sup>Am est alors :

$$\langle Q \rangle_{\alpha} = \frac{e}{\varepsilon_{e/h}} \cdot \frac{\sum_{i} E_{\alpha}^{i} \cdot \epsilon_{i}}{\sum_{i} \epsilon_{i}} = \frac{\sum_{i} Q_{\alpha}^{i} \cdot \epsilon_{i}}{\sum_{i} \epsilon_{i}} = 67 \,\text{fC} \,. \tag{3.2}$$

Les particules  $\alpha$  génèrent donc, en moyenne, une charge de 67 fC à proximité immédiate de l'électrode qu'elles ont traversée en interagissant dans le détecteur diamant. Il y a donc une génération de charge très asymétrique dans le diamant. En le polarisant, on peut alors faire migrer ces charges à l'intérieur du volume du détecteur. Selon la polarisation utilisée, un des deux porteurs de charges va donc migrer sur une épaisseur maximale de 13,6 µm et l'autre sur presque toute l'épaisseur du détecteur. En l'absence de recombinaison, la même charge absolue  $Q_{\alpha}$  va dériver selon les lignes de champ électrique dans deux directions opposées selon la polarité de la charge (trous ou électrons). Le porteur de charges dérivant en direction de l'électrode d'entrée va générer un courant très bref et intense. À l'inverse, le porteur de charges dérivant à travers l'épaisseur du diamant va générer un courant de valeur bien plus faible et constant dans le temps. En application directe du théorème de Shockley-Ramo [Shockley, 1938, Ramo, 1939], on en déduit la forme des impulsions de courant générées par la dérive des deux porteurs de charges (figure 3.6).



FIGURE 3.6 – Gauche : Courbe de dépôt d'énergie de particules  $\alpha$  de 5,486 MeV dans le diamant, obtenue par simulation SRIM. Droite : Forme des impulsions de courant générées par les porteurs de charge après interaction de particules  $\alpha$  de 5,486 MeV dans un diamant de 500 µm, sous l'effet d'un champ électrique de 1 V · µm<sup>-1</sup>. La figure de droite est extraite de [Weiss, 2014] p.51.

On peut alors relier la durée des impulsions au temps de dérive des charges dans le diamant. À partir de ce temps de dérive, on peut alors déduire la vitesse de dérive des charges, ainsi que d'autres propriétés (mobilité des porteurs de charges, vitesse de saturation, charge d'espace effective). D'autre part, il est à noter qu'en pratique une certaine filtration des signaux est opérée par la chaîne de détection. En effet, le détecteur est fondamentalement un condensateur de capacité  $C_D$  couplé à l'impédance d'entrée  $R_{in}$  d'un préamplificateur de courant large-bande, généralement de 50  $\Omega$ . Il en résulte une mise en forme du signal directement dépendante de la constante de temps  $\tau = R_{in}C_D$  et illustrée de manière prononcée sur la courbe grise de la figure 3.6 (Droite), qui atténue totalement l'impulsion brève des porteurs opposés. En tenant compte des capacités parasites, la capacité d'entrée est typiquement de quelques pF. Si on suppose une capacité totale de 5 pF, alors  $\tau = 250$  ps et la fréquence de coupure du filtre passe-bas associé à ce circuit RC est de 637 MHz. Il résulte de cela que du fait de la mise en forme induite par l'électronique de lecture des signaux, en pratique, on n'observe jamais la contribution du porteur de charges qui dérive vers l'électrode d'entrée dans cette configuration. Cette contribution est atténuée. On peut alors, selon la polarisation utilisée, étudier indépendamment les propriétés de transport des trous ou des électrons en sélectionnant le porteur de charge qui va dériver sur l'épaisseur quasi-totale du volume de détection. Ceci constitue le principe de base de la Transient Current Technique (TCT). C'est une méthode très répandue dans la caractérisation de détecteurs semi-conducteurs et diamant en particulier Pernegger, 2005, Pomorski, 2006, Pomorski, 2015, Valentin, 2015, Weiss, 2016a, Berdermann, 2019, Dorfer, 2019].

La TCT permet également d'évaluer la charge d'espace effective présente dans les détecteurs. Celle-ci peut être inhérente au détecteur, due à la présence de défauts ou espèces chimiques étrangères (bore, azote) dans la structure cristalline, ou encore résultant de l'interaction de particules de très haut TEL dans le détecteur. Dans les deux cas, le champ électrique extérieur  $\overrightarrow{E_0} = -\overrightarrow{\nabla}(V)$  est partiellement écranté par un champ local  $\overrightarrow{E_{loc}}$  de sorte que le champ effectif  $\overrightarrow{E_{eff}}$  réellement perçu par un porteur de charge libre dans le volume de détection s'exprime par  $\overrightarrow{E_{eff}} = \overrightarrow{E_0} + \overrightarrow{E_{loc}}$ . Selon le porteur de charge étudié et la polarité de cette charge d'espace effective et localisée, cette dernière va participer à augmenter ou diminuer la vitesse de dérive des charges à travers l'épaisseur du détecteur. La figure 3.7 met en évidence ce phénomène dans le cas d'une charge d'espace effective positive dans le détecteur.

La variation du courant observée dans la phase de dérive des charges n'est ici pas due à une variation de la quantité de charges en mouvement mais à une variation de leur vitesse de dérive résultant de cette charge d'espace effective. Celle-ci existe toujours dans le détecteur. Elle peut cependant être suffisamment faible pour ne pas pouvoir être observée de manière aussi nette qu'en figure 3.7. On parlera alors de régime de charge d'espace effective limitée. La seconde conséquence de la présence d'une charge d'espace effective est que cette dernière aura une influence sur le temps de montée du signal. Dans des conditions de mesure comparables, un plus long temps de montée renseigne donc sur la présence de cette charge d'espace effective.

#### 3.3.1.2 Dispositif expérimental

Dans le cadre de cette thèse, j'ai donc participé à l'élaboration d'un banc de test permettant de réaliser des études TCT sur les détecteurs diamant. Pour cela, nous avons développé une chambre à vide primaire à même de pouvoir contenir un détecteur diamant à tester et la source



FIGURE 3.7 – Signaux observés en présence d'une charge d'espace positive. Gauche : dérive des trous (polarisation négative dans ce cas). Droite : dérive des électrons (polarisation positive ici). Dans les deux cas, les différents signaux correspondent à la même excitation primaire générée par des particules  $\alpha$  d'une source de <sup>241</sup>Am dans un diamant monocristallin de 470 µm, avec des tensions de polarisation croissantes. Extrait de [Pernegger, 2005].

de <sup>241</sup>Am. La source est vissée sur un support coulissant permettant de faire varier sa position relative par rapport au détecteur, qui lui est placé sur un support dédié. En vide primaire, en faisant varier cette position, on peut faire varier l'angle solide par lequel le détecteur est exposé à la source. Si la pression à l'intérieur de la chambre est supérieure à celle d'un vide primaire, en faisant varier cette distance, on peut également faire varier le dépôt d'énergie et le parcours des particules  $\alpha$  dans le détecteur, ces dernières perdant une partie de leur énergie en interagissant dans l'air entre la source et le détecteur. La principale limite ici est que le parcours des particules  $\alpha$  est directement dépendant de leur énergie. Si les particules  $\alpha$  interagissent dans le détecteur avec une énergie trop faible ils ne seront pas détectables. Le détecteur est lui disposé en face de la source, à une position fixe. On peut toutefois le faire pivoter selon un axe perpendiculaire à la direction d'irradiation de sorte à pouvoir changer la face irradiée sans casser le vide et ouvrir la chambre. Du fait du parcours très faible des particules  $\alpha$  ne peuvent donc interagir dans le détecteur pour la source. les particules  $\alpha$  ne peuvent donc interagir dans le détecteur que sur sa surface sensible.

Deux passages de câble BNC permettent d'apporter la haute tension dans la chambre et d'extraire les signaux du détecteur en dehors de la chambre à vide. À l'intérieur de la chambre, le détecteur testé est relié aux passages de câble par des câbles SMA de 15 cm de long. À l'extérieur, des préamplificateurs de courant large-bande CIVIDEC C2-HV sont utilisés pour lire les signaux de courant générés dans le détecteur. La source de tension utilisée est celle d'un picoampèremètre Keithley 6487, permettant des inversions électroniques de la tension de polarisation. Étant donnée qu'elle peut atteindre  $\pm 500$  V, et que les détecteurs testés ont des épaisseurs variant entre 300 et 517 µm, ces derniers ont pu être testés jusqu'à des champs électriques de 1,67 et 0,97 V · µm<sup>-1</sup>, respectivement. Les signaux sont ensuite numérisés dans un oscilloscope LeCroy rapide (4 GHz, 20GS/s). Cette chaîne de lecture doit être large-bande. Comme montré en figure 3.6, la bande passante du système va influer sur la forme du signal observé. Or, la TCT est basée sur la mesure des paramètres de forme des impulsions. La chaîne



FIGURE 3.8 – Montage expérimental développé pour l'évaluation des propriétés électroniques et du transport des porteurs de charges dans les détecteurs diamant.

de lecture doit donc éviter de biaiser la mesure en filtrant le signal primaire. On peut alors acquérir les signaux et réaliser une analyse hors ligne pour déduire les propriétés des porteurs de charge.

#### 3.3.1.3 Développement d'un programme de pilotage et d'inversion de la polarisation

Du fait que les particules  $\alpha$  génèrent une charge importante sur un très petit parcours, nous avons pu observer pour certains détecteurs diamant un effet de polarisation interne induisant une sévère dégradation du niveau de signal au cours du temps, phénomène également reporté dans la littérature [Valentin, 2015]. Un moyen simple de lutter contre cet effet de polarisation est de réaliser des inversions périodiques de la polarité de la tension utilisée [Guthoff, 2013, Rebai, 2016, Holmes, 2019]. Dans cette optique, j'ai développé un programme de contrôle de la source de tension sous LabVIEW. En plus de permettre un contrôle standard de la source via une interface graphique, le programme permet de définir et d'automatiser des inversions périodiques de la tension de polarisation. Une capture présentée en figure 3.9 illustre l'interface graphique pensée pour ces deux utilisations.

Lors de son utilisation pour réaliser des inversions périodiques de la polarisation, le programme permet de définir six paramètres pour ajuster les inversions aux besoins de l'utilisateur. Ce dernier peut définir :

- la tension d'opération, tension à laquelle on souhaite acquérir les traces,
- le temps passé à la tension d'opération,
- la tension utilisée pour inverser la polarisation,
- le temps passé à la tension d'inversion,
- la valeur de palier de tension pour passer de la tension de polarisation à la tension d'inversion,

😰 KeithleyAsVoltageS – 🗆 🛛	😰 KeithleyAsVoltageS – 🛛 🗆 🛛
Output Reverse Biaising Looping	Output Reverse Biaising Looping
Actual Voltage (V) 0 STOP	Actual Voltage (V) 0 STOP
Std mode Reverse bias loop mode	Std mode Reverse bias loop mode
VISA Keithley 1	Operation
	O_Voltage (V) O_Duration (s)
Activate output	× 500 × 90
Output OFF	Reverse biasing
Std Voltage (V)	RB_Voltage (V) RB_Duration (s)
	× -500 × 20
	Ramping
K1 error in error out	Step Volt. (V) Step time (s)
status code	× 100 × 1
source	Start Looping

- FIGURE 3.9 Capture de l'interface graphique du programme de pilotage de la source de tension, développé sous LabVIEW. Ce programme est principalement utilisé pour automatiser des inversions périodiques de la polarisation, afin de lutter contre la dégradation du niveau de signal observée au cours du temps.
  - la temps passé à chaque palier (des variations trop brusques de la tension pouvant générer des instabilités dans la réponse du détecteur).

La procédure d'inversion périodique peut être lancée et stoppée à tout moment. Lorsqu'elle est arrêtée, la tension reste celle qu'elle était au moment où l'utilisateur a demandé son arrêt. Le programme prévoit enfin la possibilité de couper complètement la haute tension et la communication avec l'instrument en cas de problème lors d'expériences sur faisceaux. La figure 3.10 met en évidence les effets de l'inversion périodique de la tension de polarisation aux bornes d'un détecteur polycristallin exposé à la source d'américium. La figure 3.10 (Gauche) illustre la variation du taux de comptage mesuré sur le détecteur en fonction du temps et compare les effets de deux cycles d'inversion ayant des structures temporelles différentes. On remarque que lorsque le temps passé à la tension d'opération est relativement bref et celui passé à la tension d'inversion relativement important (ici 144s pour les deux), le taux de comptage moven est conservé au cours du temps. Dans le cas où un temps plus important (ici 258 s) est passé à la tension d'opération, une dégradation du taux de comptage est observé. Les inverses brèves de la tension (30 s) de polarisation ne suffisent pas à infléchir la tendance qui persiste à travers les cycles d'inversion consécutifs. On peut faire la même constatation sur le signal en charge produit par le détecteur au cours du temps. La figure 3.10 (Droite) illustre l'évolution de la réponse spectroscopique moyenne du détecteur sur l'ensemble des événements d'une période du cycle en fonction de la période considérée (et donc en fonction du temps). Là encore, si la réponse du détecteur reste relativement constante dans le temps dans le premier cas, celle-ci se dégrade au cours du temps lorsque les périodes d'opération sont trop longues et les périodes d'inversion trop brèves.



FIGURE 3.10 – Gauche : Évolution du taux de comptage mesuré sur un détecteur polycristallin de 4 cm<sup>2</sup> exposé à la source de rayonnement alpha et soumis à une inversion périodique de sa tension de polarisation, avec deux structures temporelles différentes (OP : durée à la tension d'opération, RB : durée à la tension d'inversion). Droite : Canal ADC moyen mesuré sur l'ensemble des événements de chaque période à la tension d'opération en fonction du temps. Dans les deux cas, le champ de polarisation est de  $+0.6 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$  et le champ d'inversion de  $-0.6 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ .

En dehors des tests avec une source  $\alpha$ , ce programme a notamment été utilisés lors de tests réalisés sur le spectromètre LOHENGRIN à l'Institut Laue Langevin pour tester la réponse des détecteurs diamant à des fragments de fission. Dans ce cas, les densités d'ionisation sont encore bien plus importantes que dans le cas de la source  $\alpha$  et il devient nécessaire de pouvoir supprimer ou stabiliser la tension de polarisation.

#### 3.3.1.4 Méthode d'analyse

L'analyse TCT se base essentiellement sur la forme des impulsions numérisées. On peut échantillonner la réponse des détecteurs en fonction de la valeur de champ électrique appliquée. Pour chaque valeur de champ, on peut réaliser une acquisition de quelques centaines de signaux ou acquérir une trace moyenne pré-calculée par l'oscilloscope. Dans les deux cas, et d'après ce qui a été présenté en sous-section 3.3.1.1, dans le cas où le phénomène de recombinaison des charges est négligeable, la durée du signal acquis (et donc sa largeur) est un estimateur du temps de dérive des charges à travers l'épaisseur du diamant. Ici, la largeur à mi-hauteur du signal FWHM (pour *Full Width at Half Maximum* en anglais) est considérée comme une mesure du temps de dérive des charges. Ce temps de dérive  $\tau_{dr}(E)$  permet donc d'obtenir une estimation de la vitesse moyenne de dérive des charges à la valeur de champ utilisée  $v_{dr}$ :

$$v_{dr}(E) = \frac{d}{\tau_{dr}(E)} = \frac{d}{FWHM_{trace}},$$
(3.3)

où d désigne l'épaisseur du volume actif du détecteur considéré. La largeur à mi-hauteur du signal peut être mesurée de deux manières. Dans le cas général, l'amplitude du signal est mesurée et on cherche, dans les fronts de montée et de descente du signal, les échantillons

encadrant la valeur de 50% de l'amplitude. On estime alors la valeur de temps dans les deux fronts par interpolation linéaire. La FWHM est alors la différence de temps entre ces deux instants. Toutefois, lorsque le rapport signal-sur-bruit est faible, l'algorithme peut détecter le temps à 50% à d'autres instants de la trace que dans les fronts. Une autre méthode a également été implémentée pour pallier cet effet. Dans le cas de signaux sans recombinaison et en régime de charge d'espace limité, on peut ajuster les traces individuellement par la loi normale généralisée d'expression :

$$f(t) = \frac{A\beta}{2\alpha\Gamma(1/\beta)} \cdot e^{-\left(\frac{|t-\mu|}{\alpha}\right)^{\beta}}, \qquad (3.4)$$

où  $\mu$  est le centre,  $\Gamma(1/\beta)$  exprime la fonction gamma évaluée en  $1/\beta$ , et A,  $\alpha$  et  $\beta$  sont des réels strictement positifs, respectivement paramètres d'échelle et de forme de la fonction. On peut alors déterminer analytiquement la FWHM des signaux en résolvant l'équation f(t) = A/2. Cette équation a deux solutions  $t_{rise}$  et  $t_{fall}$  et la FWHM s'exprime comme la différence entre ces deux solutions :

$$FWHM = t_{fall} - t_{rise} = 2\alpha \sqrt[\beta]{\ln 2}.$$
(3.5)

On peut alors réaliser une étude de la vitesse de dérive en fonction du champ appliqué  $v_{dr} = f(E)$ . À faible champ, la mobilité des porteurs de charges  $\mu_{e/h}$  représente le lien entre la vitesse de dérive et la valeur du champ appliqué :

$$v_{dr}(E) = \mu E \,. \tag{3.6}$$

Cette équation présente un comportement asymptotique divergent qui ne peut correspondre à un phénomène physiquement possible. En réalité, la vitesse de dérive des charges finit par atteindre un niveau de saturation  $v_{sat}$ . Les auteurs de [Caughey, 1967, Canali, 1975] ont utilisé un modèle qui tient compte de la saturation de la vitesse de dérive à haut champ, à la base pour le silicium :

$$v_{dr}(E) = v_{sat} \cdot \frac{E/E_c}{\left[1 + (E/E_c)^{\beta}\right]^{1/\beta}},$$
(3.7)

où  $v_{sat}$ ,  $E_c$  et  $\beta$  sont des paramètres d'ajustement.  $E_c$  est appelé champ critique et correspond à la valeur de champ électrique pour laquelle les charges atteignent la vitesse de saturation  $(v_{sat} = \mu E_c)$ .  $\beta$  est un paramètre dépendant de la température et a une valeur proche de 1 à une température de 300 K. En utilisant ces deux éléments, on peut réécrire l'expression :

$$v_{dr}(E) = \frac{\mu_0 E}{1 + \frac{\mu_0 E}{v_{ext}}},$$
(3.8)

où  $\mu_0$  est la mobilité des porteurs de charge à champ faible. En effet, on remarque que si E est petit, alors l'équation 3.8 tend vers l'équation 3.6. Les auteurs de [Canali, 1979] ont par la suite appliqué ce modèle au diamant naturel. Ce modèle est aujourd'hui le modèle de référence pour la *Transient Current Technique*, dans le cadre de l'évaluation des propriétés de transport de charges dans les diamants CVD. La mobilité des porteurs de charges  $\mu_0$  et la vitesse de saturation des charges  $v_{sat}$  sont donc obtenues par ajustement des courbes de vitesses de dérive en fonction de la valeur du champ électrique appliqué sur le détecteur.

#### 3.3.2 Résultats

Afin d'illustrer la procédure d'analyse, les résultats qui suivent sont ceux obtenus avec un diamant monocristallin Element6 de dimensions  $4, 6 \times 4, 6 \times 0,540 \text{ mm}^3$ , métallisé sur chaque face avec des électrodes carrées de Ti/Al (6 nm de titane, 100 nm d'aluminium). La figure 3.11 représente les traces moyennées des signaux obtenus pour différentes valeurs de champ électrique (Gauche : dérive de trous, Droite : dérive d'électrons). La gamme de tension utilisée pour les trous va de -30 à -350 V (0,06 à  $0,64 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ ) et la gamme utilisée pour les électrons va de +30 à 450 V (0,06 à  $0,83 \text{ V} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ ).



FIGURE 3.11 – Gauche : Signal moyen de dérive de trous observés dans un détecteur monocristallin Element6 de 540 µm d'épaisseur, pour des valeurs croissantes de champ électrique (de 30 à 350 V). Droite : Signal moyen de dérive d'électrons pour le même détecteur (de 30 à 450 V).

Dans les deux cas, les signaux observés démontrent une recombinaison négligeable, traduisant de la haute qualité de l'échantillon testé et de son excellente capacité de collecte de charges, aussi bien pour les trous que pour les électrons. Une fois la saturation de la collecte de charges atteinte, la charge contenue dans l'intégrale de traces ne varie plus avec l'augmentation du champ électrique. Toutefois la vitesse de dérive des porteurs de charges augmente, ce qui diminue leur temps de dérive dans le volume du détecteur. La conséquence directe de cela est une augmentation du courant induit pour une même charge lorsque la valeur de champ électrique augmente. En appliquant la méthode basée sur la loi normale généralisée (équation 3.4), on obtient pour chaque trace un ajustement et une valeur de FWHM. Si le  $\chi^2_{reduit}$  de l'ajustement est inférieur à 3, la valeur de FWHM de la trace est conservée. Pour chaque valeur de champ, on calcule la valeur moyenne de FWHM obtenue par l'ajustement des traces conservées. En appliquant alors l'équation 3.3, on peut alors représenter la vitesse de dérive des porteurs de charges en fonction du champ électrique de polarisation. La figure 3.12 illustre le résultat obtenu. Pour les deux porteurs de charge, la vitesse de dérive croît de manière pseudo-linéaire à faible valeur de champ. Pour des champs plus élevés, la vitesse de dérive tend vers une valeur de saturation. Celle-ci est nettement plus faible pour les électrons que pour les trous. C'est une caractéristique que l'on retrouve dans l'intégralité des mesures que nous avons menées sur



FIGURE 3.12 – Gauche : Vitesse de dérive des trous dans un détecteur monocristallin Element6 de 540 µm d'épaisseur en fonction de l'intensité du champ électrique de polarisation. Droite : Vitesse de dérive des électrons en fonction du champ électrique pour le même détecteur.

différents détecteurs. On ajuste ensuite ces courbes par le modèle empirique de l'équation 3.8. Celui-ci nous donne alors les valeurs de mobilité des porteurs de charge à faible champ  $\mu_{0,h}$  et  $\mu_{0,e}$ , ainsi que les vitesses de saturation  $v_{sat}^h$  et  $v_{sat}^e$  (table 3.5). La mobilité et la vitesse de dérive des porteurs de charges contient une information importante sur la rapidité de la réponse des détecteurs. Les valeurs sont, dans le cas présent, très élevées; ce qui traduit la capacité de ce détecteur à générer des signaux très rapides.

TABLE 3.5 – Mesure de la mobilité et de la vitesse de saturation des porteurs de charges dans<br/>un détecteur monocristallin Element6 par la méthode TCT.

	$\mu_0 \ (cm^2/V/s)$	$v_{sat} \ (\mu m/ns)$
trous	$2616 \pm 31$	$130 \pm 2$
électrons	$2375 \pm 31$	$78 \pm 1$

#### 3.3.3 Discussion

La mise en place d'un banc de test pour l'analyse TCT nous a permis de pouvoir caractériser les propriétés de transport de charges dans les détecteurs diamant. La forme des signaux apporte une première indication de la qualité des détecteurs. Elle renseigne également sur la charge d'espace effective dans le volume de détection. La vitesse de dérive des charges, leur mobilité et leur vitesse de saturation sont directement liées à la capacité de l'échantillon testé à fonctionner à très fort taux de comptage. Comme on a pu le montrer en figure 3.12, la vitesse de dérive tend vers une vitesse de saturation. Augmenter le champ de polarisation ne va pas permettre de réduire le temps de montée du signal, régit par la capacité du détecteur. Par contre, la durée du signal dépend directement du champ appliqué. En travaillant à haut champ, on peut donc réduire la durée des signaux et augmenter le rapport signal-sur-bruit. Il y a alors un compromis à trouver entre le gain obtenu en termes de performance temporelle et de comptage, et le risque d'instabilité et de claquages généré par la haute tension. Ce compromis est par ailleurs limité par les concentrations d'impuretés et de dislocations dans le détecteur.

L'estimation des paramètres  $\mu_0$  et  $v_{sat}$  est pour le moment limitée à une gamme de champ ne dépassant pas  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$  pour les différents types de détecteurs. À l'heure actuelle, nous observons des claquages très fréquemment lors des tests pour des champs supérieurs à cette valeur. Ces claquages se produisent sous vide primaire mais pas à l'air. La qualité des contacts peut être à l'origine de ce problème, qui est en cours d'investigation. Reproduire l'analyse sur une plus grande gamme de champ permettra d'affiner et compléter la mesure des propriétés de transport des porteurs de charges dans le diamant.

# 3.4 Résolution en énergie et efficacité de collecte de charges

#### 3.4.1 Matériel et méthodes

#### 3.4.1.1 Dispositif expérimental

La résolution en énergie et l'efficacité de collecte de charges sont deux paramètres très importants dans la caractérisation des échantillons. Ils traduisent les capacités spectroscopiques de ces derniers et définissent dans une certaine mesure leur viabilité à être utilisés en tant que détecteurs. Pour rappel, l'efficacité de collecte de charges est la proportion de la charge générée dans le détecteur effectivement collectée. Les deux caractéristiques sont évaluées avec des particules  $\alpha$  dans le vide, sur le même banc de test que celui présenté en section 3.3.1.2. La différence essentielle est l'utilisation, cette fois-ci, d'une chaîne d'électronique et d'acquisition dédiée à la mesure de spectroscopie (figure 3.13). Le préamplificateur de courant est remplacé par un préamplificateur de charge inverseur, de gain unitaire, avec une capacité de 1 pF et une résistance de 10 M $\Omega$ , soit une constante de temps de 10 µs. L'entrée est adaptée 50  $\Omega$ .

L'utilisation du préamplificateur de charges permet d'intégrer l'impulsion de courant induit par la dérive des charges suite à l'interaction des particules  $\alpha$  dans le détecteur et de la convertir en signal de tension. On perd alors l'information de la forme de l'impulsion originelle, au profit d'une amélioration du rapport signal-sur-bruit. Du fait de l'intégration du signal, l'information sur la charge mesurée est maintenant contenue dans l'amplitude de l'impulsion de tension en sortie du préamplificateur de charges. Cette dernière est ensuite envoyée en entrée d'un module NIM d'amplification et de mise en forme Ortec 572. Le temps de mise en forme est de 1 µs. Le gain utilisé est choisi de manière à s'adapter à la gamme dynamique de l'analyseur multi-canal utilisé pour numériser l'amplitude des signaux en sortie unipolaire du module de mise en forme. Les autres sorties disponibles permettent d'observer et numériser les impulsions en parallèle de l'acquisition en les visualisant sur un oscilloscope.

L'analyseur multi-canal possède un convertisseur analogique-numérique 16 bits, sur une gamme de 0-10 V. Il peut être utilisé en auto-déclenchement (avec un seuil réglable) et possède également une entrée de déclenchement externe au format NIM. Il est interfacé en USB et est contrôlé à distance par un logiciel développé en C++ avec la plateforme Qt. Le logiciel, l'ana-



FIGURE 3.13 – Montage expérimental développé pour la mesure de l'efficacité de collecte de charges et la résolution en énergie de détecteurs diamant.



FIGURE 3.14 – Gauche : signal produit par un détecteur monocristallin Element6 numérisé en sortie du préamplificateur de charges, suite à l'interaction d'une particule  $\alpha$  de la source de <sup>241</sup>Am. Droite : signal produit par un détecteur monocristallin Element6 numérisé en sortie du module d'amplification et de mise en forme.

lyseur multi-canal et le préamplificateur de charges ne sont pas des produits commerciaux mais ont été développés au service électronique du LPSC, à l'origine pour des applications diverses.

#### 3.4.1.2 Procédure de calibration

La calibration de la chaîne d'électronique se fait à l'aide d'une entrée test dont dispose le préamplificateur de charges. Un générateur d'impulsions, associé à un atténuateur de 14 dB, est utilisé pour envoyer des créneaux de tension en entrée test. Une capacité  $C_{test}$  de 1 pF intègre la charge injectée. Les impulsions de tension obtenues sont ensuite mises en forme et numérisées par le système d'acquisition. On mesure pour différentes valeurs d'amplitude des créneaux, l'amplitude de ces derniers après l'atténuateur  $V_{in}$ . La charge injectée est donc  $Q_{in} = C_{test}V_{in}$ . Pour différentes charges  $Q_{in}$ , on mesure un nombre de canaux correspondant. Une courbe de calibration typique est représentée en figure 3.15. La corrélation entre la charge injectée et le numéro de canal lu nous donne la relation affine permettant la calibration de la chaîne d'électronique.



FIGURE 3.15 – Gauche : Réponse de la chaîne d'électronique à des injections de charges croissantes. Droite : Courbe de calibration typiquement obtenue pour l'évaluation de la charge mesurée sur le banc de spectroscopie  $\alpha$ .

La principale limitation de cette méthode de calibration provient du fait que les condensateurs de capacité aussi faible que 1 pF sont généralement vendus avec une incertitude annoncée de ±10%. Cette incertitude se propage à la charge injectée  $Q_{in}$  et donc à toute la procédure de calibration. Un moyen d'améliorer la précision de la calibration serait d'utiliser un détecteur silicium tel que des détecteurs planaires passivement implantés (en anglais *Passively Implanted Planar Silicon, PIPS*) [Shimaoka, 2016, Skukan, 2019, Zahradnik, 2020]. Les détecteurs PIPS ont une efficacité de collecte de charges de 100% et une résolution en énergie pour la détection de particules  $\alpha$  de quelques ‰. En identifiant les différentes raies  $\alpha$  de la source de <sup>241</sup>Am, on peut déterminer la charge associée au nombre de canaux mesuré (l'énergie de création de paire électron/trou dans le silicium  $\varepsilon_{Si}$  est de 3,6 eV). L'équation  $Q_{diam}/\varepsilon_{diam} = Q_{Si}/\varepsilon_{Si}$  nous permet alors de déterminer la charge des impulsions produites par le détecteur diamant.

#### 3.4.1.3 Méthode d'analyse

La détermination de la charge générée par l'interaction d'une particule  $\alpha$  est obtenue par le calcul du centroïde  $\langle Q \rangle$  de la distribution obtenue sur le spectre. Celui-ci est calculé sur un ensemble de cellules de l'histogramme comprises entre deux seuils, respectivement avant et après la zone d'intérêt dans le spectre. Sur le même ensemble de cellules, la valeur *RMS* nous donne une estimation de la résolution en énergie :

$$\frac{\sigma_{\varepsilon}}{\varepsilon} = \frac{RMS}{\langle Q \rangle} \,. \tag{3.9}$$

Si la résolution en énergie est de quelques dixièmes de pourcent, on peut commencer à distinguer les différentes raies  $\alpha$  [Pomorski, 2006, Shimaoka, 2016]. On peut alors sélectionner la raie principale pour déterminer la résolution en énergie. Par ailleurs, en connaissant la charge générée par une particule  $\alpha$  (pour rappel,  $Q_{\alpha} = 67$  fC à 5,48 MeV d'après l'équation 3.1), on obtient l'efficacité de collecte de charges au champ considéré CCE(E) par le rapport :

$$CCE(E) = \frac{\langle Q \rangle (E)}{Q_{\alpha}}.$$
(3.10)

La valeur de CCE qui sera conservée pour qualifier le détecteur sera la valeur maximale obtenue, à la valeur de champ pour laquelle le régime de saturation de la collecte de charges est atteint.

#### 3.4.2 Résultats

Au cours de ce travail de thèse, des échantillons de diverses qualités cristallines ont été testés avec l'aide de ce banc de test. La figure 3.16 permet d'illustrer les différences de réponse entre les différents détecteurs. Pour les quatre détecteurs présentés ici, nous sommes dans une configuration où les porteurs de charges transitant à travers l'épaisseur du diamant sont les électrons. On remarque en premier lieu que le détecteur monocristallin produit bien un signal correspondant à la charge générée par l'interaction des particules  $\alpha$  dans le diamant. De plus, le spectre de raies de la source est restitué, même si les différentes raies ne sont pas distinguables du fait de la résolution en énergie du détecteur. La charge mesurée est de 66,  $13 \pm 0.72$  fC, ce qui correspond à une efficacité de collecte de charges de 98,  $7 \pm 1, 1\%$ . Les détecteurs polycristallins ne sont pas capables de restituer fidèlement le spectre de la source de <sup>241</sup>Am. Dans le cas du détecteur polycristallin Element6, ce dernier présente une réponse continue entre 0 et des valeurs proches d'une collecte de charges complète. La valeur moyenne de charge collectée reste faible, évaluée à 20,  $4 \pm 13,0$  fC ici, soit une efficacité de collecte de charges de 30,  $4 \pm 19, 3\%$ .



FIGURE 3.16 – Réponse spectroscopique de détecteurs diamant de diverses qualités cristallines à l'interaction de particules  $\alpha$  émises par une source <sup>241</sup>Am. Le signal induit par la dérive des électrons est mesuré ici, dans chaque cas. Chaque histogramme est normalisé par son mode de sorte à faciliter une comparaison visuelle.

La réponse du détecteur dépend de la qualité cristalline de l'échantillon au point d'impact et le long de la colonne de dérive de charges perpendiculaire à la surface. Le transport des charges va être soumis aux phénomènes de piégeage et de recombinaison aléatoires qui vont faire fluctuer la réponse spectroscopique du détecteur. Le second détecteur polycristallin est un détecteur II-VI de 500 µm d'épaisseur. Il nous a été vendu comme un échantillon de qualité "détecteur" mais divers tests dont celui-ci nous laisse penser qu'il est en réalité de qualité "optique". Ceci implique une plus grande concentration d'impuretés qui dégradent très sévèrement le transport des charges. Malgré un dépôt d'énergie de plus de 5 MeV le détecteur n'a pas été capable de générer un signal réellement exploitable. Le détecteur est en réalité ici trop épais. Il a déjà été montré par les auteurs de [Pomorski, 2013] que des membranes de diamant monocristallin de qualité "optique" de quelques micromètres d'épaisseur peuvent donner une réponse spectroscopique comparable à celle des échantillons monocristallins de qualité "détecteur" de grande épaisseur. Enfin, la réponse du détecteur DOI est la plus difficilement interprétable. Certes le détecteur génère un spectre en pic traduisant une réponse plutôt homogène sur sa surface mais celle-ci est à une fraction constante de la valeur obtenue avec le détecteur monocristallin. La revue des performances des détecteurs DOI présentées dans [Berdermann, 2019] illustre la disparité de la qualité des échantillons DOI produits et souligne également les défauts de transport des électrons, encore inexpliquée en date de la rédaction de cette thèse. La charge moyenne collectée sur le détecteur DOI est de  $(29,6 \pm 1,6)$  fC, ce qui correspond à une efficacité de collecte de charges de 44,  $2 \pm 2, 4$ %. Dans le cas présent, les spectres obtenus avec les trous mettent en évidence un effet de polarisation qui entraîne une dérive du spectre.

#### 3.4.3 Discussion

La mise en place de ce banc de test nous apporte une information très importante sur la qualité des détecteurs développés. Premièrement, les différences d'efficacité de collecte de charges entre les différentes qualités cristallines testées sont mises en exergue. Comme nous l'avons présenté, les détecteurs monocristallins atteignent une efficacité de collecte de charges proche de 100% et sont capables de restituer le spectre des particules  $\alpha$  de la source, sous réserve d'atteindre une résolution en énergie suffisante. Les détecteurs polycristallins ne sont pas capables de telles performances et ne peuvent pas être utilisés pour faire de la spectroscopie. La densité de pièges liée d'une part à la concentration d'impuretés et d'autre part aux défauts structurels (joints de grains) génèrent une recombinaison aléatoire des charges lors de leur transport dans le volume de détection. Selon le point d'impact, la collecte de charges peut être quasi-nulle comme très bonne (avec toutefois une faible probabilité). Le défaut de collecte de charges des détecteurs polycristallins est un inconvénient de taille pour la détection de particules uniques à haute résolution temporelle. De plus, étant donnée la disparité de la réponse des détecteurs à une excitation que l'on peut qualifier de monochromatique en première approximation, on s'attend à ce qu'un effet de *walk* important soit observé à la discrimination des signaux. Cette problématique est discutée plus en détails dans les sections 3.5.2.3 et 4.3. Les détecteurs DOI ont une réponse spectroscopique très dépendante de l'échantillon testé [Berdermann, 2019]. Dans le cas présenté en figure 3.16, la réponse du détecteur DOI est statistiquement peu dispersée mais le défaut de collecte de charges est important (44% de CCE). Si celui-ci est connu et stable alors les détecteurs DOI peuvent être utilisés pour des applications spectroscopiques

plus facilement que les détecteurs polycristallins. Néanmoins, nous n'avons pas fait à ce jour de mesure d'efficacité relative de ce DOI par rapport aux diamants monocristallins.

## 3.5 Détection de particules au minimum d'ionisation

L'évaluation des performances des détecteurs diamant pour la détection de particules au minimum d'ionisation (définies en section 2.3.1.3) est fréquemment réalisée dans le cadre de leur caractérisation [Bauer, 1996, Pomorski, 2008]. Elle nous permet d'obtenir une estimation des capacités des détecteurs dans les conditions de détection les moins favorables. En effet, au minimum d'ionisation, le pouvoir d'arrêt électronique pour les particules chargées atteint un minimum où la perte d'énergie par interactions électroniques et par unité de longueur devient quasiment indépendante de l'énergie de la particule (figure 3.17). Les particules au minimum d'ionisation sont donc celles dont l'interaction génère le moins de charges libres dans le détecteur.



FIGURE 3.17 – Pouvoir d'arrêt des électrons dans le carbone. Issu du programme ESTAR du National Institute of Standards and Technologies (NIST). Source : https://physics.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR.html

Utiliser des particules au minimum d'ionisation nous permet de mesurer l'efficacité de collecte de charges des détecteurs, lorsque ceux-ci sont irradiés par des particules traversantes. On s'affranchit alors de la problématique de la dégradation du signal observée avec les particules  $\alpha$ . De plus, on peut mesurer la résolution sur le temps-de-vol entre deux détecteurs et remonter ainsi à la résolution temporelle des détecteurs diamant pour la détection de particules au minimum d'ionisation. Cette étude nous permet de définir la borne supérieure des performances temporelles que l'on peut obtenir avec des détecteurs diamants, une électronique commerciale et notre méthode d'analyse.

#### 3.5.1 Évaluation de l'efficacité de collecte de charges

#### 3.5.1.1 Dispositif expérimental

La source de production de particules au minimum d'ionisation est ici une source de <sup>90</sup>Sr. Le <sup>90</sup>Sr se désintègre en <sup>90</sup>Y par désintégration  $\beta^-$  avec une chaleur de réaction  $Q_\beta$  de 0,546 MeV et une demi-vie de 28,79 ans. <sup>90</sup>Y se désintègre lui-même en <sup>90</sup>Zr par désintégration  $\beta^-$  avec une chaleur de réaction  $Q_\beta$  de 2,282 MeV et une demi-vie de 64,053 h :

$${}^{90}_{38}\text{Sr} \xrightarrow{\beta^- 0.546 \text{ MeV}}{28,79 \text{ ans}} {}^{90}_{39}\text{Y} \xrightarrow{\beta^- 2,282 \text{ MeV}}{64.053 \text{ h}} {}^{90}_{40}\text{Zr} .$$
(3.11)

La désintégration  $\beta^-$  peut être perçue comme une interaction à trois corps. La conséquence est l'émission d'un spectre continu d'électrons  $\beta$ , sur une gamme d'énergie allant de 0 à la chaleur de réaction  $Q_{\beta}$ . Du fait que la période de la première désintégration est très supérieure à la période de la seconde, le spectre combiné de particules  $\beta$  émises par la source présente des proportions identiques de particules  $\beta$  provenant des deux désintégrations (cf figure 3.18).



FIGURE 3.18 – Spectres d'émission  $\beta$  superposés produits par les désintégrations de <sup>90</sup>Sr ( $Q_{\beta} = 0.546 \text{ MeV}$ ) et <sup>90</sup>Y ( $Q_{\beta} = 2.282 \text{ MeV}$ ), générés par simulation Monte-Carlo Geant4. Adapté de [Kuznetsova, 2006] p. 82.

Il n'y a donc qu'une fraction des électrons émis par la source qui correspondent réellement à des particules au minimum d'ionisation. Pour pouvoir sélectionner ces particules de haute énergie, le diamant à tester fait face à la source et un détecteur à scintillation est positionné derrière le diamant. Le détecteur à scintillation est composé de quatre fibres scintillantes encapsulées ensemble dans un même support noir, et couplées optiquement à un tube photomultiplicateur (PM), comme représenté en figure 3.19.

La source de  ${}^{90}$ Sr, d'une activité de 47 MBq, est contenue dans une enceinte en tungstène avec une ouverture circulaire de 2 mm de diamètre. Un collimateur de tungstène est positionné devant la source pour contraindre l'incidence des électrons à la surface active du détecteur diamant



FIGURE 3.19 – Montage expérimental utilisé pour l'évaluation de l'efficacité de collecte de charges des détecteurs diamant en utilisant des particules traversantes.

et aux fibres scintillantes. Le tungstène est choisi pour son haut numéro atomique (Z = 74)et sa densité élevée et il est préféré au cuivre car les rayons X de fluorescence produits par l'interaction des électrons, susceptibles de perturber la mesure sur le détecteur diamant sont mieux absorbés dans le tungstène. Les électrons émis par la source interagissent en premier lieu dans le diamant. Si ces électrons ont suffisamment d'énergie, ils peuvent traverser le détecteur et interagir ensuite dans les fibres scintillantes. La scintillation produite par l'interaction des électrons dans les fibres est ensuite convertie en signal électronique par la photocathode du PM et amplifié par ce dernier. Le signal de tension en sortie du PM est ensuite discriminé par un discriminateur à seuil. Le signal de courant produit par le diamant est lui intégré dans un préamplificateur de charges. Le signal de tension produit par le préamplificateur de charges est ensuite mis en forme par un module Ortec 572. L'amplitude des signaux en sortie du module est finalement numérisée par un analyseur multi-canal 16 bits. Le mode de déclenchement externe permet à l'analyseur multi-canal de numériser l'amplitude des signaux produits par le détecteur diamant uniquement lorsque le scintillateur a détecté un électron de haute énergie. Les électrons de plus basse énergie sont par ailleurs arrêtés dans le détecteur diamant qui agit comme un filtre. Le niveau de filtration induite par le diamant dépend de l'épaisseur de ce dernier. L'analyseur multi-canal est interfacé en USB et piloté à distance par un ordinateur qui gère l'acquisition. Etant donnée la grande similarité entre ce dispositif expérimental et celui présenté en section 3.4, la méthode de calibration de la chaîne d'électronique est la même que celle présentée en sous-section 3.4.1.2.

#### 3.5.1.2 Méthode d'analyse

Les électrons au minimum d'ionisation génèrent un signal de 36 électrons par µm de diamant. Du fait même que les électrons sont au minimum d'ionisation, cette valeur reste constante pour des épaisseurs importantes de diamant (plusieurs centaines de microns). La charge générée par l'interaction d'une particule au minimum d'ionisation  $Q_{MIP}$  est donc directement proportionnelle à l'épaisseur d du diamant irradié :

$$Q_{MIP} = \varepsilon_{MIP} \cdot e \cdot d \,, \tag{3.12}$$

où  $\varepsilon_{MIP} = 36e^{-}/\mu m$  et *e* est la charge élémentaire. À titre d'exemple, une particule au minimum d'ionisation génère une charge de 18000 électrons dans un diamant de 500 µm, soit une charge de 2,88 fC. Au minimum d'ionisation, le dépôt d'énergie dans les détecteurs minces suit une loi de Landau-Vavilov. En faisant un balayage de la réponse du détecteur en fonction de la valeur de champ électrique utilisé pour le polariser, on obtient, pour chaque valeur de champ électrique, une distribution de dépôt d'énergie suivant une loi de Landau (figure 3.20). Celle-ci est par ailleurs convoluée à la fonction de résolution en énergie gaussienne de la chaîne d'électronique.



FIGURE 3.20 – Estimation de la charge collectée à une tension de polarisation donnée, à partir de la distribution de charges mesurée suite à l'interaction d'électrons de haute énergie dans le détecteur diamant.

L'intégrale de la distribution de Landau est théoriquement divergente. Dans les faits, elle est bornée car l'énergie initiale de la particule incidente est finie (le dépôt d'énergie ne peut être supérieur à cette valeur). Une conséquence directe est que l'on peut donc pas estimer théoriquement la charge collectée en mesurant la moyenne du dépôt d'énergie. Cependant, on peut utiliser comme estimateur de la charge collectée  $Q_{coll}$  la valeur correspondant au mode de la distribution de Landau, appelé valeur la plus probable  $Q_{MPV}$ . Pour obtenir cette valeur à partir du spectre, on ajuste le spectre autour de son mode par une fonction gaussienne. Le centre de la gaussienne obtenue par l'ajustement correspond à  $Q_{MPV}$ . Dans ces conditions, la CCE à un champ donné est ici définie comme :

$$CCE(E) = \frac{Q_{coll}(E)}{Q_{MIP}} = \frac{Q_{MPV}(E)}{Q_{MIP}}.$$
(3.13)

Cette fois encore, la valeur de CCE qui servira à caractériser l'échantillon sera la valeur obtenue à un champ électrique pour lequel on a atteint un régime de saturation de la collecte de charges.

#### 3.5.1.3 Résultats

Le résultat obtenu avec un diamant monocristallin Element6 est présenté en figure 3.21. La figure est caractéristique des détecteurs monocristallins. En premier lieu, le détecteur monocristallin atteint une saturation de la collecte de charges très rapidement dès les plus faibles valeurs de champ.



FIGURE 3.21 – Efficacité de collecte de charges mesurée sur un diamant monocristallin Element6 avec des électrons de haute énergie en fonction du champ électrique appliqué sur le détecteur.

Le temps de vie effectif des charges est alors supérieur au temps de dérive de ces dernières dans le volume sensible. En conséquence, aussi bien en polarisation négative que positive, l'efficacité de collecte de charges approche les 100%. Du fait de l'utilisation de particules traversantes, on s'affranchit également du problème de la dégradation du signal dans le temps causée par des effets de polarisation.

#### 3.5.1.4 Discussion

Ce dispositif expérimental permet une évaluation de l'efficacité de collecte de charges des détecteurs en utilisant des particules traversantes. Il présente donc l'avantage de pouvoir tester les détecteurs dans des conditions d'effet de charge d'espace limité. D'autre part, l'exposition des détecteurs au double spectre  $\beta$  de la source de <sup>90</sup>Sr permet de réaliser un pompage simultané des détecteurs via l'interaction des électrons de basse énergie s'arrêtant dans l'épaisseur du détecteur. C'est un dispositif qui permet de réaliser des mesures reproductibles et cruciales dans la caractérisation des échantillons pour le développement de détecteurs.

#### 3.5.2 Mesure des résolutions temporelle et de temps-de-vol

Les électrons au minimum d'ionisation peuvent également être utilisés pour déterminer la résolution temporelle des détecteurs. Étant donné que celle-ci est évaluée avec des particules au minimum d'ionisation, cette résolution est la moins bonne que l'on puisse obtenir avec des détecteurs diamant. Les protons ou ions carbone, dans la gamme d'énergie de l'hadronthérapie, déposent une énergie beaucoup plus importante dans les détecteurs. On détermine ainsi ici

une borne supérieure des valeurs de résolution temporelle que l'on pourra obtenir avec deux détecteurs de référence pour la détection de particules uniques. La résolution temporelle est déterminée à partir de la résolution sur le temps-de-vol des électrons de haute énergie, mesuré entre deux détecteurs diamant monocristallins, à l'air. Si  $\sigma_{t_1}$  et  $\sigma_{t_2}$  désignent respectivement les résolutions temporelles des deux détecteurs diamant utilisés, alors la résolution sur le temps-de-vol des électrons  $\sigma_{ToF}$  s'exprime par :

$$\sigma_{ToF} = \sqrt{\sigma_{t_1}^2 + \sigma_{t_2}^2} \,. \tag{3.14}$$

On se propose dans la suite de mesurer  $\sigma_{ToF}$  et d'en déduire les résolutions temporelles des deux détecteurs impliqués dans la mesure.

#### 3.5.2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif comporte cette fois-ci deux détecteurs diamant monocristallins Element6 de dimensions  $4, 5 \times 4, 5 \times 0,517 \text{ mm}^3$ . Ils sont tous deux contenus dans des circuits imprimés contenant une piste adaptée  $50 \Omega$  sur chaque face avec une ouverture de 2 mm de diamètre. Ils sont tous les deux situés dans un rail permettant d'assurer leur alignement avec la source de <sup>90</sup>Sr et les collimateurs de tungstène, placés entre la source et le premier diamant, et entre les deux diamants, comme illustré en figure 3.22. Le détecteur à scintillation composé de l'assemblage de fibres scintillantes et du PM est situé derrière les détecteurs diamant et est utilisé comme source de déclenchement externe. Les faces des deux détecteurs sont couplées à des préamplificateurs de longueur. Les signaux produits par les quatre préamplificateurs sont numérisés et acquis sur un oscilloscope rapide LeCroy HDO9404 (4 GHz, 20 GS/s/voie, 10 bits).

Les deux détecteurs sont polarisés à une tension de -500 V, ce qui correspond à un champ électrique de  $0.97 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ . La polarisation est délivrée sur chaque détecteur par la source de tension embarquée dans des picoampèremètres Keithley 6487. L'oscilloscope sert ici de système d'acquisition. Celle-ci, déclenchée par le photomultiplicateur, permet d'acquérir un grand nombre de traces sur les deux faces de chaque détecteur.

#### 3.5.2.2 Intérêt de l'acquisition des signaux sur les deux faces d'un détecteur

Lors de l'interaction d'une particule traversante dans un détecteur diamant, le signal primaire est un courant d'électrons/trous généré le long de la trace de la particule et mis en mouvement par la tension de polarisation. Un même signal  $S_{induit}$  est alors induit sur chaque électrode, mais de polarité opposée. La valeur absolue du courant induit est donc théoriquement égale lorsqu'elle est lue sur les deux faces. Dans le cas général, chaque face est lue par un préamplificateur avec un gain, une bande-passante et un niveau de bruit de fond différents. Ils génèrent donc chacun une réponse  $S^{face_i}(S_{induit})$  et un bruit de fond  $\sigma_n^{face_i}$ , donnant un rapport signal-sur-bruit défini comme  $S/N_{face_i} = S^{face_i}/\sigma_n^{face_i}$ . En supposant d'une part que le bruit intrinsèque généré par le diamant à 300 K est très petit devant celui apporté par le préamplificateur large-bande, et d'autre part que le bruit de chaque préamplificateur est un bruit blanc gaussien indépendant, le bruit obtenu sur le signal somme  $\sigma_n^{somme}$  s'exprime comme suit :

$$\sigma_n^{somme} = \sqrt{\left(\sigma_n^{face_1}\right)^2 + \left(\sigma_n^{face_2}\right)^2} = \sigma_n^{face_1} \oplus \sigma_n^{face_2}.$$
(3.15)



FIGURE 3.22 – Montage expérimental développé pour la mesure de la résolution temporelle de détecteurs diamant monocristallins pour la détection de particules au minimum d'ionisation.

La somme des signaux face-à-face va également permettre d'obtenir un signal somme  $S^{somme} = S^{face_1} - S^{face_2}$  ( $S^{face_1}$  et  $S^{face_2}$  sont de polarités opposées). On peut ainsi exprimer le rapport signal-sur-bruit sur la somme  $S/N_{somme}$ :

$$S/N_{somme} = \frac{S^{face_1} - S^{face_2}}{\sigma_n^{face_1} \oplus \sigma_n^{face_2}}.$$
(3.16)

Supposons maintenant que les deux préamplificateurs sont strictement identiques (gain, bandepassante et bruit de fond égaux entre eux). On en déduit que  $S^{face_1} = -S^{face_2} = S^{face}$  et que  $\sigma_n^{face_1} = \sigma_n^{face_2} = \sigma_n$ . L'équation 3.16 devient :

$$S/N_{somme} = \frac{2S^{face}}{\sqrt{2\sigma_n^2}} = \frac{2S^{face}}{\sigma_n\sqrt{2}} = \sqrt{2} \cdot S/N_{face} \,. \tag{3.17}$$

On peut donc en théorie augmenter le rapport signal-sur-bruit d'un facteur  $\sqrt{2}$ . En doublant l'amplitude du signal, la pente dans le front de montée du signal somme devient deux fois plus importante que celle mesurée sur un signal de face. En considérant que  $\sigma_t = \sigma_n/\partial_t V$  (avec  $\partial_t V$ la pente du signal analogique au franchissement du seuil de détection), obtenir ce signal somme permet de réduire le terme de *jitter* et ainsi améliorer la résolution temps-de-vol du système. L'apport de cette technique sur l'amélioration du rapport signal-sur-bruit du signal est illustré en figure 3.23.



FIGURE 3.23 – Signal brut (rouge) produit par un détecteur monocristallin Element6 lu sur une face et signal somme correspondant (bleu), suite à l'interaction d'un proton de 68 MeV dans un détecteur monocristallin de 517 µm.

Toutefois, il est à noter que les préamplificateurs ne sont jamais strictement identiques, même si le modèle utilisé sur les deux faces est le même. On aura toujours de légères différences de bruit de fond et de gain entre les deux préamplificateurs. Par ailleurs, un soin tout particulier doit être apporté à ce que les deux voies d'amplification soient les plus symétriques possibles. Les longueurs de câble entre l'électrode et le préamplificateur, ainsi que le modèle de préamplificateur, doivent être les mêmes sur chaque face. Une différence de longueur de câble entre les deux faces induit un décalage temporel entre les signaux des deux faces du détecteur. Sans recalage *a posteriori*, sommer les signaux décalés l'un par rapport à l'autre va artificiellement augmenter le temps de montée de l'impulsion somme. Ceci tend à dégrader la résolution temporelle et on obtient ainsi l'opposé de l'effet escompté.

#### 3.5.2.3 Procédure d'analyse

Une acquisition consiste en général à enregistrer un grand nombre d'événements. L'analyse *a posteriori* des traces de chaque événement, réalisée à l'aide du framework ROOT [Brun, 1997], correspond à la procédure suivante :

- Conversion des fichiers de données brutes en fichier .root pour analyse événement par événement. Lors de cette conversion, les signaux des voies correspondant aux deux faces d'un même détecteur sont sommés, stockés dans le fichier comme des voies supplémentaires et seront traités comme telles dans l'analyse événement-par-événement.
- Correction de la ligne de base. Celle-ci est estimée à calculant la moyenne arithmétique d'un nombre N d'échantillons en début de forme d'impulsion. La valeur obtenue est un estimateur de l'offset à soustraire à toute la forme d'impulsion. Cette assertion n'est vraie que si le bruit est un bruit blanc gaussien.
- Estimation du niveau de bruit de fond  $\sigma_n$ . Celui-ci est estimé en calculant l'écarttype des valeurs de tension sur le même ensemble de N échantillons que l'*offset*. La valeur obtenue sera utilisée pour la définition d'un seuil de détection d'impulsion.
- Détection de l'impulsion et mesure de l'amplitude. Un seuil facteur <sup>1</sup> de  $\sigma_n$  est défini comme critère minimum pour la détection d'une impulsion. Une fenêtre temporelle est également définie autour de la position de l'impulsion comme critère de sélection de l'impulsion en temps. Si un groupe d'échantillons remplit ces critères en tension et en temps, on considère qu'une impulsion a été détectée. La valeur maximale de tension est alors considérée comme l'amplitude de l'impulsion.
- Estimation de l'instant de l'impulsion par seuil normalisé. Plusieurs techniques d'estimation de l'instant de l'impulsion existent et sont présentées dans de nombreux ouvrages [Leo, 1994,Knoll, 2010,Nakhostin, 2017] ainsi que dans [Berretti, 2015]. La méthode la plus simple pour étiqueter en temps une impulsion est de mesurer l'instant où cette impulsion franchit le seuil de détection défini sur le système d'acquisition (*leading edge timing* en anglais). La discrimination à seuil présente toutefois l'inconvénient d'être très sensible au problème de *walk* que l'on peut observer lorsque l'amplitude des signaux varie beaucoup. Le temps de montée est approximativement le même entre deux impulsions. Si deux impulsions consécutives ont une différence d'amplitude importante, la mesure de temps par seuil fixe entraînera une différence de mesure de temps entre les deux impulsions. Ceci entraîne une dispersion sur la mesure de l'instant de détection qui dégrade la résolution temporelle. Pour limiter l'effet du *walk*, particulièrement présent sur les détec-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> la valeur de ce facteur dépend du niveau que confiance que l'on souhaite avoir sur la détection de l'impulsion. Dans les faits, cette valeur est au minimum de 3,0 (niveau de confiance théorique de 99,7%) et est aussi élevée que possible tant qu'elle ne génère pas de rejet de vrais événements de bas rapport S/N.

teurs polycristallins, on peut également utiliser une discrimination à fraction constante (DFC). Cette méthode duplique et inverse le signal d'origine. La copie inversée du signal est ensuite atténuée d'une valeur correspondant à la fraction constante (généralement inférieure à 50%) puis retardée d'une durée inférieure à son temps de montée (cf figure 3.24). On somme ensuite les deux signaux de sorte à obtenir un signal bi-polaire dont le passage à zéro correspond à l'instant de l'impulsion. La DFC a pour principal intérêt de minimiser le terme de *walk*. Discrimination à seuil et DFC sont implémentables dans des modules électroniques analogiques ou numériques (cf chapitre 5) ainsi que dans des algorithmes d'analyse. Une version simplifiée de la DFC numérique est appelée algorithme de seuil normalisé. Il lui a été préféré pour les mesures qui suivent. La figure 3.25 illustre l'apport de cette technique comparé à la détection sur front montant.



FIGURE 3.24 – Principe de fonctionnement d'une discrimination à fraction constante. Si le signal franchit un seuil fixe, il est dupliqué. La copie du signal est inversée, atténuée d'un facteur correspondant à la fraction constante et est retardée d'un temps inférieur au temps de montée du signal d'origine. Le signal d'origine et sa copie sont ensuite sommés. Il en résulte un signal bi-polaire dont le passage à zéro signe l'instant de l'impulsion. Source : https://commons.wikimedia. org/wiki/File:CFD\_Diagram1.jpg

Une discrimination à seuil normalisé vient minimiser l'effet de *walk* en déterminant pour chaque impulsion le temps à un pourcentage constant de l'amplitude, et donc du front de montée (comme le ferait une DFC). Du fait de la numérisation des signaux, lorsque deux échantillons encadrant la fraction choisie sont détectés, une interpolation linéaire est opérée pour obtenir la valeur de temps correspondant exactement à la fraction constante de l'amplitude dans le front de montée. L'effet de *walk* est ainsi minimisé. Comparé à une discrimination à fraction constante, le seuil normalisé présente un avantage et un inconvénient. L'avantage du seuil normalisé est qu'il est intrinsèquement plus simple que la discrimination à fraction constante, et facile à implémenter avec un seul paramètre, la fraction. Le principal inconvénient est qu'il nécessite une mesure de l'amplitude du signal alors que la discrimination à fraction constante n'en demande pas. L'incertitude sur la mesure de l'amplitude ( $\propto \sigma_n$ ) se propage donc avec la détermination de la fraction. Les limites de la technique sont discutées plus en détails dans la section 4.3.5.



- FIGURE 3.25 Différence entre une discrimination à seuil fixe (gauche) et à fraction constante et/ou seuil normalisé (droite). Lorsque deux impulsions ont le même temps de montée mais des amplitudes différentes, un seuil fixe mesure deux instants différents (walk). Un seuil normalisé minimise cet effet. Source : https: //commons.wikimedia.org/wiki/File:Constant\_fraction\_1.svg
  - Extraction de différentes grandeurs caractérisant l'impulsion. Ces grandeurs, telles que l'intégrale de l'impulsion, temps au dessus du seuil, largeur à mi-hauteur de l'impulsion, temps de montée et de descente, qui sont liées à la forme de l'impulsion ne permettent pas d'obtenir d'information directe sur la résolution temps-de-vol mais peuvent être utilisées dans l'analyse pour définir des coupures afin de sélectionner au mieux les événements pertinents.
  - Détermination de la résolution temps-de-vol. À un événement donné, une fois que les instants des impulsions ont été mesurés sur le signal de chaque voie<sup>1</sup>, on stocke dans des histogrammes la différence de temps mesurée entre les signaux des faces des deux diamants, et entre les signaux somme des deux diamants. Le centroïde de la distribution obtenue contient l'information sur le temps-de-vol effectif de la particule entre les deux détecteurs. Si un ajustement gaussien est possible, l'écart-type de la gaussienne obtenue après ajustement est l'estimateur de la résolution temps-de-vol. Sinon, celle-ci est estimée à partir de l'écart-type de la distribution.
  - Déduction de la résolution temporelle. La résolution temporelle des détecteurs monocristallins peut être obtenue à partir de la résolution temps-de-vol. Étant donné que les deux détecteurs utilisés sont des détecteurs de même qualité cristalline, de même épaisseur et couplée à la même électronique de lecture. De plus, les électrons de plus haute énergie vont déposer une énergie sensiblement égale dans les deux détecteurs. On peut raisonnablement supposer que les deux détecteurs ont une contribution égale à la résolution temps-de-vol. L'équation 3.14 se simplifie ainsi :

$$\sigma_{ToF} = \sqrt{\sigma_t^2 + \sigma_t^2} \Rightarrow \sigma_t = \frac{\sigma_{ToF}}{\sqrt{2}}.$$
(3.18)

Le résultat obtenu est ensuite discuté et comparé à ce qui est obtenu dans la littérature, par d'autres expériences.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> chaque face des deux détecteurs et les signaux sommes de chaque détecteur, soit six voies au total.

#### 3.5.2.4 Résultats

Le déclenchement de l'acquisition ayant été assuré par le scintillateur, une sélection des événements a été nécessaire dans l'analyse. En mesurant l'intégrale des signaux somme, on peut évaluer la corrélation de la réponse des deux détecteurs diamant (figure 3.26).



FIGURE 3.26 – Sélection graphique des événements correspondant à la détection d'électrons de haute énergie, basée sur l'intégrale des signaux somme, pour l'estimation de la résolution temporelle des détecteurs. Le contour noir illustre la coupure graphique réalisée sur les données pour la détermination de la résolution temporelle. Les unités sont arbitraires.

Le résultat obtenu montre essentiellement deux distributions de valeurs d'intégrales, la première centrée sur 0 et la seconde correspondant à un signal mesuré simultanément sur les deux détecteurs. Les hautes valeurs d'intégrales, observées indépendamment sur les deux détecteurs, correspondent aux queues observées dans la distribution de Landau. La prédominance statistique de la distribution centrée sur 0 pose la question de l'efficacité de détection des détecteurs diamant pour les particules au minimum d'ionisation. Toutefois on remarque que lorsqu'un signal est généré par un des deux détecteurs diamant, il est aussi généré sur le second. Les deux détecteurs étant des systèmes indépendants, cela signifie que la grande densité d'événements à intégrale nulle correspond à un seuil trop faible sur le déclenchement du scintillateur, et donc à l'acquisition d'un grand nombre d'événements dans le bruit de fond. L'efficacité de détection des détecteurs n'est donc pas remise en cause ici. Afin de mesurer la résolution temporelle des détecteurs, une coupure graphique a été réalisée sur les données, à partir de la figure 3.26 pour sélectionner les événements où une coïncidence est mesurée sur les deux détecteurs diamant.

Sur les événements conservés par la coupure, la différence de temps obtenue entre les instants de détection mesurés sur les signaux somme des deux détecteurs est présentée en figure 3.27. La distribution obtenue est ajustée autour du pic central avec une fonction gaussienne. Deux estimateurs différents peuvent alors être utilisés pour estimer la résolution sur le temps-de-vol des électrons. Une estimation optimiste consiste à utiliser le paramètre  $\sigma$  donné par l'ajustement



gaussien. Avec celui-ci, nous ignorons volontairement les queues présentes de part et d'autres de la distribution.

FIGURE 3.27 – Différence de temps mesurée entre les signaux somme des détecteurs monocristallins pour la détection d'électrons uniques de haute énergie. La mesure de l'instant d'occurrence des impulsions est réalisée avec un algorithme de seuil normalisé à 20%. La résolution sur le temps-de-vol est donnée par la dispersion mesurée sur les données.

Dans ces conditions, on obtient  $\sigma_{ToF} = 240 \text{ ps.}$  En utilisant l'équation 3.18, on en déduit  $\sigma_t = 170 \text{ ps.}$  Un estimateur plus objectif est l'écart-type de la distribution obtenue. Celle-ci tient bien compte des queues de la distribution qui viennent fortement dégrader la résolution sur le temps-de-vol. On obtient avec cet estimateur une valeur  $\sigma_{ToF} = 749 \text{ ps}$ , soit une résolution temporelle  $\sigma_t = 530 \text{ ps.}$  Cependant, le poids des événements mal identifiés par la procédure de seuil normalisé est très important ici : en effet, dans la pratique, deux événements mesurés à plus d'une nanoseconde d'écart ne seront pas identifiés comme étant dans la fenêtre de coïncidence.

#### 3.5.2.5 Discussion

Le résultat obtenu ici donne une idée de la résolution temporelle que l'on peut obtenir, dans ces conditions expérimentales, avec des détecteurs diamant. Dans la gamme d'énergie de l'hadronthérapie, protons et ions légers généreront un signal nécessairement supérieur à celui d'une particule de charge unitaire au minimum d'ionisation. La présence des queues de part et d'autre de la distribution de temps est liée au bas rapport signal-sur-bruit. Lorsque le signal est faible, l'effet de *walk* est plus important. L'implémentation de méthodes de mesure de temps d'impulsion comme la discrimination à seuil normalisé sont censées compenser cet effet mais la figure 3.27 en montre les limites. Le dispositif ne permettait pas non plus une optimisation de la réponse temporelle. Les câbles reliant les détecteurs aux préamplificateurs devraient être retirés, dans l'idéal, afin de réduire la valeur de la capacité en entrée des voies d'électronique. Plusieurs expériences de physique font intervenir des détecteurs diamant pour mesurer un temps-devol sur des particules au minimum d'ionisation. Dans ce contexte, les collaboration TOTEM et HADES ont présenté la résolution temporelle qu'ils ont réussi à obtenir avec une paire de détecteurs diamant monocristallins pour la détection de protons au minimum d'ionisation. Dans le cas de l'expérience HADES [Pietraszko, 2010b], une résolution sur le temps-de-vol  $\sigma_{ToF} = 166$  ps a été obtenue, ce qui traduit une résolution temporelle de leurs détecteurs à 117 ps. Avec des ions <sup>6</sup>Li à 1,8 GeV · u<sup>-1</sup>, des résolutions  $\sigma_{ToF} = 77$  ps et  $\sigma_t = 55$  ps ont été obtenues [Ciobanu, 2011]. L'expérience TOTEM a, elle, obtenu une résolution temps-de-vol  $\sigma_{TOF} = 135$  ps [Antchev, 2017]. Une déconvolution numérique appliquée sur leurs données leur permet d'atteindre une résolution temporelle  $\sigma_t \simeq 80$  ps. Ce résultat constitue aujourd'hui une valeur de référence pour la détection de protons au minimum d'ionisation. D'une part, pour obtenir de tels résultats, les deux expériences ont cherché à minimiser la capacité totale en entrée de l'électronique. D'autre part, les détecteurs des deux expériences se basent sur une électronique spécialement développée pour cette application. Celle de TOTEM est par ailleurs une version modifiée de celle de HADES.

# 3.6 Conclusions générales du chapitre

Au cours de ce travail de thèse, plusieurs bancs de tests ont pu être développés afin de pouvoir caractériser les performances des échantillons diamant achetés à des fournisseurs industriels. Ces bancs de caractérisation concernent aussi bien le matériau diamant lui-même, à travers l'étude des phénomènes de transport de charges dans le détecteur (TCT) que l'évaluation des performances des détecteurs (efficacité de collecte de charges, résolution en énergie et résolution temporelle). La qualité des contacts peut également être évaluée grâce à la mesure de courants de fuite. Les différents bancs de tests permettent donc de réaliser une caractérisation relativement complète des détecteurs afin d'appréhender le choix des candidats potentiels pour la constitution d'un démonstrateur d'hodoscope.

La mise en oeuvre de ces bancs de caractérisation nous a permis d'obtenir de premières informations importantes sur la capacité des détecteurs diamant à pouvoir remplir les objectifs fixés par le cahier du charges du projet CLaRyS-UFT. En l'état actuel des choses, nous sommes capables de pouvoir mettre clairement en évidence les différences de performances entre les différentes qualités cristallines de diamant CVD existantes (monocristallin, polycristallin et DOI). Les détecteurs monocristallins présentent, dans toutes les caractérisations effectuées en laboratoire, les meilleures performances. Leur efficacité complète de collecte de charges et leur bonne résolution en énergie leur permettent d'être utilisés pour des applications en spectroscopie et en mesure de temps. Ils sont également capables de détecter des particules au minimum d'ionisation avec une électronique commerciale et une résolution temporelle de 170 ps. Leur utilisation en hadronthérapie est donc tout à fait envisageable à ce stade, mais est soumise à la limitation liée à leur petite taille. Les détecteurs polycristallins présentent, quant à eux, une réponse spectroscopique de qualité bien trop faible (efficacité de collecte de charges et résolution en énergie) pour obtenir une information fiable sur le dépôt d'énergie, et on s'attend ainsi à observer un effet de *walk* incontournable sur ces détecteurs pour la mesure de temps. Les détecteurs DOI présentent des courants de fuite élevés. Ils apportent un certain niveau d'information spectroscopique mais avec seulement une fraction (45%) de charge collectée. La caractérisation des détecteurs avec des faisceaux de particules doit nous permettre de compléter cette étude.

De nouvelles procédures de caractérisation sont en train d'être mises en place en collaboration avec l'Institut Néel de Grenoble et la plateforme NANOFAB du même institut. Dans le cadre de cette collaboration, l'amélioration de la qualité de la réalisation des contacts est visée. De plus, des tests sont actuellement menés pour utiliser l'*electron Beam Induced Current* (eBIC, en français "courant induit par faisceau d'électrons"). Cette technique de caractérisation permet de focaliser sur quelques dizaines de microns un faisceau d'électrons accéléré par un tube atteignant les 30 kV. Ce faisceau interagit dans les premiers microns du volume du détecteur et génère un signal similaire à celui observé avec des particules  $\alpha$  mais avec en plus la possibilité d'utiliser une pulsation de faisceau, de largeur ~ 1 nm. On peut alors réaliser une analyse TCT résolue en position en mode pulsé, étudier l'effet de charge d'espace dans les détecteurs et la qualité des contacts.

4

# Caractérisation de détecteurs diamant sous faisceaux de particules

## Sommaire

4.1 (	Carte	ographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC) 140		
4.	1.1	Matériel et méthodes		
4.	1.2	Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant . 144		
4.	1.3	Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel 147		
4.	1.4	Résultats		
4.	1.5	Discussion		
4.2 l	Effica	acité de détection		
4.	2.1	Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019		
4.	2.2	Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin ${\bf 166}$		
4.	2.3	Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes 167		
4.	2.4	Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection		
4.3 Résolution temps-de-vol				
4.	3.1	Matériel et méthodes		
4.	3.2	Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant		
4.	3.3	Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur		
		rapide		
4.	3.4	Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes		
4.	3.5	Discussion		
4.4 \$	Suivi	en intensité faisceau - Linéarité - Comptage de protons 187		
4.	4.1	Matériel et méthodes		
4.	4.2	Résultats		
4.	4.3	<b>Discussion</b>		
4.5 0	Conc	lusions générales du chapitre		

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats obtenus à partir de la caractérisation des détecteurs diamant sous faisceaux de particules. Tout d'abord, la cartographie de la réponse des détecteurs diamant sous faisceaux de rayons X à l'ESRF sur la ligne ID21 a été opérée. Cette mesure avait pour objectif de comparer l'homogénéité de la collecte de charges sur la surface des détecteurs, ce qui représente un paramètre essentiel entrant dans le cahier des charges de l'hodoscope. C'est à l'occasion de ces tests que les premiers démonstrateurs métallisés par pistes ont été conçus. Enfin, les tests sous faisceaux d'ions ont permis d'approcher les futures performances de l'hodoscope en hadronthérapie. L'efficacité de détection d'ions uniques a été évaluée pour des détecteurs polycristallins et DOI avec des protons de 68 MeV et des ions carbone de  $95 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$ . La résolution sur la mesure de temps-de-vol a également pu être mesurée avec les mêmes faisceaux d'ions. Enfin, les résultats de l'étude de l'évolution de la réponse des détecteurs en fonction de l'intensité du faisceau, menée simultanément sur un détecteur monocristallin et un détecteur polycristallin, a permis de rendre compte de la linéarité de la réponse des détecteurs et de leurs capacités de comptage. Le dernier paragraphe se veut une synthèse des performances mesurées, discutées en fonction de la qualité cristalline sCVD, pCVD ou DOI des échantillons diamants testés afin de sélectionner les meilleures candidats pouvant répondre au cahier des charges de l'hodoscope, dans le contexte du projet CLaRyS-UFT.

# 4.1 Cartographie par X-ray Beam Induced Current (X-BIC)

#### 4.1.1 Matériel et méthodes

La cartographie de la réponse en courant des détecteurs a été réalisée sur la ligne ID21 de l'ESRF. Une présentation des installations et des expériences récentes menées sur la ligne de faisceau peut être trouvée dans [Salomé, 2013, Cotte, 2017]. L'utilisation des installations de la ligne pour la caractérisation des détecteurs diamant CVD a déjà été présentée dans [Morse, 2007, Pomorski, 2008]. Un faisceau micrométrique (1 µm de diamètre) pulsé de rayons X de 8,53 keV a été utilisé. La structure temporelle du faisceau consistait en une série de paquets de photons d'une durée de 100 ps, espacés régulièrement de 704 ns. Le courant de faisceau dans notre configuration variait sur un intervalle de 20 min entre 32 et 20 mA, après quoi des remplissages de l'anneau de stockage permettent de rétablir un courant de faisceau d'intensité nominale. Le faisceau micrométrique permet d'irradier une fraction très faible de la surface des détecteurs. On peut alors réaliser des balayages de la surface des détecteurs pour obtenir une information spatiale de la réponse en courant de ces derniers, et donc d'obtenir avec une bonne granularité une information sur le transport des charges et la qualité cristalline des échantillons testés. L'ensemble des tests présentés dans ce qui suit a été compilé dans un manuscrit d'article soumis en septembre 2020 pour publication.

#### 4.1.1.1 Détecteurs à pistes

Dans le contexte du développement de démonstrateurs d'hodoscope, trois détecteurs diamant à pistes de  $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$  ont été développés au LPSC avec leur électronique de lecture, en collaboration avec la plateforme NANOFAB de l'Institut Néel. Les trois échantillons étaient respectivement un échantillon polycristallin Element6 et deux échantillons DOI produits par Audiatec et provenant de deux croissances différentes. Les trois détecteurs ont été métallisés avec 8 pistes par face orthogonales, de 100 nm d'aluminium et entourées d'un anneau de garde, pour permettre une localisation 2D des particules incidentes. La géométrie de la métallisation des trois détecteurs est présentée en figure 4.1. L'échantillon polycristallin et le détecteur DOI-1 ont été métallisés selon la même géométrie pour permettre une comparaison directe des résultats et le second détecteur DOI (DOI-2) a été métallisé avec des pistes espacées avec un pas variable pour évaluer les capacités de partage de charges entre deux pistes voisines.



FIGURE 4.1 – Géométrie de la métallisation par pistes réalisée sur les trois échantillons de grande taille. Gauche : géométrie utilisée pour l'échantillon polycristallin et le diamant DOI-1. Droite : géométrie utilisée pour le diamant DOI-2.

La métallisation a été réalisée par lithographie UV dite *lift-off.* Une première métallisation de la surface complète du détecteurs est produite. Celle-ci est ensuite recouverte d'une résine photo-sensible. On réalise ensuite une irradiation laser sur les zones où la métallisation doit être retirée. L'interaction entre le faisceau laser et la photo-résine génère une réaction chimique permettant de retirer l'aluminium sur les zones irradiées. La résine est ensuite elle aussi retirée. Les détecteurs ont ensuite été assemblés dans des circuits imprimés contenant un préamplificateur de courant discret par piste (16 par détecteur) développés au LPSC (30 dB, 500 MHz). Le contact électrique entre les pistes et l'électronique est assuré par des fils de liaisons (en anglais *bonding wires*) réalisés à NANOFAB. La carte contenant le détecteur et son électronique est placée dans un boîtier en aluminium permettant d'assurer un blindage électromagnétique (figure 4.2). De part et d'autre du détecteur, des ouvertures en polytéréphtalate d'éthylène aluminisé (Mylar) de 14 µm permettent d'assurer un blindage EM tout en limitant l'atténuation du faisceau en entrée du détecteur. Une circulation de gaz est aussi prévue dans le boîtier pour refroidir les préamplificateurs de courant qui consomment une puissance importante.

#### 4.1.1.2 La méthode X-Ray Beam Induced Current (XBIC)

La cartographie des détecteurs à pistes et de plusieurs autres détecteurs ayant une métallisation en disque uniforme ont été testés avec la méthode XBIC. Les détecteurs sont, tour-à-tour, montés sur le dispositif expérimental de la ligne de faisceau possédant une table de translation cinématique magnétique permettant un positionnement avec une reproductibilité micrométrique. Le détecteur à tester est placé entre deux détecteurs diodes PIN en silicium (figure



FIGURE 4.2 – Haut-Gauche : Diamant métallisé par pistes et relié à son électronique par des fils de bonding. Haut-Droit : Préamplificateurs de courant discrets montés sur la carte. Bas-Gauche : Vue frontale du détecteur dans son boîtier, le panneau avant ayant été retiré pour l'illustration. Bas-Droit : Vue extérieure du détecteur, les 16 voies de lecture et la fenêtre de Mylar sont ici visibles. Deux arrivées de gaz sont utilisées pour refroidir l'électronique par circulation d'air. 4.3). La première, en amont du diamant, est nommée "Iodet" et permet de mesurer le flux de photons incident. La deuxième, nommée "Idet", permet de mesurer la faisceau résiduel. Elles permettent, utilisées ensemble, de calibrer la mesure de courant dans le détecteur à tester. Les détecteurs testés sont polarisés à un champ de  $1 V \cdot \mu m^{-1}$  et le courant est lu sur l'électrode qui est à la masse. Le détecteur et les diodes silicium sont tous couplés à des picoampèremètres Keithley 485 qui réalisent la lecture du courant induit dans les différents détecteurs. La sortie analogique des picoampèremètres permet de récupérer un signal de tension dont l'amplitude, comprise entre 0 et 2 V, est proportionnelle au courant mesuré. Par exemple, sur le calibre 2 nA, un courant mesuré de 1,56 nA génère un signal de tension en sortie du picoampèremètre de 1,56 V. Les signaux de tension sont ensuite convertis en fréquence par des convertisseurs tension-fréquence. On obtient alors une fréquence qui est proportionnelle au courant mesuré. Les fréquences sont ensuite mesurées par des compteurs. Par une procédure de calibration présentée en sous-section 4.1.2, on obtient le courant mesuré.





FIGURE 4.3 – Gauche : Schéma du montage expérimental sur la ligne ID21 pour la mise en œuvre de mesures XBIC. Droite : Détecteur à pistes monté sur la ligne de faisceau.

Le tableau 4.1 liste les différents détecteurs utilisés lors de la campagne de tests. La cartographie de détecteurs des trois qualités cristallines a pu être réalisée pendant cette campagne.

la li	igne ID21 de l'ESRF.		
Diamant	Producteur	Dimensions $(mm^3)$	Electrodes
Polycristallin	Element6	$10 \times 10 \times 0.5$	Disque
Polycristallin	Element6	$10 \times 10 \times 0.3$	Pistes (inter-pistes réguliers)
DOI	Université Augsburg	$5 \times 5 \times 0.3$	Disque
DOI (DOI-1)	Audiatec	$10 \times 10 \times 0.3$	Pistes (inter-pistes réguliers)
DOI (DOI-2)	Audiatec	$10 \times 10 \times 0.3$	Pistes (inter-pistes variables)

TABLE 4.1 – Liste des diamants testés avec la méthode XBIC lors de la campagne de tests sur la ligne ID21 de l'ESRF.

En plus de ces tests en mode intégration de courant, un détecteur monocristallin Element6 de  $4.5 \times 4.5 \times 0.517 \text{ mm}^3$  a également été testé mais en mode impulsionnel. Cette fois, le courant généré dans le diamant était converti en tension par des préamplificateurs large-bande CIVIDEC
C2-HV et les signaux en sortie des préamplificateurs étaient numérisés par un oscilloscope LeCroy 620Zi (2 GHz, 20 GS/s).

# 4.1.2 Cartographie de la réponse des détecteurs par intégration de courant

#### 4.1.2.1 Calibration du flux de rayons X

La calibration du flux de rayons X a été réalisée au tout début de la campagne de tests, alors qu'aucun diamant n'était encore positionné entre le deux diodes PIN. Lorsque le *shutter* est retiré de l'axe du faisceau, l'interaction des photons X de 8,5 keV génère un courant mesuré sur la diode PIN Idet. Le picoampèremètre "pico1" donne alors une valeur de courant par unité de temps  $I_{pico1}$ . On peut alors calculer le nombre de photons incidents I comme suit :

$$I(photons) = (I_{pico1} - D_{pico1}) \cdot \frac{\varepsilon_{eh/Si} \times t_{acq}}{E_{\gamma} \times e} = (I_{pico1} - D_{pico1}) \times 2, 7 \cdot 10^{15}, \qquad (4.1)$$

où :

 $- D_{pico1}$  est la valeur de courant généré par la diode Idet en l'absence de faisceau (380 pA · s<sup>-1</sup>),

- $\varepsilon_{eh/Si}$  est l'énergie moyenne de création de paire électron/trou dans le silicium (3,6 eV),
- $t_{acq}$  est le temps pendant lequel l'acquisition est réalisée à une position donnée du faisceau de rayons X (1 s),
- $E_{\gamma}$  est l'énergie des photons incidents (8,53 keV),
- e est la charge élémentaire  $(1, 602 \times 10^{-19} \text{ C})$ .

Il est à noter que l'équation 4.1 fait l'hypothèse implicite que tout photon interagissant dans le silicium dépose toute son énergie (effet photoélectrique dominant à 8,53 keV dans le silicium), et que les photo-électrons dissipent cette énergie dans le volume de la diode. En conditions d'utilisation (mode "4-bunch" de l'ESRF), la valeur nominale du courant de faisceau durant la campagne de tests était de 32 mA. Toutefois, à cause des pertes progressives des paquets d'électrons dans l'anneau de stockage, la valeur de courant faisceau diminue linéairement sur une durée d'environ 20 min, jusqu'à atteindre une valeur autour de 20 mA. Après cela, un nouveau remplissage de l'anneau, d'une durée de quelques minutes, permet de retrouver un courant de faisceau de 32 mA. Ce cycle est répété trois fois par heure durant toute la campagne de tests. À un courant de faisceau de 32 mA, le flux de photons arrivant dans la casemate de la ligne ID21 est maximal. Nous avons mesuré  $I_{pico1} = 6, 7 \cdot 10^{-7} \text{A} \cdot \text{s}^{-1}$ . En utilisant l'équation 4.1, on obtient alors un flux de photons  $I_{32mA} = 1, 79 \cdot 10^9$  photons/s, soit 1260 photons/paquet.

La valeur de courant étant donnée par un compteur disposé après le convertisseur tensionfréquence, la calibration du flux consiste à déterminer la relation entre le comptage donné par les compteurs et le flux de photons, calculé à l'aide de l'équation 4.1. La figure 4.4 présente les courbes obtenues lors de la calibration des deux diodes PIN Iodet et Idet. La valeurs obtenues correspondent à un balayage horizontal au centre de la surface des diodes, avec 250 points de mesures consécutifs dans le temps. La distribution des points de mesure met en évidence la relation de linéarité entre le comptage réalisé par la chaîne d'acquisition et le courant induit sur la diode. Les flux incidents et transmis de rayons X, respectivement dénommés  $I_{in}$  et  $I_{out}$ , peuvent donc être obtenus par ajustement des données par une relation linéaire :

$$\frac{I_{in}}{t_{acq}} = p1_{odet} \times I(photons) + p0_{odet}, \qquad (4.2)$$

$$\frac{I_{out}}{t_{acq}} = p1_{det} \times I(photons) + p0_{det}.$$
(4.3)



FIGURE 4.4 – Courbes de calibration en flux de photons des diodes PIN Si Iodet (gauche) et Idet (droite).

À chaque fois qu'un détecteur diamant est positionné entre les deux diodes, une nouvelle calibration est réalisée. Cette fois, la valeur de compteur qui correspond au signal de sortie du détecteur diamant testé est représentée en fonction du courant  $I_{K485}$  mesuré sur les picoampèremètres Keithley 485. Là aussi, le nuage de points obtenus est ajusté par une relation linéaire (cf figure 4.5). Les paramètres d'ajustement  $p0_{diam}$  et  $p1_{diam}$  obtenus nous permettent d'exprimer le courant étalonné  $I_{diam}$  du diamant :

$$\frac{I_{diam}}{t_{acq}} = p1_{diam} \times I_{K485} + p0_{diam} \,. \tag{4.4}$$



FIGURE 4.5 – Comptage fourni par le convertisseur tension-fréquence en fonction du courant mesuré en sortie du détecteur diamant par le picoampèremètre.

D'un point de vue global, la réponse du détecteur démontre une plus faible corrélation au flux incident que les diodes PIN de référence. Ceci met en évidence la sur-réponse ou la sous-réponse du détecteur en fonction de la position du faisceau et donc de la qualité de la portion irradiée du volume de détection. La relation linéaire obtenue par ajustement traduit donc la réponse moyenne du détecteur. Pour toutes les expériences de la campagne de tests, une nouvelle calibration de courant a été réalisée sur les détecteurs testés lorsque la tension de polarisation et/ou la gamme de lecture du picoampèremètre étaient modifiées.

#### 4.1.2.2 Calibration de la réponse en courant des détecteurs

Pour chaque détecteur diamant testé, trois cartographies ont été réalisées en même temps : une pour chaque diode PIN de référence et une pour le détecteur diamant testé. La diode "det" située en amont du détecteur diamant est retirée de l'axe du faisceau et est utilisée pour réaliser un monitoring du faisceau basée sur la détection des photons diffusés. *A priori*, il est cohérent de supposer que la cartographie obtenue sur la diode démontre une distribution de réponse très homogène sur la surface irradiée. En réalité, en raison de l'usage intensif des diodes utilisées sur la ligne ID21 depuis plusieurs années, certains pixels de la diode en amont ne produisent plus de signal. Un filtre de Savitsky-Golay est donc appliqué sur les cartes dans le but de lisser les données et donc d'améliorer la précision de la mesure sans modifier la tendance globale du signal.

Tous les points de chaque image sont ensuite stockés dans des matrices de dimensions  $N \times P$ , où N et P désignent respectivement le nombres de lignes et de colonnes de l'image. Les matrices  $\mathcal{M}_{amont}$  et  $\mathcal{M}_{aval}$  désignent par la suite respectivement les cartes de données brutes obtenues suite à la mesure sur les diodes "odet" et "det". La matrice de données brutes de mesure sur le détecteur diamant est dénotée  $\mathcal{M}_{brut}$ . Chaque élément  $\mathcal{M}_{diam}(i,j)$  (avec  $1 \leq i \leq N$  et  $1 \leq j \leq P$ ) de la matrice de l'échantillon diamant étalonnée et corrigée de la variation du courant de faisceau  $\mathcal{M}_{diam}$  est calculé en deux étapes :

$$\mathcal{M}_{etal}(i,j) = \left(\frac{\mathcal{M}_{brut}(i,j)}{T} - p0_{diam}\right) \times \frac{1}{p1_{diam}}, \qquad (4.5)$$

$$\mathcal{M}_{diam}(i,j) = \left(\frac{\mathcal{M}_{etal}(i,j)}{\mathcal{I}_{ph-in}(i,j)}\right) \times T \times I_{32mA}, \qquad (4.6)$$

où :

- T correspond au temps (en s) pendant lequel les données sont moyennées à une position donnée du faisceau sur la surface du détecteur,
- $-\mathcal{I}_{ph-in}(i,j)$  est l'élément de la matrice  $\mathcal{I}_{ph-in}$ ,
- $\mathcal{M}_{etal}$  est la matrice intermédiaire étalonnée mais non corrigée de la variation du courant de faisceau,

Les termes de la matrice  $\mathcal{I}_{ph-in}$  sont déduits de la calibration présentée en sous-section 4.1.2.1 appliquée sur la matrice  $\mathcal{M}_{amont}$ :

$$\mathcal{I}_{ph-in}(i,j) = \left(\frac{\mathcal{M}_{amont}(i,j)}{T} - p0_{odet}\right) \times \frac{1}{p1_{odet}}.$$
(4.7)

$$\mathcal{I}_{ph-out}(i,j) = \left(\frac{\mathcal{M}_{aval}(i,j)}{T} - p0_{det}\right) \times \frac{1}{p1_{det}}.$$
(4.8)

Connaissant les cartographies de la réponse des deux diodes entourant le détecteur diamant testé, on peut obtenir une carte du coefficient de transmission  $\mathcal{M}_{transmit}$  du détecteur diamant pour les rayons X de 8,53 keV :

$$\mathcal{M}_{transmit}(i,j) = \frac{\mathcal{I}_{ph-out}(i,j)}{\mathcal{I}_{ph-in}(i,j)}.$$
(4.9)

## 4.1.3 Cartographie de la réponse des détecteurs en mode impulsionnel

#### 4.1.3.1 Acquisition de traces et calcul du courant moyen induit

En mode impulsionnel, les détecteurs sont irradiés sur leur surface et les signaux de courant produits par ces derniers sont amplifiés par des préamplificateurs rapides et numérisés à l'aide de l'oscilloscope LeCroy (voir table 3.2). Une telle technique nous permet d'une part d'estimer un niveau de courant moyen (avec une précision moindre que la technique présentée précédemment) et d'autre part de faire une analyse des traces acquises (but premier de cette méthode), en fonction de la surface irradiée du détecteur. La fenêtre d'acquisition est définie et optimisée en amont des acquisitions, sans être modifiée par la suite. Une trace moyenne calculée sur 64 traces individuelles est stockée dans le but d'une analyse hors-ligne a posteriori, pour chaque position du faisceau lors de la cartographie du détecteur. Le balayage d'un détecteur monocristallin Element6 de dimensions  $4.5 \times 4.5 \,\mathrm{mm^2}$  a été réalisé, permettant l'acquisition de 8281 traces correspondant à autant de points de mesure, espacés les uns des autres d'un pas de 50 µm. Une procédure hors-ligne a été mise en place pour déterminer le courant moyen  $I_{moyen}$  à chaque point de mesure. Initialement, le niveau de ligne de base est estimé sur les 50 premiers échantillons de chaque trace afin de corriger un éventuel décalage avec le 0. La charge Q de l'impulsion est déduite de l'intégrale numérique de la trace à une position donnée. L'intensité de courant moyenne, mesurée en nA en chaque point, est enfin calculée comme suit :

$$I_{moyen} = \frac{Q}{T_{RF}} = \frac{\Delta t}{R \cdot G \cdot T_{RF}} \sum_{i} V_i$$
(4.10)

où :

- $T_{RF}$  est la période de la radio-fréquence du faisceau. En mode "4-bunch", celle-ci est de 704 ns,
- $-\Delta t$  est la période d'échantillonnage utilisée sur l'oscilloscope lors de l'acquisition,
- R est l'impédance d'entrée des préamplificateurs (50  $\Omega$ ),
- G est la valeur de gain des préamplificateurs. La valeur nominale donnée pour les préamplificateurs CIVIDEC C2 est de 40 dB,
- $V_i$  est la valeur des échantillons de la trace en V.

#### 4.1.3.2 Calibration du courant de faisceau de la ligne ID21

Comme expliqué précédemment, en mode "4-bunch", la valeur nominale de courant de faisceau est fixée à 32 mA. Pendant un temps donné (pouvant varier entre 20 et 60 min), le courant de faisceau décroît avant que l'anneau de stockage ne soit rempli à nouveau d'électrons. Toutefois, en mode impulsionnel, nous n'avions pas la possibilité de faire simultanément une mesure précise de la variation du courant de faisceau en temps avec le signal de sortie du diamant. Pour cette raison, les cartographies obtenues en mode impulsionnel ne sont pas normalisées à la valeur nominale de courant de faisceau comme c'est le cas en mode courant.

### 4.1.4 Résultats

#### 4.1.4.1 Détecteur monocristallin en mode impulsionnel

La cartographie, en mode impulsionnel, de la réponse du détecteur monocristallin Element6 est présentée en figure 4.6. Cette même figure contient également l'histogramme des éléments de la matrice constitutive de l'image. Les valeurs de courant ont été obtenues en employant la procédure présentée en sous-section 4.1.3. Le détecteur était polarisé à une tension de +500 V, correspondant à un champ électrique de  $0.97 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ . La surface du diamant a été balayée avec un pas de 16,6  $\mu$ m. Le temps d'acquisition à chaque position de faisceau était de 1 s.



FIGURE 4.6 – Distribution du courant induit mesuré (droite) sur la cartographie de la réponse en courant (gauche), sur sa surface, d'un détecteur monocristallin Element6 de  $4,5 \times 4,5 \times 0,518 \,\mathrm{mm^3}$ .

Des lignes horizontales périodiques peuvent être observées sur la cartographie. Elles proviennent du fait que lors de l'acquisition, toutes les 60 min dans la configuration de la campagne de tests, un nouveau remplissage de l'anneau de stockage du synchrotron se produisait. Durant ce laps de temps, la casemate ne reçoit plus de faisceau incident de rayons X. Les segments bleus foncés correspondent à ces moments de remplissage. S'en suit un retour à un courant de faisceau nominal de 32 mA générant une forte génération de charges dans le détecteur. D'une manière générale, le détecteur démontre une réponse très homogène sur sa surface, à l'exception d'une zone dans l'angle supérieur droit de l'image où une sur-réponse est observée. Celle-ci ayant lieu à proximité d'une électrode de contact, un effet de bord du champ électrique est suspecté d'être responsable d'une augmentation locale du courant mesuré. D'après l'histogramme des valeurs de courant présenté en figure 4.6, le courant moyen obtenu sur la surface totale est  $\sim 120$  nA et présente une dispersion statistique relativement faible pouvant attester de l'homogénéité de la réponse du détecteur. La carte de courant n'étant toutefois pas calibrée de manière absolue ici, on ne peut conclure sur cette seule base. La charge totale générée dans le diamant par un paquet de photons peut être calculée comme suit :

$$Q_{paquet} = \frac{I_{32mA} \cdot T_{RF} \cdot E_{\gamma} \cdot A_{diam} \cdot e}{\varepsilon_{eh/diam}} = 61 \,\text{fC}$$

$$(4.11)$$

avec  $I_{32mA} = 1,79 \cdot 10^9$  photons/s et  $\varepsilon_{eh/diam}$  l'énergie de création de paires électron/trou dans le diamant (13,6 eV). Enfin,  $A_{diam}$  correspond au coefficient d'absorption du diamant pour les photons d'énergie  $E_{\gamma} = 8,53 \text{ keV}$ :

$$A_{diam} = 1 - e^{-\rho\mu d} \left( = 1 - \frac{\mathcal{I}_{ph-out}}{\mathcal{I}_{ph-in}} \right) , \qquad (4.12)$$

avec  $\rho$  la masse volumique du diamant  $(3,517 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3})$ ,  $\mu$  le coefficient d'atténuation massique du carbone à 8,53 keV  $(4,025 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1})$  et d l'épaisseur du diamant (ici 518 µm). On peut alors en déduire, pour un courant de faisceau de 32 mA, un courant induit moyen  $I_{paquet} = Q_{paquet}/T_{RF} = 86 \text{ nA}$ . La différence entre le calcul théorique de courant induit moyen et les valeurs mesurées dans le diamant (figure 4.6) peut être expliquée par le fait que la valeur utilisée de 40 dB pour le gain des préamplificateurs (équation 4.10) n'est pas le gain effectif des préamplificateurs. En supposant que dans nos conditions expérimentales, l'efficacité de collecte de charges du détecteur était bien de 100%, on peut déterminer qu'un courant de 86 nA correspondrait à une valeur de gain de 45 dB. Cette valeur de gain a ensuite été vérifiée en laboratoire avec le banc de test  $\alpha$  présenté en section 3.3.

#### 4.1.4.2 Détecteurs polycristallins

La cartographie de la surface de plusieurs détecteurs polycristallins a été réalisée en mode intégration de courant. La figure 4.7 présente le résultat obtenu avec un détecteur polycristallin Element6 ( $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ ) sur une surface de  $1 \times 1 \text{ mm}^2$ . Le détecteur était polarisé à une tension de -500 V. L'échelle de couleur est corrélée à l'efficacité de collecte de charges locale, sur le point irradié. Du fait du paramétrage de l'électromètre Keithley 485 en *auto-range*, l'échelle verticale ne peut être exprimée qu'en unités arbitraires. De ce fait, ce réglage met en évidence les plus fortes variations mesurées, ce qui génère un bon contraste. De manière évidente, la réponse du détecteur reflète la distribution spatiale des joints de grain présents dans les structures polycristallines.

De plus, la figure met en évidence une variation de la réponse du détecteur atteignant un facteur 6 entre les zones de plus forte réponse (30 u.a.) et les zones de plus faible réponse ( $\leq 5$  u.a.), selon la localisation spatiale du faisceau sur la surface du détecteur.

La figure 4.8, elle, présente la cartographie de la réponse du détecteur polycristallin à pistes  $(10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3)$ , calibrée selon la méthode présentée en sous-section 4.1.2.2. La surface totale



FIGURE 4.7 – Cartographie de la réponse d'un détecteur polycristallin Element6 de  $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ , sur une sous-section de  $1 \times 1 \text{ mm}^2$  de sa surface.

du détecteur a été irradiée avec un pas de  $25 \,\mu\text{m}$  et le temps d'acquisition pour chaque point a été fixé à 100 ms. Le détecteur était polarisé à une tension de  $+300 \,\text{V}$ . La non-uniformité de la réponse du détecteur, quantifiée par l'échelle de couleurs, met en évidence des zones locales de sur-réponse (aussi observées sur l'échantillon en figure 4.7) distribuées de manière homogène sur la surface. La présence de ces zones de sur-réponse n'affecte pas pas sévèrement l'homogénéité globale de la réponse du détecteur.



FIGURE 4.8 – Distribution du courant induit mesuré (droite) sur la cartographie de la réponse en courant (gauche), sur sa surface, du détecteur à pistes polycristallin Element6 de  $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$ .

En effet, l'histogramme des valeurs de courant mesurées sur la surface totale (qui inclut les surfaces non-métallisées) révèle un seul pic à  $\sim 3$  nA avec une dispersion à 2 nA (RMS). En uti-

lisant l'équation 4.12, on peut estimer que  $A_{diam}(300 \,\mu\text{m}) = 0,35$ . En supposant une efficacité de collecte de charges de 100%, on attend donc un courant moyen induit de 58 nA. Le résultat semble donc montrer que l'efficacité de collecte de charges moyenne du détecteur n'est que de 5,5% mais la cartographie du détecteur met également en évidence des zones où la réponse atteint une efficacité de collecte de charges de 70%.

On peut réaliser un zoom sur la figure 4.8 afin d'étudier la réponse du détecteur plus finement au niveau des inter-pistes. La figure 4.9 illustre le résultat obtenu sur une zone de  $\sim 2 \times 2 \text{ mm}^2$ . Le contraste a été ajusté entre-temps pour maximiser le contraste et mettre en évidence les espaces inter-pistes. La mise en évidence des inter-pistes met en évidence la baisse d'efficacité de collecte de charges dans les inter-pistes.



FIGURE 4.9 – Zoom sur une zone d'intérêt de surface  $\simeq 2 \times 2 \,\mathrm{mm^2}$  de la cartographie XBIC du détecteur à pistes polycristallin Element6. Le contraste de l'image est volon-tairement modifié pour faire apparaître les inter-pistes.

Une analyse plus précise de la réponse des détecteurs, avec notamment des mesures dans les inter-pistes, est présentée dans les sections 4.2 et 4.3.

### 4.1.4.3 Détecteurs DOI

L'analyse en intégration de courant a pu être réalisée sur 3 détecteurs DOI différents : l'échantillon de l'Université d'Augsburg  $(5 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3)$  et les deux détecteurs à pistes Audiatec  $(10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3 \text{ chacun})$ . La figure 4.10 présente la cartographie de courant induit sur la surface du détecteur DOI de l'Université d'Augsburg. Le diamant était polarisé à -300 V lors du test. La surface totale du détecteur a été balayée avec un pas de 4 µm et un temps d'acquisition de 200 ms en chaque point. La forte hétérogénéité de la réponse du détecteur est aussi bien observable sur la cartographie que sur l'histogramme des valeurs de courant induit. En supposant une efficacité de collecte de charge de 100%, un diamant de 300 µm génère un courant de 58 nA lorsqu'il est irradié par un flux de 1, 79 · 10<sup>9</sup> photons/s, avec  $E_{\gamma} = 8,53$  keV. Or, dans la figure 4.10 (droite), deux pics sont observables : un premier pic étroit de ~ 14 nA et un second plus étalé dont le mode se situe autour de 37 nA. La valeur moyenne de courant mesuré dans la distribution donne une efficacité de collecte de charges de 45%. La valeur maximale observée permet d'atteindre une efficacité de collecte de charges de 71%. Toutefois, une part importante de la surface du détecteur produit un courant très réduit, qui peut être causé par du piègeage de charges dans des dislocations. Dans le cas présent, électrons et trous participent tous deux au courant total et il n'est pas possible de distinguer l'influence des pièges sur les deux porteurs. Il a toutefois été montré que le transport des deux porteurs de charges est affecté par la présence de dislocations dans les diamants DOI [Lohstroh, 2007].



FIGURE 4.10 – Distribution du courant induit mesuré (droite) sur la cartographie de la réponse en courant (gauche), sur sa surface, du détecteur DOI produit à l'Université d'Augsburg de  $4, 5 \times 4, 5 \times 0,518 \text{ mm}^3$ .

La figure 4.11 recense les différentes cartographies qui ont été réalisées sur les deux détecteurs à pistes DOI dont les échantillons ont été produits par Audiatec. Les deux détecteurs, de  $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$ , étaient polarisés à +300 V (figure 4.11 Haut) et -300 V (figure 4.11 Milieu). Les cartographies de transmission sont présentées en figure 4.11 Bas. A + 300 V, la surface totale du détecteur à inter-pistes constant (DOI-1) a été testée avec un pas de 20 µm et avec un temps d'acquisition de 200 ms par point de mesure. À -300 V, nous avons utilisé un pas de 50 µm et un temps d'acquisition de 100 ms par point de mesure. Dans le cas du détecteur DOI-2, à inter-pistes variable, les acquisitions à  $\pm 300$  V ont été réalisées avec un pas de 100 µm et un temps d'acquisition de 200 ms par point. Les inter-pistes les plus larges (200 µm) sont par ailleurs clairement visibles dans la partie supérieure de la cartographie du détecteur DOI-2 à -300 V (lignes horizontales bleues foncées en figure 4.11 Milieu-Droit). Sur les deux détecteurs, de fortes hétérogénéités de la réponse en courant peuvent être observées. Sur les cartes de transmission, les fils de bonding apparaissent clairement sur les bords supérieur et vertical des détecteurs. Les zones de sur-réponse observées aux deux polarités sur le détecteur DOI-1 sont visiblement corrélées à la métallisation, étant donné qu'elles sont essentiellement présentes au bord des pistes et de l'anneau de garde du détecteur. En fait, il a été remarqué que l'une des faces de ce diamant avait reçu polissage de sa surface de mauvaise qualité, comme le montre la figure 4.12.

Les histogrammes des valeurs de courant mesurées dans les cartographies des deux détecteurs DOI à pistes à -300 V sont représentés en figure 4.13. Comme précédemment si on suppose un détecteur de 300 µm d'épaisseur, avec 100% d'efficacité de collecte de charges, exposé à un flux de photons de  $1.79 \cdot 10^9$  photons/s, un courant moyen de 58 nA doit être induit sur le détecteur. L'histogramme des valeurs mesurées sur le détecteur DOI-1 présente deux pics tandis que celui du détecteur DOI-2 présente un seul pic mais également une longue queue à des valeurs supérieures de courant. La valeur moyenne de courant pour le DOI-1 est de 34 nA, ce qui correspond à une efficacité de collecte de charges de 60%, tandis qu'elle atteint 40% sur le détecteur DOI-2. Ces résultats confirment les résultats précédemment observés sur le détecteur DOI produit par l'Université d'Augsburg, et semblent représentatifs de la présence de dislocations et de défauts structurels importants dans les diamants produits sur substrat d'iridium, contrairement à ce qui peut être observé sur un détecteur polycristallin dans les mêmes conditions. Des zones de sur-réponse du détecteur DOI-2 sont clairement identifiables, aussi bien à +300 V qu'à -300 V. Il est à noter que la différence de réponse observée sur les diamants entre polarisation positive et négative n'est pas spécifique aux échantillons DOI. Cela a été vérifié sur les différents échantillons testés. L'étude des courants de fuite sur ces échantillons met en évidence une asymétrie entre les deux polarisations. De plus, depuis que nous avons obtenu ces résultats par la méthode X-BIC, des tests utilisant la méthode eBIC (electron Beam Induced Current) ayant lieu à l'Institut Néel de Grenoble sur des échantillons monocristallins tendent à montrer que le choix fait de l'aluminium pour les électrodes mène à la formation de contacts Schottky qui pourraient expliquer cette asymétrie. Une étude pour améliorer la qualité des contacts sur les détecteurs est en cours, conjointement avec la plateforme NANOFAB de l'Institut Néel.

# 4.1.5 Discussion

D'un côté, les hétérogénéités mesurées sur les détecteurs DOI à pistes DOI-1 et DOI-2 sont considérées comme prohibitives pour envisager d'utiliser de tels diamants pour la constitution d'un hodoscope de faisceau. En effet, d'après ce que l'on a pu présenter ici, la résolution en position fournie par un détecteur DOI dépendra de la localisation de l'interaction de l'ion incident. La calibration spatiale d'un détecteur aussi hétérogène semble pour le moins fastidieuse, voire impossible. En plus de cela, l'efficacité de collecte de charges de ces détecteurs n'excède pas les 70%. En fonction de l'ion à détecter et de son énergie, on peut faire l'hypothèse d'un très bas signal empêchant d'atteindre les spécifications du projet, en termes d'efficacité de détection et de résolution temporelle et spatiale. De l'autre côté, les détecteurs monocristallins présentent d'excellentes performances mais leur petite taille rend la constitution d'un hodoscope de grande surface complexe, du fait des contraintes d'architecture qu'ils imposent (mosaïque d'échantillons individuels). Les détecteurs polycristallins semblent ici présenter un meilleur compromis entre performance et taille mais le signal généré dans le détecteur reste faible.

# 4.2 Efficacité de détection

La détermination de l'efficacité de détection des détecteurs diamant est primordiale pour la constitution d'un hodoscope faisceau. Les systèmes développés par la collaboration CLaRyS sont basés sur la détection en coïncidence de photons gamma prompts et des ions par lesquels



DOI-1 (Haut : +300V, Milieu : -300V, Bas : Transmission)



FIGURE 4.11 – Cartographie de la réponse en courant induit par la méthode XBIC des deux détecteurs à pistes DOI-1 (gauche) et DOI-2 (droite). Haut : Réponse du détecteur à une polarisation de +300V. Milieu : réponse du détecteur à une polarisation de -300V. Bas : Cartographie du coefficient de transmission des rayons X.

Y 448



FIGURE 4.12 – Photographie des deux faces métallisées par pistes du détecteur DOI-1, telles qu'observées à la loupe binoculaire.



FIGURE 4.13 – Distribution du courant induit mesuré sur la cartographie des détecteurs DOI-1 (gauche) et DOI-2 (droite), pour une tension de polarisation de -300V.

ces photons ont été générés. Du fait des faibles taux d'émission gamma-prompt par ion incident, de l'efficacité géométrique limitée des caméras gamma, et du caractère interceptif de l'hodoscope, ce dernier est à même de présenter un taux de comptage bien plus élevé que les caméras. La détection d'un événement gamma-prompt est conditionnée par la détection en coïncidence de l'ion et du gamma-prompt. L'hodoscope a donc besoin d'avoir une efficacité proche de 100% sans quoi une partie des événements est perdu et le bruit de fond augmente. L'efficacité de détection de l'hodoscope est donc intrinsèquement liée à l'efficacité globale d'un système de détection gamma-prompt à haute résolution temporelle faisant intervenir un tel dispositif.

La détermination expérimentale de l'efficacité de détection de détecteurs diamant est l'objet de cette section. Nous aborderons dans un premier temps les trois expériences pour lesquelles nous avons pu mettre en place un dispositif de mesure d'efficacité de détection. Les deux premières ont eu lieu à ARRONAX avec des protons de 68 MeV et la troisième à l'ESRF avec un micro-faisceau pulsé de rayons X de 8,5 keV. Les résultats obtenus avec diverses qualités cristallines et le détecteur à pistes seront ensuite présentés et discutés.

# 4.2.1 Expériences à ARRONAX en 2018 et 2019

Cette sous-partie présente les deux tests qui ont été réalisés à ARRONAX [Poirier, 2011, Poirier, 2016], en août 2018 et août 2019, pour l'évaluation de l'efficacité de détection de protons uniques de 68 MeV.

#### 4.2.1.1 Matériel et méthodes

#### Expérience d'août 2018

Les tests menés en août 2018 avaient pour vocation de mesurer l'efficacité de détection de protons uniques avec des détecteurs de grande surface  $(1 \text{ cm}^2)$ . Deux détecteurs ont donc été testés simultanément : un échantillon polycristallin Element6 et un échantillon DOI produit par Audiatec. Tous deux ont un volume de  $10 \times 10 \times 0.3 \,\mathrm{mm^3}$ , avec des électrodes de 100 nm d'aluminium sur chaque face ( $\emptyset$  7 mm). Ils étaient montés dans un même boîtier en aluminium fournissant un blindage électromagnétique. Le boîtier est ensuite fixé sur une platine de translation XY, permettant un déplacement de la paire de détecteurs dans les deux directions du plan tranverse à l'axe du faisceau. Chacune des faces des deux détecteurs était couplée à un préamplificateur Cividec C2-HV. Deux détecteurs de haute qualité cristalline et de petite taille étaient disposés de part et d'autre de la paire de grands détecteurs. Ces échantillons étaient un détecteur DOI produit par l'Université d'Augsburg  $(5 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3, 50 \text{ nm Al}, \emptyset 3 \text{ mm})$  et un détecteur monocristallin Element6 ( $4, 5 \times 4, 5 \times 0, 5 \text{ mm}^3, 50 \text{ nm}$  Al, Ø 3 mm). Les faces avant de chacun de ces deux détecteurs étaient couplées à un préamplificateur DBA, modèle IV-R pour le détecteur DOI et modèle III pour le détecteur monocristallin. Les faces arrières sont reliées à des terminaisons 50  $\Omega$ . Les grands détecteurs étaient polarisés par des sources de haute tension provenant de pico-ampèremètres Keithley 6497. Les deux diamants extérieurs étaient polarisés par un module NIM ISEG NHQ 223M. Les polarisations des détecteurs étaient les suivantes :

- DOI Augsburg : face avant à +500V, face arrière à la masse (champ de 1,67 V ·  $\mu$ m<sup>-1</sup>),
- polycristallin Element6 : face avant à -500V, face arrière à la masse (champ de 1,67 V  $\cdot \mu m^{-1}$ ),

— DOI Audiatec : face avant à la masse, face arrière à +500V (champ de  $1.67 V \cdot \mu m^{-1}$ ),

— monocristallin Element6 : face avant à -500V, face arrière à la masse  $(0.97 \,\mathrm{V} \cdot \mu\mathrm{m}^{-1})$ . La figure 4.14 illustre l'agencement des différents détecteurs par rapport à l'axe du faisceau.



FIGURE 4.14 – Montage expérimental pour la détermination de l'efficacité de détection de protons uniques de 68 MeV, tel qu'utilisé à ARRONAX en août 2018.

Les différents éléments ont été alignés les uns après les autres dans l'axe du faisceau grâce au système laser présent sur la ligne. Des films Gafchromic ont été disposés à l'entrée et sortie de chaque élément montés sur la ligne pour vérifier cet alignement avec le faisceau de protons. Un collimateur d'aluminium, d'une épaisseur de 2,5 cm et d'une ouverture de 1 mm de diamètre, a été aligné en amont des détecteurs. Il a été utilisé pour contraindre l'incidence des protons sur une surface plus petite que la surface sensible des petits détecteurs (détecteurs extérieurs). Le détecteur DOI d'Augsburg a été fixé au collimateur pour limiter au maximum la diffusion du faisceau entre la sortie du collimateur et le premier détecteur. Toutes les voies de sortie des préamplificateurs utilisés ont été envoyées en acquisition sur le numériseur WaveCatcher. Le dernier détecteur de la ligne (monocristallin) a été utilisé comme source de déclenchement. Le principe général du montage expérimental repose sur la détection en coïncidence d'un même proton par plusieurs détecteurs. Du fait de leur disposition de part et d'autre des grands détecteurs, de leur qualité cristalline et de leur petit diamètre, les deux petits détecteurs extérieurs sont définis comme détecteurs de référence. Lorsqu'un signal correspondant à la signature d'un proton de 68 MeV est mesuré simultanément sur ces deux détecteurs, alors on attend un signal sur les grands détecteurs. L'efficacité dépend donc du rapport  $N_{triple}/N_{double}$ , où  $N_{triple}$  est le nombre d'événements en triple coïncidence (détecteur testé ET les deux diamants de référence) et  $N_{double}$  le nombre de coïncidences doubles entre les deux détecteurs de référence. La première étape de l'analyse consiste donc à déterminer un ensemble d'événements qui remplissent les conditions de la coïncidence double (on dénombre  $N_{double}$ ). Sur l'ensemble des événements constitutifs de  $N_{double}$ , on évalue alors la coïncidence triple de sorte que  $N_{triple}/N_{double} \leq 1$ . On a, avec ce rapport normé, une première approche du calcul de l'efficacité. Ce rapport ne tient toutefois pas compte de la probabilité non-nulle qu'un détecteur puisse déclencher une coïncidence fortuite due à une fluctuation du bruit de fond, simultanément à la coïncidence double

mesurée sur les détecteurs de référence. Si l'on tient maintenant compte de cette probabilité, l'efficacité de détection se définit alors comme le produit de la probabilité de déclencher une coïncidence triple lorsqu'elle existe par celle de ne pas déclencher une coïncidence triple sur un événement de bruit de fond. L'efficacité de détection  $\epsilon$  s'exprime donc comme :

$$\epsilon\left(\delta t\right) = \frac{N_{triple}\left(\delta t\right)}{N_{double}\left(\delta t\right)} \times \left(1 - \frac{N_{fortuite}\left(\delta t\right)}{N_{double}\left(\delta t\right)}\right),\tag{4.13}$$

où  $N_{fortuite}$  exprime le nombre d'événements parmi  $N_{double}$  qui correspondent à une coïncidence fortuite entre le détecteur testé et les détecteurs de référence, et  $\delta t$  est la durée de la fenêtre de coïncidence. L'étude consiste ici à évaluer  $\epsilon$  en fonction de la valeur du seuil appliqué pour la détection des impulsions sur les signaux du grand détecteur testé. Deux fenêtres de coïncidence, une pour la coïncidence triple, et l'autre pour la coïncidence fortuite, sont également définies sur les signaux. La durée de cette fenêtre temporelle, correspondant à un nombre d'échantillons dans la trace de l'impulsion, doit être la même pour les deux fenêtres. La probabilité qu'un événement déclenche une coïncidence fortuite dans une fenêtre de coïncidence de durée donnée suit une loi de Poisson. Cette probabilité dépend donc de la durée de la fenêtre temporelle.



FIGURE 4.15 – Exemple de l'analyse réalisée sur un signal produit par le détecteur polycristallin Element6. Tant que le seuil reste au niveau du bruit de fond, une coïncidence fortuite est comptée. Lorsque le seuil dépasse le bruit de fond, seule la coïncidence vraie est comptée.

N.B. Les largeurs des fenêtres sont ici exagérément grandes à titre illustratif.

Pour chaque événement, la fenêtre de coïncidence triple est appliquée aux deux détecteurs de référence et au détecteur testé. Si la condition sur la détection en double coïncidence des détecteurs externes est remplie, on teste avec des valeurs croissantes de seuil, la détection d'une impulsion sur le grand détecteur dans la fenêtre de coïncidence. Pour chaque valeur  $V_s$  de seuil,  $N_{triple}(V_s)$  est incrémenté si le signal compris dans la fenêtre de coïncidence dépasse cette valeur (cf Figure 4.15). On réalise la même analyse avec la fenêtre de coïncidence fortuite. Cette fenêtre doit être retardée d'un temps supérieur à la durée moyenne d'une impulsion signature d'un proton et inférieure à la période du signal RF de la ligne de faisceau. En effet, même à très basse intensité, la probabilité de détecter un proton dans deux paquets consécutifs n'est pas nulle. Il faut donc tenir compte de cet effet pour ne pas biaiser la statistique de comptage de coïncidences fortuites avec des faux-positifs. On obtient ainsi à la fin de l'analyse :

$$\epsilon(\delta t, V_s) = f(\delta t, V_s) = \frac{N_{triple}(\delta t, V_s)}{N_{double}(\delta t)} \times \left(1 - \frac{N_{fortuite}(\delta t, V_s)}{N_{double}(\delta t)}\right).$$
(4.14)

À un  $\delta t$  donné, si  $V_s^{max}(\delta t)$  exprime la valeur de seuil telle que  $\epsilon(\delta t, V_s^{max}(\delta t))$  est maximale, alors on définit l'efficacité de détection par la valeur :

$$\epsilon_{det}(\delta t) = max\left(\epsilon(\delta t, V_s)\right) \equiv \epsilon\left(\delta t, V_s^{max}(\delta t)\right) \,. \tag{4.15}$$

La première étape de l'analyse a donc consisté à définir le critère définissant la coïncidence double entre les deux détecteurs de référence. Ce critère se base nécessairement sur une fenêtre temporelle correspondant à la différence de temps acceptable entre les signaux des deux détecteurs pour les désigner en coïncidence. La figure 4.16 représente, pour l'ensemble des événements, la différence de temps entre les deux détecteurs de référence mesurée (après discrimination par seuil normalisé à 50% des signaux) en fonction de l'amplitude du signal observé sur le détecteur monocristallin (détecteur de référence en aval). Dans les faits, une erreur de réglage du seuil de déclenchement de l'acquisition a entraîné une filtration des événements correspondant à l'incidence d'un proton unique sur le détecteur monocristallin. Le détecteur monocristallin ne déclenchait donc l'acquisition que sur des signaux générés par des paquets de deux protons ou plus. Deux protons de 68 MeV déposent chacun 1 MeV dans un détecteur diamant de 300 µm. On parlera donc par la suite, pour le test de 2018, d'efficacité de détection à 2 MeV.



FIGURE 4.16 – Différence de temps mesurée entre les signaux des détecteurs de référence en fonction de l'amplitude du signal généré par le détecteur monocristallin. La cadre rouge correspond à la coupure réalisée sur l'ensemble des événements pour la définition de  $N_{double}$ . Gauche : L'histogramme met en évidence la dispersion sur l'énergie des protons lors de leur interaction dans le détecteur monocristallin. Droite : Même figure, mais mettant en évidence la distribution effective des événements (avec un seuil à 30 événements/cellule).

Sur la figure 4.16 (gauche), on observe une concentration des événements autour d'une différence de temps de 1 ns pour une amplitude de 25 mV. C'est la valeur la plus probable de retard mesuré entre les deux signaux, qui correspondant au temps-de-vol du proton entre les

deux détecteurs et aux différences de longueurs de câble. On observe également une dispersion des données qui traduit la détection, par le détecteur monocristallin, de protons ayant perdu beaucoup plus d'énergie qu'attendu. Lorsque le proton a perdu de l'énergie en amont du détecteur monocristallin en interagissant dans un élément diffuseur (collimateur ou circuit imprimé), il interagit dans le détecteur monocristallin avec une énergie moindre. Son temps-de-vol est donc supérieur à celui d'un proton n'ayant traversé qu'une couche d'air et les diamants. De même, le dépôt d'énergie dans le détecteur augmente (d'où l'augmentation de l'amplitude mesurée). Ce phénomène se poursuit si l'énergie du proton à l'entrée du monocristallin continue de diminuer, jusqu'à ce qu'il n'ait plus l'énergie suffisante pour traverser le détecteur. Pour un parcours égal à l'épaisseur du détecteur (517 µm), le dépôt d'énergie devient maximal (de même que l'amplitude). Si un proton interagit avec le détecteur avec une énergie encore plus faible, il sera stoppé dans le détecteur. À partir de là, une diminution de l'énergie incidente du proton induira une diminution de l'amplitude mesurée sur le détecteur. D'après des simulations SRIM, un proton doit avoir une énergie de 11,7 MeV à l'entrée du détecteur monocristallin pour avoir un parcours égal à son épaisseur. Ceci signifie qu'au maximum d'amplitude, le proton correspondant a perdu la majeure partie de son énergie initiale avant d'arriver sur le détecteur. Seul le collimateur en aluminium présent en amont du montage expérimental peut permettre une telle perte d'énergie. Un proton de 68 MeV étant stoppé dans 25 mm d'aluminium, on suppose que ces protons ont un petit angle de déviation par rapport à l'axe théorique du faisceau et ont interagi dans une petite épaisseur d'aluminium, à la sortie du collimateur. Bien qu'illustrant une certaine pollution par le collimateur, ces événements n'en restent pas moins minoritaires et doivent être rejetés pour la définition du critère de coïncidence double. On fera de même pour la détermination de la résolution temporelle (cf section 4.3). La figure 4.16 (droite) représente la même information, mais le niveau de couleur renseigne sur la densité de probabilité d'énergie des protons (un seuil à 30 événements/cellule est appliqué sur l'histogramme). Grâce à ces deux figures, nous avons décidé d'utiliser une fenêtre de coïncidence de 1,5 ns (de 0,5 à 2 ns sur l'histogramme). Une coupure en amplitude est également appliquée sur les signaux du détecteur monocristallin pour rejeter les événements dont le dépôt d'énergie ne peut correspondre à un petit nombre de protons. Tous les événements correspondant à ces fenêtres en temps et en amplitude sont donc sélectionnés comme événements constitutifs de la coïncidence double (leur nombre est  $N_{double}$ ).

C'est sur cet ensemble d'événements que les coïncidences triples et fortuites sont évaluées, sur les deux grands détecteurs. Dans ce cas, une fenêtre temporelle de 1,25 ns est appliquée sur les signaux des quatre voies correspondant aux deux faces de chaque grand détecteur. De plus, étant donné que les deux détecteurs sont lus sur les deux faces, on utilise également les signaux somme pour mesurer l'éventuel gain en efficacité permis par l'augmentation du rapport signal-sur-bruit. Les résultats de cette expérience sont présentés en section 4.2.1.2

#### Expérience d'août 2019

L'expérience a été partiellement reproduite en août 2019. Cette fois-ci, l'objectif était de comparer les efficacités obtenues avec différents détecteurs polycristallins, provenant de différents producteurs. Les trois échantillons que nous avons testés étaient :

- un échantillon **Element6**,  $10 \times 10 \times 0.3 \,\mathrm{mm^3}$ , métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 7 mm),
- un échantillon **II-VI**,  $10 \times 10 \times 0.5$  mm<sup>3</sup>, métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 7 mm),
- un échantillon Diamond Daleware Knives (DDK), 5 × 5 × 0,3 mm<sup>3</sup>, métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 3 mm).



FIGURE 4.17 – Dispositif expérimental utilisé à ARRONAX en août 2019 pour la détermination de l'efficacité de détection de protons uniques de détecteurs diamant polycristallins.

Les trois détecteurs sont testés l'un après l'autre, en coïncidence avec un détecteur monocristallin (Element6,  $4.5 \times 4.5 \times 0.5 \text{ mm}^3$ , métallisation Al 50 nm, Ø 3 mm) disposé derrière eux, en aval du faisceau (cf Figure 4.17). Les deux faces de chaque détecteur sont couplées à la même paire de préamplificateurs DBA IV-R. Les deux faces du détecteur monocristallin sont couplées à des préamplificateurs Cividec C2-HV. Pour avoir des résultats comparables, la polarisation appliquée sur chaque détecteur polycristallin était de  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$  (polarisation positive en face avant, face arrière à la masse). La haute tension appliquée sur le détecteur monocristallin était de +300 V en face arrière (face avant à la masse), soit un champ de 0.6 V  $\cdot$  µm<sup>-1</sup>. Une chambre d'ionisation gazeuse PTW T34058 (CI), polarisée à +400 V, reliée à un électromètre calibré PTW Unidos est positionnée derrière les diamants pour mesurer le courant de faisceau. Enfin, un scintillateur plastique Saint-Gobain BC408 d'une épaisseur de 1 cm couplé à un photo-multiplicateur Saint-Gobain PMT 9266B (PM), polarisé à -800 V, est situé derrière la chambre d'ionisation. Ce détecteur est utilisé pour apporter une information spectroscopique plus précise pour chaque événement. Sa résolution en énergie permet de déterminer sans ambiguïté le contenu par paquet en nombre de protons. Il est par ailleurs suffisamment rapide pour que l'entièreté du signal produit soit numérisée dans la même fenêtre d'acquisition que les détecteurs diamant. D'autre part, compte-tenu du fait qu'on cherche à évaluer l'efficacité de détection de proton unique, l'intensité faisceau a été réduite à  $\simeq 50$  fA. Le risque de saturation du PM est complètement négligeable à cette intensité.

Deux collimateurs en aluminium de 2,5 cm d'épaisseur et d'une ouverture de 5 mm de diamètre sont disposés sur la ligne. En amont des détecteurs, le premier collimateur est positionné directement à la fenêtre d'extraction de la ligne de faisceau. Il permet de réduire la section transverse du faisceau primaire, de sorte que le faisceau arrivant sur les détecteurs polycristallins soit de même dimension que ces derniers ( $\emptyset$ 6 mm). Le deuxième collimateur, lui aussi de (5 mm) de diamètre, a pour but de réduire le halo de faisceau dû à la dispersion des protons par l'air entre le premier collimateur et les détecteurs diamant, ainsi que par les détecteurs diamant eux-mêmes. De la sorte, le comptage mesuré sur le scintillateur plastique reste cohérent avec le nombre de protons qui traversent effectivement le volume sensible des détecteurs diamant (les protons déviés dans les circuits imprimés des détecteurs sont en partie stoppés dans ce collimateur).

La méthode d'évaluation de l'efficacité de détection des détecteurs polycristallins est ici la même que pour l'expérience de 2018 (méthode amenant aux équations 4.14 et 4.15). Toutefois, du fait de l'absence ici d'un premier détecteur de référence en amont du détecteur à tester, la sélection angulaire résulte de la condition d'observation d'un signal de proton unique sur le détecteur monocristallin (qui a un diamètre de 3 mm). Si, à un événement donné, un signal est en coïncidence sur le détecteur monocristallin et le scintillateur et que l'amplitude du signal correspond à un signal de proton unique sur les deux détecteurs, une coïncidence double est signalée. Des seuils haut et bas en amplitude sont donc appliqués sur le détecteur monocristallin et le détecteur scintillateur pour la sélection des signaux de protons uniques. Les coïncidences triples et fortuites sont évaluées sur le détecteur testé avec un balayage en seuil. La fenêtre de coïncidence entre le détecteur monocristallin et le scintillateur est de 1,5 ns. Pour l'évaluation des coïncidences triples et fortuites, la fenêtre de coïncidence utilisée sur les détecteurs diamant est de 1,25 ns. Cette fenêtre est retardée de 15 ns pour le comptage des coïncidences fortuites. Enfin, le seuil de déclenchement sur le détecteur monocristallin est défini de manière à déclencher juste au-dessus du bruit de fond et très en-dessous du signal de proton unique moyen, de sorte à ne pas reproduire l'erreur faite lors de l'expérience d'août 2018.

#### 4.2.1.2 Résultats et discussion

#### Expérience d'août 2018

Les résultats de l'analyse de l'expérience d'ARRONAX 2018 sont illustrés en figure 4.18. La figure 4.18 (Haut) présente le résultat du balayage en seuil sur les signaux des quatre voies testées (chaque face des deux détecteurs). La figure 4.18 (Bas) illustre le résultat obtenu avec les signaux somme des deux détecteurs.

Sur chacune des figures, l'efficacité de détection augmente dans un premier temps avec la valeur de seuil. Ceci correspond à la diminution de la probabilité de déclencher une coïncidence fortuite avec le bruit de fond sur un intervalle de 1,25 ns. L'efficacité de détection atteint ensuite un maximum. Ce maximum, correspondant à la définition en équation 4.15, est reporté pour chacune des voies en table 4.2. Cette valeur correspond à la valeur de seuil pour laquelle le meilleur compromis est atteint entre le rejet du bruit de fond et la filtration des signaux vrais de très bas rapport signal-sur-bruit. Lorsque la valeur du seuil continue d'augmenter, l'efficacité de détection diminue cette fois à cause de la filtration d'événements vrais, la probabilité de déclencher une coïncidence fortuite devenant négligeable puis nulle.

TABLE 4.2 – Efficacité de détection de protons (avec un seuil à 2 MeV) mesurée à ARRONAX<br/>en 2018, selon la définition présentée en équation 4.15. E6 : polycristallin Element6

	$V_S (\mathrm{mV})$	$\epsilon_{det}$ (%)
E6_avant	8	$83,\!27$
E6_arrière	6	$97,\!02$
DOI_avant	4	$62,\!97$
DOI_arrière	4	$61,\!41$
E6_somme	15	$97,\!16$
DOI_somme	7	89,38

Les deux graphes mettent en évidence la forte différence d'efficacité entre le détecteur Element6 et le détecteur DOI Audiatec. Sur les deux figures, l'efficacité du DOI est plus faible que celle du polycristallin. La réponse homogène des deux faces du DOI démontrent une réponse équivalente de ses deux préamplificateurs (en gain et en bruit de fond). On est alors dans des conditions proches de celles de l'équation 3.17. Ceci, en combinaison avec le faible rapport signal-sur-bruit des signaux DOI, permet d'obtenir une forte augmentation de l'efficacité sur le signal-somme. Les deux faces du détecteur polycristallin ayant déja une efficacité élevée, le signal somme n'augmente pas l'efficacité de détection. D'autre part, dans le cas du détecteur polycristallin, une différence d'efficacité marquée est mesurée entre les deux faces. De plus, la valeur  $V_S^{max}$  est plus élevée pour la face avant. Ces différences s'expliquent par le fait que le gain et le bruit de fond du préamplificateur de la face avant étaient plus élevés. Cette anomalie a amené le préamplificateur à être envoyé en réparation quelques semaines après l'expérience. Enfin, l'exemple le plus évident de la forte différence de performance entre les deux détecteurs se remarque sur les signaux sommes à 20 mV. Pour une telle valeur de seuil, l'efficacité du détecteur polycristallin reste haute (92,72%) alors que celle du détecteur DOI est devenue quasi-nulle (5,82%). Compte-tenu du fait que les deux détecteurs ont le même volume sensible et sont couplés à la même électronique, ce résultat montre le très faible rapport signal-sur-bruit



FIGURE 4.18 – Efficacité de détection à deux protons simultanés obtenue avec deux détecteurs de grande surface (E6 : polycristallin Element6). Haut : Efficacité évaluée sur chaque voie de lecture des deux détecteurs. Bas : Efficacité évaluée sur les signaux somme des deux détecteurs.

du détecteur DOI. Si l'on considère le fait que le dépôt d'énergie d'un proton est maximal à 68 MeV par rapport à la gamme d'énergie cinétique des protons en hadronthérapie, l'utilisation d'échantillons DOI Audiatec pour la détection de protons uniques est remise en question par ces résultats.

#### Expérience d'août 2019

Les faibles performances des détecteurs DOI de grande surface et l'arrêt de la production par Element6 d'échantillons polycristallins à la fin 2018 ont en partie motivé l'évaluation de l'efficacité de détection d'autres cristaux provenant de fournisseurs différents (II-VI et DDK). D'autre part le test de 2018 n'avait pas permis d'évaluer l'efficacité de détection pour des protons uniques.

Ici c'est bien cette efficacité de détection de proton unique qui a été évaluée. Les résultats du balayage en seuil, pour les signaux-somme obtenus pour les trois détecteurs, sont présentés en figure 4.19. Les valeurs d'efficacité sont reportées dans la table 4.3.



FIGURE 4.19 – Efficacité de détection de proton unique de 68 MeV, mesurée à ARRONAX avec divers détecteurs polycristallins.

TABLE 4.3 – Efficacité de détection de protons uniques de 68 MeV mesurée à ARRONAX en 2019 sur différents cristaux polycristallins, selon la définition présentée en équation 4.15.

	$V_S (\mathrm{mV})$	$\epsilon_{det}$ (%)
E6_somme	13	97,51
IIVI_somme	13	96,51
DDK_somme	12	96,78

Dans le cas présent, une efficacité de détection proche de 100% est obtenue pour les trois détecteurs. Ces résultats montrent que l'efficacité obtenue pour des signaux de deux protons simultanés est en réalité limitée par le niveau de bruit de fond. La même efficacité est mesurée pour des protons uniques, où le signal est pourtant divisé de moitié. L'efficacité plafonne donc en raison du niveau de bruit (à une durée fixe de fenêtre de coïncidence fortuite).

Dans les deux expériences, la très haute efficacité est aussi en partie expliquée par les très petites fenêtres temporelles utilisées. La résolution temporelle (cf section 4.3) des détecteurs et la faible largeur des signaux produits permettent d'utiliser des fenêtres temporelles aussi étroites. Ces largeurs pourraient encore être réduites. La principale limitation viendra dans ce cas de la fréquence d'échantillonnage du système d'acquisition (3,2 GHz soit un échantillon toutes les 312,5 ps).

# 4.2.2 Expérience à ARRONAX en 2018 avec le détecteur à pistes polycristallin

Lors de la campagne de tests d'août 2018 à ARRONAX, nous avons eu la possibilité de tester l'efficacité de détection de protons uniques avec le détecteur polycristallin à pistes. Le détecteur était positionné dans l'axe du faisceau. Monté directement derrière lui, deux détecteurs individuels (les détecteurs de référence DOI-Augsburg et monocristallin) étaient alignés de sorte à pouvoir être utilisés comme source de déclenchement autre que le détecteur à pistes lui-même. Ces détecteurs étant toutefois de petite surface sensible comparé au détecteur à pistes, un recouvrement de seulement trois pistes verticales et trois pistes horizontales pouvait être assuré lors de l'alignement des trois détecteurs entre eux. En plus de cela, le système d'acquisition étant limité à 8 voies (WaveCatcher), nous ne pouvions acquérir les signaux de seulement 6 pistes. Nous avons mal choisi ces pistes, ce qui a entraîné une quasi-absence de signal sur deux des 6 voies impliquées lorsque l'on a cherché la coïncidence entre ces signaux et ceux des détecteurs de référence.



FIGURE 4.20 – Exemples d'interaction de protons générant des signaux sur une seule piste, impliquant une indétermination de la position de l'interaction.

En considérant que la collecte de charge était très faible dans les inter-pistes du fait de leur taille  $(100 \,\mu\text{m})$ , et que les protons peuvent interagir sur une des pistes acquises mais en dehors de la surface de recouvrement, on a alors la génération de signaux uniques qui ne nous

permettent pas de déduire l'efficacité du détecteur (figure 4.20). Nous n'avons donc pas pu évaluer l'efficacité du détecteur polycristallin à pistes.

# 4.2.3 Expérience à l'ESRF de mai 2017 avec le détecteur à pistes

#### 4.2.3.1 Matériel et méthodes

La méthode utilisée pour évaluer l'efficacité de détection du détecteur à pistes à l'ESRF diffère sensiblement de celle présentée en sous-section 4.2.1. Ceci s'explique par les différences fondamentales entre les deux expériences. À l'ESRF, le faisceau de rayons X est collimaté à 1 µm de diamètre, ce qui très inférieur à la largeur d'une piste (950 µm). De plus, son dépôt d'énergie est estimé à 3,4 MeV par paquet de photons (en mode 4-bunch à un courant de faisceau d'électrons de 32 mA) dans un détecteur de 300 µm. La très bonne connaissance de la position du faisceau et le dépôt d'énergie plus de 3 fois supérieur à celui d'un proton de 68 MeV permettent de mesurer cette efficacité à partir de la simple détection d'impulsions. D'autre part, la très grande stabilité du signal RF de la ligne de faisceau permet de l'utiliser comme source de déclenchement externe. Concrètement, l'arrivée de chaque paquet de photons est signé par une impulsion RF, qui déclenche l'acquisition. Si le signal acquis sur le détecteur passe un seuil fixe, on considère que le détecteur a compté le paquet de photons. Le rapport du nombre d'impulsions détectées sur le nombre de déclenchements apporte donc une information sur l'efficacité de détection. Toutefois, une différence fondamentale avec la méthode déjà présentée est à relever. Du fait de l'étroitesse du faisceau et de la segmentation de la surface du détecteur en pistes, la mesure d'efficacité est ici intrinsèquement locale et reliée à la qualité cristalline du volume irradié d'une part, ainsi qu'à la réponse des voies électroniques impliquées dans la génération du signal. Ainsi, en irradiant le détecteur en différents points précis situés le long de la piste horizontale Y3 les pistes X2, X3, X4 et X5, nous avons pu évaluer l'efficacité de détection de différentes voies de lecture. De même, en irradiant le détecteur dans les intervalles non métallisés entre deux pistes verticales  $X_N$  et  $X_{N+1}$ , on peut également évaluer les capacités de partage de charge entre deux pistes voisines. Lors de cette expérience, le détecteur était polarisé avec une tension de -500 V en face avant, soit un champ de 1.67 V ·  $\mu$ m<sup>-1</sup>.

#### 4.2.3.2 Résultats et discussion

Les résultats de cette analyse le long de la piste horizontale Y3 sont présentés en figure 4.21. Le premier résultat important est une efficacité de détection de 100% mesurée en une position de faisceau (au minimum) pour chaque croisement de piste. Ce résultat s'explique en partie par le fait que le dépôt d'énergie de chaque paquet de photons est ici relativement important (3,4 MeV). Cela constitue un dépôt d'énergie intermédiaire comparé à celui d'ions uniques, entre la protonthérapie et la carbonethérapie. Par ailleurs, de légères fluctuations sont observées sur les différents points de mesure réalisés à deux exceptions notables.

La première est la chute de l'efficacité de détection dans les inter-pistes. Ils sont mis en évidence sur la figure 4.21 par des cercles gris. Dans les deux cas, une efficacité autour de 30% est mesurée sur seulement l'une des deux voies censées être impliquées dans le partage de charge. Ce résultat met en évidence l'incapacité du détecteur à collecter efficacement les charges générées dans les inter-pistes. Des inter-pistes de 100 µm sont donc trop grands et génèrent une perte d'efficacité. Ce résultat a motivé la redéfinition du *design* des démonstrateurs d'hodoscope (cf chapitre 5), où l'intervalle non-métallisé entre les pistes a été réduit à  $50 \,\mu\text{m}$  avec une largeur de piste de  $1,0125 \,\text{mm}$ .



FIGURE 4.21 – Mesure de l'efficacité de détection des paquets de photons de 8,5 keV à l'ESRF, évaluée sur différents croisements de pistes du détecteur polycristallin segmenté. Les zones cerclées mettent en évidence le défaut de partage de charges entre deux pistes voisines lorsque que leur inter-piste commun est irradié par le faisceau.

La deuxième perte notable d'efficacité a été mesurée sur le croisement de pistes Y3-X4 (en figure 4.21, point à la position 2,2 mm). Ici, on est bien au croisement de deux zones métallisées et polarisées, avec un dépôt d'énergie important. Pourtant l'efficacité obtenue n'est pas meilleure que 40% en ce point. Bien qu'il ne permette pas à lui seul de l'affirmer, on peut mettre en relation ce résultat local avec les cartographies X-BIC réalisées sur le même détecteur et présentées en section 4.1. Ces cartes de réponse en intégration de courant mettent en évidence l'hétérogénéité de la réponse du détecteur (et donc de ses capacités de collecte de charges) en fonction de la portion de volume irradié. Il est possible que ce défaut d'efficacité de détecteur. Étant donné que sur les autres points de la même voie, l'efficacité de détection est très élevée, l'électronique n'est pas remise en cause ici.

## 4.2.4 Discussion générale sur les mesures d'efficacité de détection

Les mesures d'efficacité de détection présentées ici ont été réalisées sur des détecteurs polycristallins et DOI, afin d'évaluer la capacité des détecteurs de grande taille ( $\geq 1 \text{ cm}^2$ ) à détecter des particules uniques. Sur l'ensemble des tests réalisés, nous avons montré que nous étions capable de détecter des particules uniques avec une efficacité proche de 100%. Cette efficacité tient par ailleurs compte de la probabilité de déclencher une coïncidence fortuite. Nous avons donc ici un résultat robuste qui permet d'attendre une bonne efficacité de détection pour les détecteurs polycristallins. Cette efficacité de détection a facilement atteint les 100% dans le cas de la détection de paquets de photons X à l'ESRF, où le dépôt d'énergie d'un paquet de photons est intermédiaire entre un proton unique et un ion carbone unique. Ce test a également permis de mettre en évidence la disparité de la réponse des détecteurs polycristallins à un niveau micrométrique. Il résulte de ces tests que les détecteurs polycristallins peuvent être utilisés pour assurer le monitoring des faisceaux d'ions. Dans le cas de la carbonethérapie, le dépôt d'énergie est très supérieur dans les détecteurs et nous faisons ici l'hypothèse que l'efficacité de détection d'ions carbone uniques, dans la gamme d'énergie de la carbonethérapie, sera elle aussi excellente avec des détecteurs polycristallins. Dans le cas du développement de l'hodoscope, les mesures d'efficacité doivent être confrontées aux mesures de résolution temporelle. Par ailleurs, il faut tenir compte du fait que dans le cadre de cette thèse, seules des mesures avec des protons de 68 MeV ont pu être réalisées. Il reste à démontrer que cette excellente efficacité est conservée à plus haute énergie car dans ce cas, l'énergie déposée dans le détecteur diminuera, avec un impact direct sur le rapport signal-sur-bruit.

Les tests réalisés sur le détecteur DOI d'Audiatec montrent, eux, que les détecteurs DOI ne présente pas un rapport signal-sur-bruit intrinsèque suffisant pour pouvoir remplir les objectif fixés par le développement de l'hodoscope. Encore une fois, l'efficacité de détection de protons de 68 MeV est trop faible avec ce détecteur pour être acceptable. Nous avons pu montré l'apport de la sommation des signaux sur l'amélioration de l'efficacité de détection. Toutefois, deux éléments limitent encore l'utilisation des détecteurs DOI. Le premier est que le test réalisé l'était avec des signaux correspondant à la détection simultanée de deux protons de 68 MeV. On s'attend donc à ce que l'efficacité soit moindre dans le cas de protons uniques. De plus, dans le cas d'un détecteur segmenté en pistes, la sommation des signaux est bien plus complexe à utiliser dès lors que plusieurs ions interagissent simultanément dans le détecteur, déclenchant plusieurs pistes simultanément.

# 4.3 Résolution temps-de-vol

Comme il a été présenté dans les sections précédentes, une résolution sur le temps-de-vol de 100 ps reste un des critères primordiaux de la viabilité de la technique. Il est important de noter ici qu'une distinction fondamentale est faite par la suite entre les notions de résolution temporelle et de résolution sur le temps-de-vol. On entend ici par résolution temporelle la résolution sur le temps de réponse intrinsèque d'un détecteur générant un signal d'ionisation. La résolution sur le temps-de-vol exprime quant à elle la résolution sur le temps mesuré entre deux détecteurs. En considérant que les deux détecteurs impliqués dans la mesure sont des systèmes indépendants, la résolution sur le temps-de-vol résulte donc de la convolution entre les résolutions temporelles des deux détecteurs. Cette résolution sur le temps-de-vol  $\sigma_{TOF}$  s'exprime donc :

$$\sigma_{TOF} = \sqrt{\sigma_{t_1}^2 + \sigma_{t_2}^2 + \sigma_{ext}^2}, \qquad (4.16)$$

où  $\sigma_{t_1}$  et  $\sigma_{t_2}$  représentent respectivement les résolutions temporelles des deux détecteurs impliqués dans la mesure. Dans le cas où la mesure est faite entre le signal discriminé de la Radio-Fréquence (RF) de la ligne de faisceau et un détecteur,  $\sigma_{t_2} = \sigma_{jitter}^{RF}$ , avec  $\sigma_{jitter}^{RF}$  le terme de *jitter* mesuré à la discrimination du signal RF. Le terme  $\sigma_{ext}$  traduit la dégradation de la réponse temporelle du système associée à la dispersion du faisceau lui-même, et qui peut résulter des interactions avec les deux détecteurs ou avec des diffuseurs passifs sur la ligne. Les détecteurs étant dans la majorité des cas très proches l'un de l'autre, on considérera par la suite que  $\sigma_{ext}$  est négligeable comparé aux résolutions temporelles des détecteurs. Cette sous-section s'attache à présenter les tests qui ont été menés lors de campagnes d'expériences avec différents types de particules traversantes pour estimer cette résolution temps-de-vol. Ces tests ont été menés avec des détecteurs de différentes qualités cristallines (monocristallin, polycristallin et diamant-sur-iridium). On évoquera dans un premier temps le dispositif expérimental utilisé ainsi que la méthode employée pour estimer cette résolution temporelle. On présentera ensuite les résultats obtenus avec les échantillons des trois qualités cristallines testés avec des faisceaux de protons uniques de 68 MeV, d'ions carbone uniques à 95 MeV · u<sup>-1</sup> ainsi qu'avec un faisceau pulsé micrométrique de photons de 8,5 keV. Ces résultats seront ensuite discutés et remis dans le contexte de la réponse aux objectifs du projet.

# 4.3.1 Matériel et méthodes

#### 4.3.1.1 Dispositifs expérimentaux

Un même dispositif expérimental a été utilisé dans toutes les campagnes de mesures pour évaluer la résolution sur le temps-de-vol réalisable avec deux détecteurs diamant, de qualités cristallines diverses. En essence, le dispositif est le suivant : un système de deux détecteurs est placé dans un faisceau de particules. Les deux détecteurs sont encapsulés dans une boîte en aluminium ayant une ouverture sur chaque face, chacune recouverte d'une feuille de  $12 \,\mu\text{m}$  de polyéthylène téréphtalate aluminisé (Mylar). Le détecteur en amont est le détecteur à tester et le détecteur en aval est un détecteur monocristallin, défini comme détecteur de référence et choisi comme *trigger* de l'acquisition (cf Figure 4.22).



FIGURE 4.22 – Dispositif expérimental général pour la détermination de la résolution tempsde-vol mesurée entre deux détecteurs diamant.

Lorsque cela est possible, les deux faces des circuits imprimés contenant les diamants sont couplées à des préamplificateurs de courant large-bande (Cividec C2-HV<sup>1</sup> et/ou Greenstream DBA [Moritz, 2001]). Les signaux de sortie des préamplificateurs sont ensuite numérisés à l'aide d'un numériseur rapide (WaveCatcher ou oscilloscope LeCroy). L'analyse des traces acquises est ensuite réalisée *a posteriori*. La grandeur considérée ici comme l'estimateur de la résolution temps-de-vol est l'écart-type de la distribution de la différence de temps mesurée entre les instants de détection d'une même particule par les deux détecteurs.

Ce même dispositif a été reproduit lors de l'expérience Prompt-Gamma Timing réalisée à AR-RONAX en mars 2018 (cf Figure 4.23). La paire de diamants DOI (Augsburg) + monocristallin Element6 était utilisée comme moniteur de faisceau. Les protons, traversant les deux détecteurs diamant et la cible mince, sont arrêtés dans la cible épaisse. Ils produisent, dans 5 à 10% des cas, un photon gamma-prompt susceptible d'être détecté par un des quatre scintillateurs rapides (LaBr<sub>3</sub> :(Ce) ou BaF<sub>2</sub>). En sélectionnant les photons gamma-prompts produits directement par les diamants et leurs circuits imprimés et détectés par les scintillateurs, on peut directement déduire de la distribution de la différence de temps diamant-scintillateur une estimation de la résolution sur le temps-de-vol proton- $\gamma_{prompt}$ . Les meilleures résolutions temps-de-vol ont été obtenues en testant les couples monocristallin-scintillateur. Pour pouvoir optimiser le nombre d'événements contenant un signal de photon gamma-prompt, un déclenchement à seuil a été appliqué sur les quatre scintillateurs, un après l'autre, dans quatre acquisitions différentes.

Lors du test du détecteur à pistes polycristallin à l'ESRF en mai 2017, le micro-faisceau de rayons X a été utilisé pour scanner la surface du détecteur. Du fait de l'extrême focalisation du faisceau, il était possible de pouvoir irradier une surface de 1 µm de diamètre, dans l'aire d'intersection d'une piste horizontale et d'une piste verticale (Figure 4.24). Nous avons pu ainsi caractériser la réponse des différentes voies de lecture qui étaient fonctionnelles lors de l'expérience. Il est à noter toutefois qu'on parlera dans le cas de cette expérience de résolution temporelle intrinsèque. En effet, dans le cas précis de cette mesure, on ne mesure pas la différence de temps entre les instants de détection de deux systèmes distincts. On évalue la dispersion sur la mesure d'un instant de détection entre les pistes d'une face (horizontales) et de l'autre face (verticales) d'un seul et même détecteur. De plus, dans le cas de cette mesure, le signal RF du faisceau était discriminé et envoyé en voie de déclenchement externe sur le système d'acquisition.

À l'ESRF, nous avons également pu tester un couple de détecteurs DOI(Audiatec) et monocristallin (Element6). Ils étaient respectivement de  $5 \times 5 \times 0.3 \,\mu\text{m}$  et  $4.5 \times 4.5 \times 0.517 \,\mu\text{m}$ et étaient tous deux couplés à un préamplificateur CIVIDEC C2-HV. Le détecteur DOI était placé en amont du détecteur monocristallin par rapport à l'incidence du faisceau. Un ensemble d'atténuateurs de faisceau monté sur la ligne nous a permis de faire varier le flux de rayons X incidents sur les détecteurs. L'effet photoélectrique étant dominant à 8,53 keV dans le diamant, ceci implique que l'on faisait également varier le dépôt d'énergie dans les détecteurs. Le courant de faisceau était d'une valeur nominale  $I_{32mA} = 1.79 \cdot 10^9$  photons/s et la fréquence du faisceau  $f_{RF} = 1/T_{RF}$  nous permettent d'évaluer ce dépôt d'énergie  $\Delta E$  en utilisant la loi de Beer-Lambert comme suit :

https://cividec.at/index.php?module=public.product&idProduct=34&scr=0



FIGURE 4.23 – Dispositif expérimental de Prompt-Gamma Timing tel qu'utilisé à ARRONAX. La mesure de la résolution sur le temps-de-vol proton +  $\gamma_{prompt}$  se fait en détectant les photons gamma prompts émis directement par les détecteurs diamant au passage des protons et détectés par les scintillateurs rapides.

$$\Delta E_{DOI} = E_{\gamma} \cdot \frac{I_{32mA}}{f_{RF}} \cdot \exp(-\rho_{att}\mu_{att}x_{att} - \rho_{PET}\mu_{PET}x_{PET}) \cdot \left[1 - \exp(-\rho_{diam}\mu_{diam}d_{DOI})\right], \quad (4.17)$$

$$\Delta E_{mono} = E_{\gamma} \cdot \frac{I_{32mA}}{f_{RF}} \cdot \exp(-\rho_{att}\mu_{att}x_{att} - \rho_{PET}\mu_{PET}x_{PET} - \rho_{diam}\mu_{diam}d_{DOI})$$

$$\cdot [1 - \exp(-\rho_{diam}\mu_{diam}d_{mono})] , \qquad (4.18)$$



FIGURE 4.24 – Dispositif expérimental utilisé à l'ESRF pour la caractérisation du détecteur polycristallin à pistes avec un micro-faisceau pulsé de rayons X à 8,5 keV.

où  $\rho$ ,  $\mu$ , et x désignent respectivement la masse volumique, le coefficient d'atténuation massique à 8,53 keV et l'épaisseur du matériau considéré (att = atténuateur, PET = Mylar, diam =diamant). d désigne l'épaisseur du détecteur (DOI ou monocristallin). L'atténuation dans l'air est ici négligée. Les valeurs obtenues pour les différents atténuateurs sont reportées dans la table 4.4 :

Atténuateur	$\Delta E_{DOI}({\rm MeV})$	$\Delta E_{mono}(\mathrm{MeV})$
Sans	3,43	$3,\!29$
Al 10 µm	3,12	2,99
Al 20 µm	2,73	$2,\!62$
Al 30 µm	2,42	2,32
Al $50\mu\mathrm{m}$	2,04	$1,\!95$
Al 100 µm	1,22	$1,\!17$
Ti $25\mu\mathrm{m}$	$1,\!15$	$1,\!11$
Al 150 µm	0,75	0,72
Ti 50 μm	0,12	0,11

TABLE 4.4 – Valeurs de dépôt d'énergie calculée pour les deux détecteurs.

Les valeurs très proches de dépôt d'énergie s'expliquent par le fait que si le détecteur DOI voit un faisceau plus intense que le détecteur monocristallin, ce dernier est pourtant plus épais.

Dans les différentes expériences, la procédure d'analyse utilisée pour estimer la résolution temps-de-vol reprend les principes de celle présentée et détaillée en sous-section 3.5.2.3. On a également réalisé, lorsque cela a été possible, la somme des signaux face-à-face produits par un même diamant pour augmenter le rapport signal-sur-bruit selon le principe présenté en sous-section 3.5.2.2.

#### 4.3.1.2 Paramètres influençant la mesure de la résolution temps-de-vol

Lorsqu'il est question de mesurer la résolution temporelle d'un détecteur à semi-conducteur, plusieurs considérations entrent en jeu pour l'optimisation des performances. Ces questions peuvent concerner le *design* du détecteur lui-même mais également l'électronique associée et le système d'acquisition.

#### La capacité en entrée du préamplificateur

Un détecteur semi-conducteur agit comme un condensateur plan. Il est donc caractérisé par sa capacité  $C_{det}$ . Sa valeur est donnée par l'équation 4.19 :

$$C_{det} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{S}{d} \,, \tag{4.19}$$

où  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide,  $\varepsilon_r$  la permittivité relative du diamant ( $\varepsilon_r = 5, 7$ ), S la surface de recouvrement des deux électrodes et d l'épaisseur de diamant comprise entre ces deux électrodes. Pour un diamant de 500 µm d'épaisseur et possédant des électrodes en disque de 3,0 mm de diamètre,  $C_{det} = 0,71$  pF. Il a été montré à de très nombreuses reprises [Spieler, 1982, Spieler, 2005, Ciobanu, 2011] que la capacité totale placée en entrée du préamplificateur constituait un des éléments majeurs jouant sur la performance temporelle du système complet de détection. Plus cette capacité est faible, plus le détecteur est rapide. En effet, la rapidité d'un détecteur est caractérisée par un temps de montée le plus faible possible. En considérant que le détecteur, de capacité  $C_{det}$ , est associé à l'impédance d'entrée du préamplificateur de courant  $R_{in}$ , on génère ainsi un filtre passe-bas de premier ordre dont la fréquence de coupure à -3dB  $f_{-3dB}$  vaut :

$$f_{-3dB} = \frac{1}{2\pi R_{in}C_{tot}},$$
(4.20)

où  $C_{tot}$  exprime la capacité totale du détecteur (somme de la capacité intrinsèque du détecteur  $C_{det}$ , la capacité parallèle du câble ou connecteur le reliant au préamplificateur ainsi que les capacités parasites). Tant que le système reste assimilable à un tel filtre, la bande-passante BW du signal est donc approximativement égale à la fréquence de coupure  $f_{-3dB}$ . De même, on peut ainsi estimer le temps de montée  $t_{10\%-90\%}$  le plus rapide possible avec un tel système avec l'équation suivante :

$$t_{10\%-90\%} \simeq \frac{0.35}{BW} = 2.2 \cdot R_{in} C_{tot} \,.$$
(4.21)

Les auteurs de [Ciobanu, 2011] ont développé un modèle dédié aux détecteurs diamant qui va au-delà de l'approche naïve dont résulte l'équation 4.21. Les développements présentés dans cet article aboutissent à la démonstration que la résolution temporelle d'un détecteur diamant connecté à un préamplificateur varie comme la racine carrée de la capacité  $C_{det}$ :

$$\sigma_t \propto \frac{\sqrt{C_{det}}}{Q_{tot}} \,, \tag{4.22}$$

où  $Q_{tot}$  représente la charge collectée par le détecteur suite à une excitation instantanée. Les relations 4.21 et 4.22 mettent clairement en évidence le rôle essentiel que joue la capacité du détecteur dans son temps de réponse et donc sa résolution temporelle, ainsi que la qualité cristalline utilisée. Du point de vue fréquentiel, plus le temps de montée est faible, plus l'information correspondante dans l'espace des fréquences est contenue dans les hautes fréquences. Ceci justifie l'utilisation d'une électronique large-bande. Dans une situation idéale où la capacité

d'entrée se limiterait à  $C_{det}$  et avec  $R_{in} = 50 \Omega$ , le système équivalent aurait une bande-passante de 4,5 GHz et un temps de montée de 78 ps. Le diamant est donc théoriquement capable de produire des signaux ultra-rapides. Dans les faits, avec les circuits imprimés que nous avons utilisés et la capacité des câbles coaxiaux utilisés, les temps de montée les plus courts mesurés sont de l'ordre de 1 ns, correspondant ainsi à une capacité  $C_{tot}$  d'une dizaine de pF et une fréquence de coupure légèrement supérieure à 300 MHz. Les préamplificateurs ne sont donc pas un facteur limitant ici et la principale source de dégradation potentielle de la résolution temporelle est attribuable aux capacités du câblage et du circuit imprimé. Les voies de minimisation de cette capacité  $C_{tot}$ , en lien avec ce constat, sont abordés en section 4.3.5.

#### La bande passante analogique et la fréquence d'échantillonage

La résolution temporelle du système est limitée par l'élément (détecteur, électronique de lecture, système d'acquisition) qui possède la bande-passante analogique la plus faible. L'élément de plus faible bande-passante va imposer une limite sur le temps de montée le plus faible non atténué produit par le système. Comme évoqué précédemment, dans les mesures présentées ci-après, c'est le détecteur et son câblage qui limitent la bande-passante analogique. Dans ce cas, une électronique et un système d'acquisition large-bande produisant chacun un bruit blanc n'ont pas forcément que des avantages puisqu'ils génèrent eux-mêmes un bruit haute-fréquence qui vient s'ajouter au signal (qui, du fait de sa bande passante plus faible, ne peut générer de bruit de si haute fréquence). Dans le cas où ce sont l'électronique ou le système d'acquisition qui limitent la bande-passante analogique, alors on ne tire pas pleinement profit de la rapidité intrinsèque du détecteur.

La fréquence d'échantillonage  $f_e$ , elle, doit être choisie de sorte à respecter deux critères. Premièrement, elle doit respecter le critère de Shannon-Nyquist : si la fréquence analogique passante la plus élevée du système est  $f_{max}$  (avec  $f_{max} > f_{-3dB}$ ), alors la fréquence d'échantillonnage  $f_e$  doit être choisie de telle sorte que  $f_e > 2f_{max}$ . Si ce critère n'est pas respecté, un phénomène de recouvrement de spectre (*aliasing* en anglais) se produit : le signal n'est pas fidèlement reproduit et devient extrêmement difficile à traiter/filtrer (du fait du recouvrement spectral). Deuxièmement, les algorithmes de recherche d'instant d'impulsion dans le front de montée sont sensibles à la fréquence d'échantillonnage. D'une manière générale, plus  $T_e = 1/f_e$ est petit devant le temps de montée du signal, plus ce signal est fidèlement numérisé (jusqu'à une certaine limite de sur-échantillonage). Un plus grand nombre d'échantillons dans le front de montée du signal augmente donc l'efficacité de ces algorithmes et facilite leur utilisation.

#### Le champ de polarisation

Le champ de polarisation choisi a lui aussi une influence sur la résolution temporelle. Il a été montré dans la partie 3.3 que la vitesse de dérive des charges dans le détecteur était directement dépendante de la valeur de l'intensité du champ électrique E régnant dans le volume sensible. En supposant que le détecteur opère en chambre d'ionisation solide et que l'effet de charge d'espace est limité dans le volume sensible (champ électrique uniforme), alors la vitesse de dérive croît linéairement à faible champ ( $v_{dr} = \mu_0 E$ ) puis tend à atteindre un régime de saturation ( $v_{dr} \rightarrow v_{sat}$ ). Il est donc théoriquement intéressant d'augmenter l'intensité du champ de polarisation pour augmenter la vitesse de dérive des charges et ainsi la rapidité intrinsèque du signal. D'autre part, plus le champ est élevé, plus on lutte contre le phénomène de recombinaison. Dans un détecteur monocristallin, la saturation de la collecte de charges est atteinte pour de faibles valeurs de champ ( $\simeq 0.3 \,\mathrm{V} \cdot \mu\mathrm{m}^{-1}$ ) donc l'intérêt reste limité. Par contre, dans le cas des DOI et des diamants polycristallins, la recombinaison est toujours présente et l'augmentation du champ participe à limiter son effet.

Il y a toutefois plusieurs limites à ce raisonnement. La première est liée au phénomène de saturation de la vitesse de dérive. La dépendance de la mobilité des porteurs de charges au champ électrique montre qu'au-delà d'une certaine valeur de champ,  $v_{dr}$  ne croît que faiblement quand E augmente. En parallèle à cela, augmenter la tension de polarisation expose les détecteurs à des risques de claquages et ce choix est donc susceptible de les rendre plus bruyants voire instables. Enfin, si la bande-passante du système est limitée par ailleurs, le potentiel gain en vitesse de dérive peut être filtré par la suite dans la lecture et l'acquisition du signal. Il a donc été choisi par la suite d'opérer avec des intensités de champ électrique comprises entre  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$  et  $1,67 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$  pour assurer la saturation de la collecte de charges tout en ayant un temps de réponse intrinsèque correct sans exposer les détecteurs au risque de claquage.

# 4.3.2 Résolution temps-de-vol entre deux détecteurs diamant

## 4.3.2.1 Résultats obtenus avec des protons uniques de 68 MeV pour diverses qualités cristallines

Lors des expériences à ARRONAX, nous avons cherché à évaluer la capacité des détecteurs diamant à étiqueter temporellement des protons uniques avec une résolution sur le temps-de-vol de 100 ps. Pour cela, nous avons travaillé à très basse intensité. La variable aléatoire correspondant au nombre de protons dans un paquet suit une loi de Poisson. Ainsi, à très faible courant de faisceau ( $\simeq 50$  fA), le paramètre de la loi de Poisson est petit devant un. En conséquence, la probabilité qu'un paquet contienne exactement un proton est très supérieure à la probabilité qu'il en contienne plus d'un.

La valeur de référence que nous avons obtenue pour la détection d'un proton unique de 68 MeV a été mesurée grâce au couple DOI(Augsburg) - monocristallin. Les deux faces des deux diamants étaient couplées à des préamplificateurs CIVIDEC C2-HV. La polarisation appliquée sur chaque diamant était de  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ . La figure 4.25 présente le résultat de la mesure de la différence de temps entre les signaux sommés sur les deux détecteurs. L'étiquetage en temps a été réalisé avec l'algorithme de seuil normalisé à 50%. Dans cette configuration, un ajustement gaussien permet de mesurer une résolution temps-de-vol de 94 ps ( $\sigma$ ). La haute qualité des cristaux utilisés et leur petite surface sensible (Ø 3 mm) permettent ici d'expliquer ce résultat. On remarquera par ailleurs des queues non gaussiennes de part et d'autre de la distribution.

Ce montage a été reproduit lors de l'expérience ARRONAX d'août 2019 où cette fois, la performance de détecteurs polycristallins provenant de divers producteurs (Element6, II-VI et DDK) a été mesurée. Il y avait ici trois échantillons à tester :



FIGURE 4.25 – Résolution temps-de-vol mesurée entre le détecteur DOI Augsburg et le monocristallin Element6, obtenue avec des protons uniques de 68 MeV.

- un échantillon **Element6**,  $10 \times 10 \times 0.3 \,\mathrm{mm^3}$ , métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 7 mm), soit une capacité théorique de  $6.5 \,\mathrm{pF}$ ,
- un échantillon **II-VI**,  $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ , métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 7 mm), soit une capacité théorique de 3,9 pF,
- un échantillon **DDK**,  $5 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3$ , métallisation Al 100 nm sur chaque face (Ø 3 mm), soit une capacité théorique de 1,2 pF.

Afin de pouvoir directement comparer les résultats obtenus, chaque échantillon est testé l'un après l'autre en coïncidence avec le même détecteur monocristallin.



FIGURE 4.26 – Résolution temps-de-vol mesurée entre divers détecteurs polycristallins et le monocristallin Element6. Résolutions obtenues avec des protons uniques de 68 MeV.

De plus, chaque échantillon est couplé à la même paire de préamplificateurs DBA IV-R et est polarisé avec un champ de  $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ . Un scintillateur plastique est placé derrière le détecteur monocristallin pour pouvoir permettre une sélection des événements correspondant à un proton unique. La figure 4.26 illustre les résultats obtenus avec ces trois échantillons, en utilisant

un seuil normalisé à 50%. On remarquera en premier lieu que le détecteur DDK présente le meilleur résultat de résolution temps-de-vol en coïncidence avec le détecteur monocristallin. Sur un ajustement gaussien, réalisé autour du centroïde de la distribution, nous avons pu obtenir une résolution de 174 ps ( $\sigma$ ). Dans les mêmes conditions, le résultat obtenu avec l'échantillon Element6 était de 207 ps ( $\sigma$ ), et 212 ps ( $\sigma$ ) pour l'échantillon II-VI. Compte-tenu de la géométrie de chaque détecteur, et à qualité cristalline égale, il est cohérent que l'échantillon DDK présente la meilleure réponse temporelle. Toutefois, la capacité de l'échantillon II-VI est 60% inférieure à celle de l'échantillon Element6. Pour autant, sa réponse temporelle n'est pas meilleure, ce qui traduit la meilleure performance relative du détecteur Element6. On notera également dans chaque cas que l'ajustement reste restreint autour du centroïde. Des queues de part et d'autre de la distribution mettent en évidence l'écart-type plus important de la distribution comparé à l'ajustement et traduisent la réponse temporelle effective des détecteurs, lorsqu'ils sont utilisés avec cet algorithme. De même, du fait du bas rapport signal-sur-bruit observé avec les détecteurs, baisser la fraction de l'amplitude à moins de 50% détériore les performances temporelles.

La réponse temporelle obtenue avec le détecteur à pistes, en coïncidence avec le détecteur DOI d'Augsburg est elle présentée en figure 4.27. La surface de recouvrement entre le détecteur à pistes et le DOI comprenait deux pistes verticales et trois pistes horizontales. La résolution obtenue entre chaque voie (5 au total) et le détecteur DOI a été mesurée avec un algorithme à seuil normalisé à 50%. Ces résultats sont obtenus après ajustement gaussien dont l'écart-type obtenu est compris, dans les 5 cas, entre 250 et 260 ps ( $\sigma$ ). A titre d'illustration la figure 4.27 présente les résultats obtenus avec une piste horizontale et une piste verticale. Dans ces cas précis, les résolutions sont de 255 ps et 252 ps. Ici, les mesures réalisées suivent bien mieux la loi normale.



FIGURE 4.27 – Résolution temps-de-vol mesurée entre le détecteur à pistes polycristallin d'Element 6 et le détecteur DOI d'Augsburg, avec des protons uniques de 68 MeV

### 4.3.2.2 Résultats obtenus avec des ions carbone uniques à 95 MeV/u

Les résultats obtenus à GANIL avec des ions carbone à  $95 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$  constituent, eux, des valeurs de référence de la capacité des détecteurs diamant à réaliser des mesures de temps-de-vol

à très haute résolution temporelle. Le même couple monocristallin-DOI(Augsburg) a été testé, cette fois-ci avec un seul préamplificateur CIVIDEC C2-HV par diamant. Le résultat obtenu est présenté en figure 4.28 (Gauche).



 $\begin{array}{lll} \mbox{FIGURE 4.28-Résolution temps-de-vol obtenue avec des ions carbone uniques de 95 MeV/u.} \\ \mbox{Vert}: Résolution mesurée entre le détecteur DOI Augsburg et le monocristallin Element6 (respectivement 5 <math display="inline">\times$  5  $\times$  0,3 mm^3 et 4,5  $\times$  4,5  $\times$  0,5 mm^3). Bleu : Résolution mesurée entre deux détecteurs polycristallins Element6 de grande taille (respectivement 20  $\times$  20  $\times$  0,5 mm^3 et 10  $\times$  10  $\times$  0,3 mm^3).

Du fait du très important dépôt d'énergie dans les détecteurs, la réponse temporelle de ces derniers est optimale. En utilisant un seuil normalisé à 20%, la distribution de la différence de temps entre les détecteurs suit très bien la loi normale. Par un ajustement gaussien, la résolution temps-de-vol obtenue avec ces deux détecteurs est de 13 ps ( $\sigma$ ). Cette mesure constitue la meilleure performance que nous ayons pu obtenir avec des particules traversantes à ce jour, toutes conditions expérimentales confondues.

La même mesure a été réalisée avec deux grands détecteurs polycristallins Element6 (cf figure 4.28, Droite). Ces deux détecteurs avaient des dimensions respectives de  $20 \times 20 \times 0.5$  mm<sup>3</sup> et  $10 \times 10 \times 0.3$  mm<sup>3</sup>. Ils étaient métallisés avec des disques de 50 nm d'aluminium sur chaque face, avec des diamètres respectifs de 16 et 7 mm. Les capacités correspondantes valent donc 20 et 6,5 pF. Testés dans les mêmes conditions que le couple monocristallin-DOI(Augsburg), les détecteurs ont permis d'atteindre une résolution temps-de-vol de 66 ps ( $\sigma$ ). En considérant que la très grande taille des échantillons et leur efficacité de collecte de charges défavorisent d'excellentes performances temporelles, ce résultat demeure très intéressant. En considérant l'équation 4.16, on peut également en déduire que la résolution temporelle de chacun des deux détecteurs est au moins équivalente, sinon meilleure.
#### 4.3.2.3 Résultat obtenus avec un micro-faisceau pulsé de rayons X à 8,5 keV

Lors de la campagne de mesures réalisée à l'ESRF en mai 2017, l'utilisation combinée du micro-faisceau de rayons X et des différents atténuateurs nous a permis d'étudier la réponse temporelle d'un couple de détecteurs diamant en fonction du dépôt d'énergie. Les deux détecteurs utilisés étaient un diamant monocristallin et un diamant-sur-iridium, produit par la société Audiatec. Les détecteurs étaient respectivement de 517 et 300 µm d'épaisseur. Tous deux étaient métallisés avec des électrodes circulaires de 3 mm de diamètre. Pour chaque atténuateur utilisé, une acquisition des signaux provenant des deux détecteurs, ainsi que du signal discriminé de la RF de la ligne du faisceau, a été réalisée. Pour chaque acquisition, les signaux ont été discriminés avec un seuil normalisé à 50%. La figure 4.29 (Gauche) représente pour chaque dépôt d'énergie (chaque atténuateur), la résolution temps-de-vol mesurée entre les deux détecteurs (rouge) et entre chaque détecteur et la RF du faisceau (DOI et monocristallin). Les dépôts d'énergie ont été calculés avec les équations 4.17 et 4.18. Les valeurs obtenues sont reportées dans la table 4.4. Les courbes sont des ajustements par une fonction inverse, pour mieux mettre en évidence l'anti-proportionnalité entre la résolution temporelle et le dépôt d'énergie.



FIGURE 4.29 – Résolution temps-de-vol mesurée entre des échantillons DOI et un détecteur monocristallin sur la ligne ID21 de l'ESRF. Gauche : Résultats comparés avec les couples monocritallin-RF, monocristallin-DOI, et DOI-RF. Droite : Comparaison des *jitters* mesurés mesurés sur la différence de temps entre les deux faces deux deux échantillons DOI, un produit par Audiatec (rouge) et l'autre produit par à l'Université d'Augsburg (rouge). Pour les deux échantillons, les mêmes préamplificateurs ont été utilisés.

Du fait des très grandes stabilité et rapidité du signal RF fourni par la ligne de faisceau, l'étiquetage temporel des paquets de photons par ce dernier est très précis. De ce fait, les mesures de résolution incluant le signal RF du faisceau donnent les meilleurs résultats. Les signaux des détecteurs étant moins bien résolus en temps, la résolution temps-de-vol mesurée entre les deux donne les valeurs de  $\sigma_{ToF}$  les plus élevées. On déduit également des trois courbes que la résolution temporelle du détecteur monocristallin est supérieure à celle de l'échantillon Audiatec.

Par ailleurs, la réponse de ce détecteur peut être mise en comparaison avec la réponse du détecteur DOI (Augsburg) testé dans des conditions similaires en mai 2016 (figure 4.29, Droite). Lors de cette précédente expérience, le *jitter* entre les signaux des deux faces du détecteur DOI

avait été mesuré et seulement certains atténuateurs avaient pu être utilisés. Afin que les résultats obtenus avec le détecteur DOI Audiatec (rouge) puissent être directement comparables à ceux obtenus avec l'échantillon d'Augsburg (bleu), la même électronique de lecture a été utilisée. La contribution du *jitter* de l'électronique est donc supposée égale dans les deux cas. En conséquence, les moins bons résultats observables sur le détecteur DOI Audiatec sont à mettre en relation avec les plus faibles propriétés de transport de charges de l'échantillon et son plus faible rapport signal-sur-bruit.

## 4.3.3 Résolution temps-de-vol entre un détecteur diamant et un scintillateur rapide

La détermination de la résolution sur le temps-de-vol ion +  $\gamma_{prompt}$  est d'une importance primordiale pour mettre en évidence l'apport d'une mesure de temps ultra-rapide pour le contrôle en ligne en hadronthérapie. Les résultats présentés ci-après ont été obtenus avec des faisceaux de protons uniques de 68 MeV. Lors de l'expérience d'Ultra-Fast Prompt-Gamma Timing réalisée à ARRONAX, nous avons travaillé à très basse intensité de sorte que les événements où un photon gamma-prompt est détecté sur un des scintillateurs corresponde à un paquet ne contenant qu'un seul proton. On mesure ainsi directement le temps-de-vol ion +  $\gamma_{prompt}$ . En détectant les photons émis directement par le détecteur diamant impliqué, on mesure même directement le temps-de-vol du photon entre son émission (le photon est "prompt") dans le détecteur diamant et sa détection dans le scintillateur rapide. Le détecteur diamant agit donc comme un point source dont les émissions sont signées en temps par le passage de l'ion.

La figure 4.30 présente la distribution de la différence de temps mesurée entre les signaux somme de protons uniques détectés par le diamant monocristallin et les photons gamma prompts des mêmes événements et détectés par le BaF<sub>2</sub>. La mesure de l'instant de détection a été réalisée sur les signaux des deux détecteurs par un seuil normalisé à 50%. La distribution est ajustée par une fonction gaussienne révélant un paramètre  $\sigma_{ToF} = 101 \,\mathrm{ps}$ . Cette valeur exprime directement la résolution du système de détection PGT constitué d'un détecteur diamant et d'un scintillateur BaF<sub>2</sub>. Elle met en évidence la capacité du système que nous avons développé à atteindre l'objectif des 100 ps ( $\sigma$ ) sur la mesure du temps-de-vol des gamma prompts produits par des faisceaux d'ions utilisés en hadronthérapie. Le même test a été réalisé avec des détecteurs  $LaBr_3$ : (Ce). Le meilleur compromis entre les résolutions en temps et en énergie offert par ces détecteurs ne permet pas d'obtenir le même résultat qu'avec les détecteurs BaF<sub>2</sub>. On obtient tout de même dans les mêmes conditions une résolution sur le temps de vol des gamma de 141 ps ( $\sigma$ ). La durée d'impulsion plus courte des détecteurs LaBr<sub>3</sub> :(Ce) et leur résolution en énergie permet d'obtenir une information sur l'énergie des gamma-prompts, particulièrement importante dans une application comme la détection des gamma prompts par imagerie Compton à haute résolution temporelle.

Il faut également noter que dans cette expérience, nous ne pouvions déterminer de quel détecteur diamant provenait le photon gamma-prompt. Ceci a une conséquence directe sur la détermination de la résolution en coïncidence avec le scintillateur. Un proton de 68 MeV a une vitesse proche de c/3. Si la distance entre les deux diamants est de quelques millimètres, le temps-de-vol entre les deux détecteurs est de quelques dizaines de picosecondes. Ceci implique que le temps vol mesuré pour les photons issus du second détecteur diamant ont un retard de



 $\label{eq:FIGURE 4.30} FIGURE \ 4.30 - Résolution sur la mesure du temps-de-vol proton-PG, obtenue entre le détecteur monocristallin Element6 et un scintillateur BaF_2.$ 

quelques dizaines de picosecondes sur ceux issus du premier détecteur. La distribution présentée en figure 4.30 est donc en réalité une distribution bimodale dont les modes sont distants d'un temps correspondant au temps-de-vol du proton entre les deux détecteurs diamant. Les résolutions temps-de-vol mesurées entre les détecteurs diamant et les scintillateurs auraient donc pu être meilleures avec un seul diamant sur l'axe du faisceau. Toutefois, la résolution temporelle des scintillateurs limite ce gain potentiel. De plus, les résultats des simulations présentés dans [Marcatili, 2020] montrent qu'il faut que la distance entre les deux détecteurs soit relativement faible ( $< 3 \,\mathrm{mm}$ ) pour que la distribution bimodale soit masquée par l'impact des erreurs systématiques sur la résolution temps-de-vol. En somme, on peut espérer une amélioration modérée de la résolution temps-de-vol telle que présentée en figure 4.30 avec un seul détecteur diamant sur l'axe du faisceau.

## 4.3.4 Résolution intrinsèque du détecteur polycristallin à pistes

Le faisceau pulsé micrométrique de l'ESRF a également été utilisé pour étudier la réponse temporelle du détecteur à pistes. L'étroitesse du faisceau nous permet d'obtenir une information sur la résolution temporelle en fonction du point d'irradiation. La mesure met donc en évidence les hétérogénéités de réponse en fonction de la position du faisceau et des pistes irradiées (figure 4.31 Haut). Ces différences peuvent provenir de la différence de qualité cristalline aux points irradiés, mais également des variations dans la réponse des différents préamplificateurs montés sur la carte.

La figure 4.31 présente la résolution temporelle obtenue en balayant différents points le long d'une piste horizontale (Y3), et irradiant successivement quatre pistes verticales (X2, X3, X4 et X5) en différents points espacés de  $\mu$ m. Pour chaque position du faisceau, une acquisition est réalisée et la différence de temps entre les signaux des pistes orthogonales irradiées est mesurée après discrimination par seuil normalisé à 50%. Les valeurs que l'on a pu obtenir fluctue sur un intervalle relativement important compris entre 65 et 269 ps ( $\sigma$ ) avec une valeur moyenne de



FIGURE 4.31 – Haut : Résolution temporelle intrinsèque mesurée en différents points de la surface du détecteur à pistes, le long de la piste Y3. Bas : Résolution temporelle intrinsèque mesurée en chaque position du faisceau en fonction de l'amplitude moyenne du signal observé. La corrélation est mise en évidence par un ajustement par une fonction inverse.

 $(150 \pm 3)$  ps. Le point à la position 21, pour lequel nous avons obtenu une résolution teporelle de 517 ps ( $\sigma$ ), correspond au point pour lequel nous avons déjà mis en évidence un défaut d'efficacité (4.21). Ce défaut de collecte de charges entraîne une baisse significative du rapport signal-sur-bruit qui impacte directement la résolution temporelle en ce point. Il est important de noter ici que le dépôt d'énergie très important ( $\simeq 3,4$  MeV) contribue fortement à la résolution temporelle mesurée. Par ailleurs, ici, la réponse temporelle est la convolution des *jitter* des deux voies impliquées. On ne parlera donc pas ici de résolution sur un temps de vol mais de résolution temporelle intrinsèque, ou de résolution sur l'étiquetage temporel. En faisant l'hypothèse que la contribution des préamplificateurs des pistes est la même pour toutes les voies, la résolution d'une voie  $\sigma_{X_i}$  est égale à  $\sigma_{Y3X_i}/\sqrt{2}$ . La dispersion observée peut être reliée à la dépendance spatiale de la réponse temporelle et est à mettre en lien avec la figure 4.21. Un exemple des distributions obtenues pour deux positions d'irradiation différentes (points 8 et 14), est présenté en figure 4.32. Comme pour les autres distributions présentées dans cette section, l'ajustement par une fonction gaussienne est réalisé sur le plus grand intervalle possible pour lequel le  $\chi^2_{reduit}$ reste proche de 1.



FIGURE 4.32 – Exemples des distributions de différence de temps mesurées entre les signaux des pistes orthogonales X3 et Y3 en deux points différents. Gauche : Position 8. Droite : Position 14.

## 4.3.5 Discussion

Pour pouvoir faire une analyse pertinente des résultats présentés précédemment, il convient de rappeler le contexte et les objectifs du projet ClaRyS-UFT. L'hodoscope faisceau a pour but de détecter chaque ion incident tout en garantissant une résolution temporelle intrinsèque de l'ordre de 100 ps. À la vue des résultats obtenus, nous pouvons dire que l'objectif n'est que partiellement rempli. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec le couple monocristallin-DOI d'Augsburg. Les résolutions temps-de-vol obtenues avec cette paire de détecteurs sont en adéquation avec les objectifs du projet, aussi bien avec des protons uniques de 68 MeV qu'avec des ions carbone de 95 MeV · u<sup>-1</sup>. De même, la résolution temps-de-vol proton+PG obtenue lors de l'expérience à ARRONAX montre la capacité de nos détecteurs à discriminer des PG avec une résolution temps-de-vol de 101 ps ( $\sigma$ ), rendant performantes des techniques comme le Prompt-Gamma Timing. De tels résultats n'ont pas pu être obtenus avec des détecteurs polycristallins qui présentent un rapport signal-sur-bruit trop faible pour pouvoir mesurer une résolution temporelle équivalente avec des protons de 68 MeV. Ces mêmes résultats mettent par ailleurs en évidence les limites de l'efficacité de l'étiquetage temporel par seuil normalisé. Lorsque le rapport signalsur-bruit est faible, l'algorithme, qui cherche un encadrement autour de la fraction d'amplitude demandée, peut détecter cet encadrement dans le bruit de fond, en amont de l'impulsion. Ceci participe à la génération des queues non-gaussiennes observées de part et d'autre des distributions présentées en figures 4.26 et 4.32. De ce fait, l'ajustement gaussien n'est plus pertinent lorsqu'on s'éloigne du centroïde (le  $\chi^2_{reduit}$  devient rapidement supérieur à 1). Le paramètre  $\sigma$ donné par cet ajustement gaussien tronqué n'est plus un estimateur acceptable de la résolution temps-de-vol. Il faut alors définir l'écart-type de l'histogramme comme estimateur de la dispersion réelle autour du centroïde. On constate dans ces cas-là que les valeurs obtenues sont très élevées, comparées au résultat recherché.

Ces limitations viennent par ailleurs remettre en cause les résultats obtenus en efficacité de détection et présentés en section 4.2. Certes, les détecteurs polycristallins sont capables de détecter des protons de 68 MeV sans ambiguïté avec une efficacité de l'ordre de 95% (se référer aux résultats présentés en section 4.2.1.2), mais cette valeur ne tient pas compte de la performance temporelle. Si l'on impose maintenant que seuls les événements suivant une loi normale autour du centroïde soient conservés, l'efficacité de détection "résolue en temps" chute. On aura alors une résolution sur le temps-de-vol autour de 200 ps ( $\sigma$ ) avec une efficacité de détection bien inférieure à 95%. Il faut également considérer que le dépôt d'énergie d'un proton de 68 MeV est le plus élevé que nous puissions obtenir avec un proton unique. En effet, la gamme d'énergie des protons en hadronthérapie va de 70 MeV à 250 MeV. Dans cette gamme d'énergie, le dépôt d'énergie, et donc le signal généré, varie de manière inversement proportionnelle à l'énergie initiale du proton. La combinaison de ces considérations remet en cause l'utilisation de détecteurs polycristallins pour l'étiquetage temporel de protons uniques dans la gamme d'énergie de la protonthérapie. Nous devrons donc utiliser des détecteurs monocristallins, avec la limitation sur la surface disponible, pour cette application. Dans le cadre d'une utilisation à intensité clinique, la faible charge collectée par ion sera compensée par un plus grand nombre de protons par paquet. Il ne sera alors plus possible d'étiqueter en temps chaque ion au sein d'un même paquet mais l'hodoscope pourra étiqueter l'arrivée du paquet d'ions avec une précision inférieure à la nanoseconde, même avec des échantillons polycristallins. Un monitoring faisceau associé à un étiquetage par paquet, indépendant des instabilités RF, reste alors possible et nécessaire.

Le détecteur polycristallin à pistes présente une réponse temporelle allant dans le même sens que ce constat. Lorsque nous avons mesuré la résolution entre le signal généré par les pistes et le détecteur diamant-sur-iridium d'Augsburg avec des protons de 68 MeV, nous n'avons pas pu obtenir de résolution temps-de-vol meilleure que 250 ps ( $\sigma$ ). À l'ESRF, la réponse intrinsèque du détecteur évaluée à l'intersection de deux pistes orthogonales donne des résultats allant de 104 à 175 ps ( $\sigma$ ). Cette différence s'explique essentiellement par la différence de dépôt d'énergie généré dans le détecteur dans les deux expériences. Dans le cas des protons de 68 MeV, le dépôt d'énergie dans un diamant de 300 µm est de 1 MeV. Nous avons pu évaluer à 3,4 MeV ce dépôt d'énergie lorsque le détecteur était irradié avec le faisceau pulsé de rayons X de 8,5 keV. On remarquera également que la réponse varie de manière plus importante sur les différents

points de mesure avec le micro-faisceau X qu'avec une irradiation homogène de la surface que représente l'intersection d'une piste horizontale et une piste verticale (avec le faisceau de protons). Cette dispersion plus importante mesurée avec le micro-faisceau peut s'expliquer par le fait que le micro-faisceau permet d'accéder à une certaine granularité sur la surface et rend la mesure sensible au point d'irradiation choisi. En sélectionnant une zone de 1 µm de diamètre, la mesure est influencée par la qualité de la structure cristalline du volume irradié. La réponse temporelle devient alors position-dépendante. Dans le cas des protons, l'irradiation sur toute la surface d'intersection moyenne de facto la réponse du détecteur sur cette même surface. D'une manière plus générale, des oscillations importantes ont pu être observées sur les différents préamplificateurs montés sur la carte du détecteur à pistes. Ces oscillations proviennent de l'instabilité des préamplificateurs de courant et ont rendu inutilisables certaines voies. Les voies fonctionnelles présentaient, elles, un niveau de bruit de fond très important comparé aux préamplificateurs commerciaux. La baisse du rapport signal-sur-bruit qui en découle permet par exemple d'expliquer les différences de résolution temps-de-vol présentées en figures 4.26 et 4.27. Dans les deux cas, un échantillon polycristallin Element6 de 300 µm d'épaisseur a été testé. L'un possédait des électrodes circulaires de 7 mm de diamètre (soit une surface active de 38 mm<sup>2</sup>), et était relié à des préamplificateurs DBA IV-R par des câbles coaxiaux de 10 cm de long. L'autre possédait des pistes de  $0.95 \times 8.3 \,\mathrm{mm^2} = 7.9 \,\mathrm{mm^2}$ , chacune reliée directement à la carte de préamplificateurs de courant par des fils de bonding. Ces deux éléments (surface et capacité de la liaison électrode préamplificateur) devraient avantager le détecteur à pistes. On remarque toutefois que pour une même excitation primaire, le détecteur à pistes a une réponse temporelle moindre. Le bruit de fond très élevé et l'instabilité des préamplificateurs de courant montés avec le détecteur à pistes ne permettent donc pas de tirer profit de la segmentation de la surface de détection. Ces résultats ont motivé le développement de nouveaux préamplificateurs qui seront montés sur le démonstrateur monocristallin (cf chapitre 5).

Les résultats obtenus avec des ions carbone à GANIL sont, eux, extrêmement prometteurs. La résolution temps-de-vol obtenue entre le détecteur monocristallin et le détecteur DOI d'Augsburg, d'une valeur de 13 ps  $(1\sigma)$  constitue la meilleure performance temporelle que nous avons pu mesurer, toutes expériences confondues. Ce résultat s'explique essentiellement par le dépôt d'énergie extrêmement important généré par chaque ion dans le diamant et par la qualité des échantillons. Ce dépôt d'énergie est si important qu'il a permis d'obtenir une résolution de 66 ps  $(1\sigma)$  entre deux détecteurs polycristallins, alors qu'ils ont des électrodes de 6 et 15 mm de diamètre respectivement. En rappelant que cette valeur est la somme quadratique de leurs résolutions temporelles respectives, on peut estimer que leur résolution temporelle est équivalente ou meilleure que 66 ps. On remarquera également que dans ce cas, l'algorithme fonctionne très bien et génère des distributions de différence de temps suivant la loi normale. Le paramètre  $\sigma$  de cet ajustement est donc ici le meilleur estimateur de la résolution temps-devol. Par ailleurs, dans le cas de la carbonethérapie, l'énergie des ions varie entre  $95 \,\mathrm{MeV} \cdot \mathrm{u}^{-1}$ et  $400 \,\mathrm{MeV} \cdot \mathrm{u}^{-1}$ . Les simulations SRIM présentées en section 2.3.1.2 montrent que le dépôt d'énergie dans un diamant polycristallin de 300 µm avec une efficacité de collecte de charge de 30% génère une charge collectée variant entre 156 fC et 61 fC, respectivement. À titre de comparaison, une particule alpha de 5,49 MeV (équivalant à 67 fC) génère un signal suffisant pour mesurer une résolution intrinsèque inférieure à 100 ps [Gallin-Martel, 2016]. On peut ainsi raisonnablement supposer qu'obtenir une résolution temporelle intrinsèque de 100 ps ( $\sigma$ ) avec un détecteur de grande taille (polycristallin) demeure un objectif réaliste pour la carbonethérapie. Sur une grande gamme d'énergie, c'est la résolution temporelle du système de détection gamma qui sera le terme dominant sur la résolution temps-de-vol. Ces deux assertions restent des hypothèses tant qu'elles n'ont pas été confirmées expérimentalement dans des conditions similaires, ce que nous n'avons pas eu l'occasion de faire au cours de ce travail de thèse. Les vérifier constitue une des prochaines étapes importantes du développement et de la caractérisation des démonstrateurs d'hodoscope.

Les résultats obtenus à l'ESRF nous ont, eux, permis de mettre en évidence des performances qui sont à mettre en relation plus directement avec la protonthérapie (du fait de la gamme d'énergie déposée considérée). En faisant varier l'énergie déposée dans les détecteurs avec les atténuateurs, nous avons pu étudier l'évolution de la résolution temps-de-vol en fonction de ce paramètre. Les résultats présentés en figure 4.29 révèlent qu'il nous sera impossible, avec nos dispositifs tels qu'ils existent à ce jour, de garantir une résolution temporelle de 100 ps ( $\sigma$ ) pour la détection de protons uniques dans la gamme d'énergie de la hadronthérapie. Ici encore, les simulations SRIM montrent que le dépôt d'énergie d'un proton unique dont l'énergie est comprise entre 70 et 250 MeV est inférieur ou égal à 1,6 MeV dans un diamant de 500 µm. En confrontant ces données à la figure 4.29, on voit que la résolution se dégrade très vite lorsque le dépôt d'énergie diminue. On peut également comparer avec les résultats obtenus à ARRONAX sur les expériences de Prompt-Gamma Timing. Certes, nous avons pu obtenir une résolution de 101 ps( $\sigma$ ) mais avec un dépôt d'énergie maximal dans le détecteur diamant. Étant donné que le spectre gamma-prompt reste le même pour des plus hautes énergies de proton, la réponse du scintillateur ne devrait pas varier sensiblement, contrairement au détecteur diamant. Il apparaît alors qu'en l'état la performance du détecteur diamant sera le facteur limitant sur la résolution sur le temps-de-vol, dans une utilisation en proton unique et en coïncidence avec un scintillateur rapide du type  $BaF_2$ .

## 4.4 Suivi en intensité faisceau - Linéarité - Comptage de protons

Dans cette section nous allons présenter les tests qui nous ont permis d'évaluer les capacités de comptage des détecteurs diamant, ainsi que leur réponse en fonction de l'intensité du faisceau. Ces tests ont été réalisés en août 2019 à ARRONAX avec des protons de 68 MeV.

## 4.4.1 Matériel et méthodes

Les résultats de quatre tests sont présentés dans ce qui suit. Ils ont été réalisés avec une délivrance du faisceau en mode continu ou en mode pulsé, avec des intensités variables. La mise en place du mode pulsé est basé sur un système de hachage du faisceau dont les détails d'implémentation sont présentés dans [Poirier, 2019]. L'ensemble des tests présentés ici a été réalisé avec une paire de détecteurs diamant, déjà présentés en section 4.2.1, expérience d'août 2019. La figure 4.33 présente le montage expérimental pour cette section. Pour rappel, ces détecteurs sont deux détecteurs de petite taille : un détecteur polycristallin DDK, d'un volume de  $5 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3$  (métallisation 100 nm Al, Ø3 mm) et un détecteur monocristallin Element6,

d'un volume de 4,  $5 \times 4, 5 \times 0,517 \text{ mm}^3$  (métallisation 100 nm Al, Ø3 mm). La face avant du détecteur DDK était polarisée à +300 V, de même que la face arrière du détecteur monocristallin. Hormis pour le dernier test à la plus haute intensité, les faces polarisées des deux détecteurs étaient couplées à des préamplificateurs large-bande : un DBA IV-R pour le détecteur DDK et un CIVIDEC C2-HV pour le détecteur Element6. Les signaux provenant des deux détecteurs étaient numérisés par l'oscilloscope rapide LeCroy, avec une période d'échantillonage de 400 ps. Cet échantillonnage permet d'acquérir des traces de grande durée (jusqu'à 20 µs) tout en conservant suffisamment de points dans l'impulsion pour extraire une amplitude et une charge.



FIGURE 4.33 – Montage expérimental utilisé pour évaluer les capacités de comptage et de monitoring des détecteurs DDK et Element6.

Un collimateur en aluminium de 2,5 cm d'épaisseur et d'une ouverture de 1 mm de diamètre est disposé devant les détecteurs. Le collimateur est utilisé pour contraindre l'incidence du faisceau à un diamètre inférieur au diamètre sensible des détecteurs, de sorte que les deux détecteurs soient exposés au même faisceau de protons. Pour le test à haute intensité, les préamplificateurs ont été retirés et le signal de courant produit par les détecteurs était directement converti en tension électrique par la résistance  $50 \Omega$  présente à l'entrée des voies de l'oscilloscope. Des traces typiques de signaux mesurés simultanément sur les deux détecteurs, pour les différentes acquisitions, sont présentées en figure 4.34.

Pour ce qui va suivre, on considérera qu'à un courant de faisceau donné  $I_{faisceau}$ , le nombre de protons contenu dans un paquet est une variable aléatoire discrète X suivant la loi de Poisson, de paramètre  $\lambda$  tel que  $\lambda \propto I_{faisceau}$ . La probabilité P(X = k) d'avoir un nombre k de protons dans un paquet est donc donnée par l'expression :

$$P(X=k) = \frac{\lambda^k}{k!} e^{-\lambda}.$$
(4.23)

L'estimation théorique de  $\lambda$  est donnée par :

$$\lambda = \sum_{k=0}^{\infty} k \times P(X=k) \,. \tag{4.24}$$

Pour un courant de faisceau donné, on peut donc estimer  $\lambda$  comme suit :



FIGURE 4.34 – Illustration des traces typiquement acquises sur les deux détecteurs dans les différentes configurations (électronique et faisceau). Les traces rouges représentent les signaux du détecteur monocristallin Element6 et les traces bleues celles du détecteur polycristallin DDK. Chaque ligne de haut en bas : basse intensité continue, basse intensité pulsée, intensité 200 pA à la coupelle Faraday (avant collimation), intensité 2nA à la coupelle Faraday (lecture dans résistance 50 ohm).

$$\frac{P(X=k+1)}{P(X=k)} = \frac{\lambda}{k+1} \iff \lambda = (k+1)\frac{P(X=k+1)}{P(X=k)}.$$
(4.25)

Dans le cas d'un faisceau idéal en mode continu délivrant exactement un proton par paquet  $(Q_{paquet} = e)$  avec une période  $T_{faisceau}$ , le courant de faisceau moyen  $I_{ref}$  est donné par :

$$I_{ref} = \frac{Q_{paquet}}{T_{faisceau}} = \frac{1,602 \cdot 10^{-19}}{32,84 \cdot 10^{-9}} = 4,872 \,\mathrm{pA}\,. \tag{4.26}$$

On peut alors remonter au courant de faisceau moyen réel  $I_{faisceau}$ :

$$I_{faisceau} = \lambda I_{ref} \,. \tag{4.27}$$

Cette expression permet d'évaluer le courant de faisceau moyen en mode continu, et le courant moyen d'un train d'impulsions en mode pulsé. Pour remonter au courant de faisceau moyen en mode pulsé  $I_{pulsed}$ , il faudra tenir compte du cycle utile du mode pulsé, exprimé comme le rapport de la durée du train (DT) sur la durée inter-trains (DIT):

$$I_{pulsed} = \lambda I_{ref} \frac{DT}{DIT} \,. \tag{4.28}$$

#### 4.4.1.1 Tests à très faible intensité

Les tests à très faible intensité poursuivent deux objectifs. Le premier est d'évaluer la capacité des détecteurs diamant à mesurer le nombre de protons contenus dans un paquet. Le deuxième, qui découle du premier, est d'évaluer leur capacité à mesurer le courant de faisceau.

Les tests à très faible intensité sont constitués de deux acquisitions à un courant faisceau moyen d'environ 10 pA mesuré à l'aide d'une coupelle Faraday montée sur la ligne. Cette mesure est toutefois associée à une incertitude importante étant donné qu'un tel courant de faisceau est à la limite de sensibilité de la coupelle Faraday. La première acquisition a été réalisée avec un faisceau continu et la seconde avec un faisceau pulsé ( $DT = 10 \,\mu\text{s}$  et  $DIT = 1 \,\text{ms}$ ). La première acquisition est déclenchée par le franchissement d'un seuil fixe sur la voie du détecteur monocritallin, avec une fenêtre d'acquisition de 2  $\mu$ s. La seconde acquisition est déclenchée par un *trigger* intelligent : l'acquisition est déclenchée sur un second train quand un premier train a passé un seuil fixe et qu'un temps supérieur à 15  $\mu$ s s'est écoulé entre le premier train et le deuxième. Cette technique permet de toujours numériser l'entièreté des trains dans une fenêtre d'acquisition de 20  $\mu$ s.

Une fois l'acquisition effectuée, l'analyse est constituée de trois grandes étapes :

— Correction de la ligne de base : dans le cas continu, un décalage constant de la ligne de base est observé sur les signaux. Du fait de la présence aléatoire d'impulsions dans les traces, on ne peut pas définir un intervalle fixe d'échantillons dans la ligne de base sur lequel estimer le niveau de ce décalage par moyenne. Toutefois, sur une durée de 2 µs, le nombre d'échantillons occupés par les impulsions est relativement faible par rapport à celui occupé par la ligne de base. De même, la valeur en tension des échantillons occupés par les impulsions est dispersée entre la ligne de base et l'amplitude des impulsions, alors

190

que les valeurs en tension des échantillons dans la ligne de base se concentrent autour de la valeur du décalage (cf figure 4.35). On peut profiter de cela en projetant les valeurs en tension de tous les échantillons de la trace dans un histogramme. Compte-tenu des éléments qui viennent juste d'être évoqués, une distribution gaussienne centrée sur la valeur du décalage apparaît nettement, avec une queue à haute valeur en tension correspondant aux impulsions. On peut alors ajuster la partie gaussienne de la distribution. Les paramètres obtenus,  $\mu$  et  $\sigma$ , sont respectivement des estimateurs du décalage et du niveau de bruit de fond. Dans le cas pulsé, un nombre suffisant d'échantillons est présent dans les traces avant le train pour estimer le décalage et le bruit de fond par moyenne et écart-type empiriques.



FIGURE 4.35 – Méthode utilisée pour la correction de ligne de base à très basse intensité. Gauche : Trace typique pour le détecteur monocristallin à basse intensité. Droite : Projection des valeurs des échantillons dans un histogramme et ajustement par une gaussienne. Les paramètres  $\mu$  et  $\sigma$  ainsi obtenus sont considérés respectivement comme des estimateurs du décalage et du niveau de bruit de fond. Les échantillons dont la valeur est supérieure à 5 mV sont contenus dans les impulsions.

- Recherche des impulsions et mesure de l'amplitude : elle se base sur le signal du détecteur monocristallin. Un seuil fixe, à  $3\sigma$ , est utilisé pour détecter les impulsions. Si une série de 6 échantillons consécutifs ou plus passent le seuil, une impulsion est détectée. On a donc une détection basée sur un seuil fixe en temps au-dessus du seuil fixé à 2,4 ns. L'échantillon de valeur maximale parmi ceux ayant passé le seuil est défini comme l'amplitude du signal (figure 4.36). Une fois ces positions connues dans la trace, on cherche l'amplitude du signal polycristallin autour de ces positions.
- Mesure de la charge : la mesure de la charge est réalisée sur chaque impulsion détectée dans chaque trace. Tous les échantillons  $V_i$  autour de l'amplitude de l'impulsion qui sont supérieurs à  $2\sigma$  sont sommés, obtenant ainsi une valeur  $V_{tot}$ . La charge  $Q_{impulsion}$  est alors calculée par l'expression :

$$Q_{impulsion} = \frac{\Delta t}{RG} \sum_{i} V_i = \frac{\Delta t}{RG} V_{tot} , \qquad (4.29)$$

où  $\Delta t$  est la période d'échantillonnage (ici 400 ps), R la résistance d'entrée (50  $\Omega$ ) et G le gain du préamplificateur.



FIGURE 4.36 – Illustration des impulsions détectées sur le détecteur monocristallin Element6, à très basse intensité.

Une fois mesurée la charge de chaque impulsion, on peut alors étudier la capacité de comptage des détecteurs et remonter à une estimation du courant de faisceau.

#### 4.4.1.2 Tests en mode pulsé à plus haute intensité

Les tests en mode pulsé à plus haute intensité sont constitués de deux acquisitions à des courants mesurés sur la coupelle Faraday de 200 pA et 2 nA. Dans les deux cas, la durée du train d'impulsions était de 10 µs. À 200 pA, la durée inter-trains était de 1 ms, soit un cycle utile de 1/100. À 2 nA, elle était de 10 ms, soit un cycle utile de 1/1000. Ces tests ont permis de mettre en évidence des décalages de la ligne de base non constants dans le temps. L'effet de ces dérives est illustré en figure 4.34 (exemple : E6 à 200 pA). Ces déformations de la ligne de base nous empêchent d'utiliser le même algorithme de détection à seuil des impulsions que celui présenté en sous-section 4.4.1.1. Toutefois, l'augmentation du courant de faisceau nous permet d'atteindre un rapport signal-sur-bruit suffisant sur les détecteurs pour pouvoir utiliser la dérivée numérique du signal pour la détection des impulsions. La dérivée numérique agit comme un filtre numérique passe-haut : elle filtre les basses fréquences et conserve les hautes fréquences. Les variations rapides de signal dans le temps (les impulsions) sont conservées dans le signal dérivé alors que les variations plus lentes (décalages non constants de la ligne de base) sont filtrés. Il en résulte que la dérivée du signal conserve l'information de la position des impulsions dans la trace, tout en corrigeant la ligne de base en la ramenant à un niveau constant centré autour de 0 mV. On peut alors appliquer une détection à double seuil dans le signal dérivé pour repérer les impulsions. La détection des impulsions est donc ici basée sur un critère de pente du signal.

La procédure d'analyse, pour les acquisitions à haute intensité, se présente ainsi :

 Détection des impulsions dans la dérivée du signal : La dérivée du signal est calculée pour chaque échantillon de la trace en utilisant une approximation aux différences

$$V_i' = \frac{V_i - V_{i-1}}{\Delta t},$$
(4.30)

où  $\Delta t$  est la période d'échantillonnage. Le niveau de bruit de fond du signal dérivé  $\sigma'_n$ est ensuite estimé en calculant l'écart-type sur les 2000 premiers échantillons de la trace, dans la ligne de base non déformée avant le train d'impulsion. On définit ensuite deux seuils à  $3\sigma'_n$  et  $5\sigma'_n$  qui vont être utilisés pour la détection à double seuil des impulsions dérivées. L'algorithme gère également la détection de phénomènes d'empilement au sein d'une même impulsion. Trois positions sont détectées pour chaque impulsion : l'échantillon signant le début de l'impulsion, celui correspondant à son amplitude et celui correspondant à la fin de l'impulsion (figure 4.37). Le signal dérivé est un signal bipolaire dont l'amplitude marque le point de pente maximale dans le front de montée du signal réel. Le premier passage à 0 qui suit ce point dans la dérivée de la trace correspond à l'amplitude du signal. Le premier passage à 0 avant le maximum dans la dérivée marque le début de l'impulsion. Enfin, en théorie, le premier passage à zéro après le minimum de l'impulsion dérivée marque la fin de l'impulsion. Toutefois, à cause du niveau de bruit de fond et d'éventuels empilements, ce n'est pas toujours le cas en pratique. Du fait de la bonne répétabilité des impulsions, nous avons préféré définir un nombre fixe d'échantillons entre le maximum de la dérivée et l'échantillon considéré comme l'arrêt de l'impulsion. En faisant cela, nous obtenons trois échantillons pour chaque impulsion marquant son début, son amplitude et sa fin.

Estimation de la ligne de base : elle se fait en réalisant une interpolation linéaire entre les échantillons marquant le début et la fin de chaque impulsion (figure 4.37). Le niveau de ligne de base B<sub>i</sub> de chaque échantillon V<sub>i</sub> de l'impulsion est ainsi calculé. Cet ensemble de points est ensuite utilisé pour le calcul de l'amplitude et de la charge de l'impulsion.
Mesure de l'amplitude et de la charge : à ce stade, l'algorithme a déjà repéré l'échantillon V<sub>i</sub><sup>max</sup> correspondant au maximum de l'impulsion. Pour en déduire l'amplitude A<sub>impulsion</sub>, on soustrait la valeur de ligne de base correspondante B<sub>i</sub><sup>max</sup> de telle sorte que A<sub>impulsion</sub> = V<sub>i</sub><sup>max</sup> - B<sub>i</sub><sup>max</sup>. Pour le calcul de la charge, deux expressions sont utilisées selon que la conversion de tension se fait dans les préamplificateurs ou dans une résistance 50 Ω. Dans le cas où des préamplificateurs sont utilisés, on utilise l'équation 4.29 en tenant compte de l'estimation de ligne de base. L'expression du calcul de la charge devient :

$$Q_{impulsion} = \frac{\Delta t}{RG} \sum_{i} (V_i - B_i) \,. \tag{4.31}$$

Dans le cas où le signal de courant est directement converti dans une résistance  $50 \Omega$ , l'expression devient :

$$Q_{impulsion} = \frac{\Delta t}{R} \sum_{i} (V_i - B_i) \,. \tag{4.32}$$

Une fois que la charge des impulsions est connue, on peut alors étudier la linéarité de la réponse des détecteurs. On peut également étudier la dynamique de cette réponse sur la durée d'une acquisition. On peut enfin confronter les réponses respectives des deux détecteurs.



FIGURE 4.37 – Détection des impulsions et estimation de ligne de base à haute intensité. Gauche : Extrait d'une trace de train d'impulsions détectées par le détecteur monocristallin Element6. Les points rouges marquent l'amplitude mesurée. Les points jaunes et verts marquent respectivement le début et la fin de l'impulsion, tels qu'établis par l'algorithme développé ici. L'estimation de la ligne de base, par interpolation linéaire, est représentée en pointillés bleus. Droite : Extrait de la dérivée de la trace, pour les mêmes impulsions. Les barres horizontales bleue et rouge illustrent les deux seuils utilisés pour la détection des impulsions, respectivement à 3 et 5  $\sigma$  du bruit de fond.

## 4.4.2 Résultats

#### 4.4.2.1 Tests à très faible intensité

La capacité de comptage des détecteurs diamant à basse intensité a été évaluée sur des fenêtres d'acquisitions de 2 µs, soit soixante périodes du signal RF. Bien qu'étant équipé d'une électronique large-bande, le détecteur monocristallin possède une résolution en énergie suffisante pour distinguer des excitations correspondant à un nombre discret de protons. On peut alors compter le nombre de protons détectés dans chaque trace de 2 µs et ainsi estimer le courant de faisceau moyen sur cette même durée. En représentant l'évolution du courant de faisceau au cours de l'acquisition (figure 4.38), nous avons pu identifier une dérive.

Ce premier résultat illustre la capacité du détecteur de monitorer le courant de faisceau avec une précision au moins égale au picoampère. La dispersion mesurée sur le courant de faisceau s'explique par le fait que le nombre total de protons détectés en 2 µs est lui-même une variable aléatoire suivant la loi de Poisson. Étant donné que cette variable est la somme de 60 variables aléatoires suivant elles-mêmes la loi de Poisson de même paramètre  $\lambda$ , alors la dispersion statistique sur la mesure du courant de faisceau sur 2 µs est de  $\sqrt{60\lambda}$ .

L'accumulation de la charge mesurée sur chaque impulsion détectée, et ce pour tous les événements acquis avec un courant de faisceau stable, est présentée en figure 4.39. La distribution est ajustée par une somme de fonctions gaussiennes.

Les centres de chacun des pics nous permet d'évaluer la linéarité de la réponse du détecteur pour une excitation correspondant au dépôt d'énergie de 1 à 6 protons. D'après les simulations SRIM entreprises et présentées en figure 2.8, un proton de 68 MeV dépose 1,56 MeV dans un diamant de 500 µm. La courbe de linéarité en figure 4.39 (Droite) nous permet donc de conclure que la réponse du détecteur est linéaire sur l'intervalle [1,56;9,36] MeV. On peut également



FIGURE 4.38 – Évolution du courant de faisceau lors de l'acquisition en mode continu, tel que mesuré sur le détecteur monocristallin. Le cadre rouge illustre la partie stable du courant de faisceau sur laquelle l'analyse de la charge mesurée a été réalisée.



FIGURE 4.39 – Gauche : Distribution de l'intégrale mesurée des impulsions détectées sur le détecteur monocristallin Element6 à très basse intensité. Droite : Linéarité de la réponse du détecteur en fonction du nombre de protons détectés.

estimer le courant de faisceau en utilisant les équations 4.25 et 4.27, et les paramètres obtenus par l'ajustement. Chaque fonction gaussienne  $g_k$  est caractérisée par un triplet de paramètres  $\{A_k, \mu_k, \sigma_k\}$ . Si l'on connaît la valeur de ces paramètres on peut calculer analytiquement l'intégrale de la gaussienne entre des points a et b :

$$G_k(x) = \int_a^b g_k(x) dx = \int_a^b A_k \exp\left(-\frac{(x-\mu_k)^2}{2\sigma_k^2}\right) dx$$
  
=  $A_k \sigma_k \sqrt{\frac{\pi}{2}} \left[ \operatorname{erf}\left(\frac{b-\mu_k}{\sqrt{2}\sigma_k}\right) - \operatorname{erf}\left(\frac{a-\mu_k}{\sqrt{2}\sigma_k}\right) \right]$  (4.33)

En intégrant de  $-\infty$  à  $+\infty$ , on obtient :

$$G_k(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} g_k(x) dx = A_k \sigma_k \sqrt{2\pi} \,. \tag{4.34}$$

La probabilité P(X = k) s'obtient en calculant :

$$P(X=k) = \frac{G_k}{G_{tot}} = \frac{G_k}{\int_{-\infty}^{+\infty} \sum_{i=0}^{i=n} g_i(x) dx} = \frac{G_k}{\sum_{i=0}^{i=n} \int_{-\infty}^{+\infty} g_i(x) dx} = \frac{G_k}{\sum_{i=0}^{i=n} G_i},$$
 (4.35)

où n est la multiplicité observée dans l'acquisition. En utilisant l'équation 4.25, on a alors :

$$\lambda_{k+1/k} = (k+1)\frac{P(X=k+1)}{P(X=k)} = (k+1)\frac{G_{k+1}}{G_k} = (k+1)\frac{A_{k+1}\sigma_{k+1}}{A_k\sigma_k}.$$
(4.36)

En appliquant ce calcul aux données de l'ajustement, on obtient :

$$\begin{cases} \lambda_{2/1} = 2\frac{G_2}{G_1} = 1,50\\ \lambda_{3/2} = 3\frac{G_3}{G_2} = 1,39\\ \lambda_{4/3} = 4\frac{G_4}{G_3} = 1,41\\ \lambda_{5/4} = 5\frac{G_5}{G_4} = 1,47\\ \lambda_{6/5} = 6\frac{G_6}{G_5} = 1,80 \end{cases}$$
(4.37)

En utilisant l'équation 4.27, on obtient :

$$\begin{cases} I_{2/1} = 7,31 \text{ pA} \\ I_{3/2} = 6,77 \text{ pA} \\ I_{4/3} = 6,87 \text{ pA} \\ I_{5/4} = 7,16 \text{ pA} \\ I_{6/5} = 8,77 \text{ pA} \end{cases}$$
(4.38)

Les résultats obtenus présentent une dispersion notable. Toutefois, du fait de la faible statistique utilisée pour ajuster la distribution à 6 protons et du fait de la saturation de l'ADC de la voie de l'oscilloscope pour les signaux supérieurs à 6 protons, on peut déduire que l'évaluation  $I_{6/5}$  est entachée d'une erreur systématique liée à l'acquisition. La détection à seuil basée sur une discrimination sur le temps au dessus du seuil peut rejeter des signaux correspondant à un proton unique et ainsi sous-estimer la probabilité P(1) au profit de P(0). On choisit donc d'accorder une plus grande confiance aux valeurs obtenues entre 2 et 5 protons, ce qui nous permet de déduire que le courant de faisceau moyen, sur la surface sensible du détecteur monocristallin, est légèrement inférieur à 7 pA (6, 9 en calculant la moyenne arithmétique des valeurs conservées).



FIGURE 4.40 – Évolution du courant de faisceau lors du passage en mode pulsé. Le nombre correspond au nombre d'impulsions détectées dans une fenêtre temporelle de 20 µs. Mesure réalisée sur le détecteur monocristallin. La mise en évidence de la dérive du courant de faisceau et le passage en phase de stabilité illustrent les capacités des détecteurs diamant pour le monitorage des faisceaux de protons.

Lors du passage en mode pulsé, la même analyse a été réalisée à une intensité faisceau équivalente pour avoir un élément de comparaison dans la réponse des détecteurs entre mode continu et mode pulsé. La même analyse que celle présentée en figure 4.39 peut être réalisée. En plus de cela, on peut également compter le nombre d'impulsions détectées dans le train. Le résultat de cette analyse est représentée en figure 4.40. On peut immédiatement remarquer qu'au cours de l'acquisition, le nombre d'impulsions par trace a diminué jusqu'à se stabiliser. Cette acquisition ayant été réalisée immédiatement après le réglage de la machine en mode pulsé, on image ici la phase de transition vers le mode pulsé. Concrètement, le nombre moyen de protons dans chaque train a diminué jusqu'à se stabiliser. Cette mesure illustre bien la capacité des détecteurs diamant à fournir une information précise sur l'intensité du faisceau, événement par événement. Il est à noter que la dispersion observée sur le nombre d'impulsions par train en régime stable provient de l'accélérateur lui-même, et non pas de la réponse des détecteurs. On observe également un certain nombre d'événements avec un nombre quasi-nul d'impulsions. La présence de ces événements dans l'acquisition est causée par des déclenchements fortuits générés par le système de déclenchement utilisé ici. La variation du courant de faisceau est ici observable en comptant uniquement les impulsions présentes car le courant de faisceau reste très faible.

La probabilité qu'un paquet ne contienne aucun proton est relativement grande. Ceci permet d'observer des variations du courant de faisceau en détectant uniquement les paquets (sans compter les protons au sein d'un paquet). Cette approximation n'est plus valable à plus haute intensité, où la probabilité d'avoir un paquet sans proton tend vers 0. Il faut alors compter les protons dans les paquets lorsque cela est possible, ou intégrer la charge totale générée par le train de paquets. On n'obtient dans ce dernier cas que le courant moyen du train d'impulsions.

#### 4.4.2.2 Tests en mode pulsé à plus haute intensité

#### Test à un courant de faisceau de 200 pA

Le résultat de la mesure de charge dans les impulsions des trains détectés par les détecteurs monocristallin et polycristallin est présenté en figure 4.41. Cette dernière représente la charge mesurée dans les impulsions détectées par le détecteur polycristallin en fonction de la charge mesurée sur le détecteur monocristallin, pour tous les trains d'impulsions numérisés. La distribution met en évidence la corrélation entre les réponses des deux détecteurs à une même excitation. Du fait de sa moins bonne efficacité de collecte de charge et de sa plus faible épaisseur, le détecteur polycristallin génère une charge moins importante que le détecteur monocristallin. La partie centrale la distribution correspond à la mesure de la charge des impulsions au sein du train, quand le courant de faisceau a atteint un régime stationnaire. La partie à plus basse charge correspond à la superposition des distributions de charges mesurées dans la montée et la descente des trains (sur la figure 4.34, signal "mono E6" à 200 pA, à 5 µs et 15 µs). On remarque dans la partie à basse charge que le détecteur monocristallin discerne le contenu en nombre de protons des impulsions, là où le détecteur polycritallin ne permet pas d'obtenir cette information. Les distributions indépendantes des deux détecteurs, correspondant à la projection de la figure 4.41 sur les deux axes, sont présentées en figure 4.42.

Le détecteur monocristallin montre une bonne capacité de discrimination du nombre de protons dans les impulsions. Lorsque l'intégrale des impulsions augmente, l'écart-type sur la mesure augmente également. Lorsque cet écart-type devient du même ordre de grandeur que la différence de charge entre deux pics consécutifs, on n'est plus capable de distinguer directement le contenu des impulsions.

La réponse du détecteur polycristallin est, elle, bien moins résolue en charge. On ne peut pas distinguer le contenu en nombre de protons dans les impulsions. Toutefois, les deux distributions montrent une largeur relative similaire. Cette largeur est dominée par la dispersion statistique sur le nombre de protons moyen dans les impulsions au sein du train, en régime stationnaire. Les deux détecteurs sont capables de mettre en évidence cette dispersion statistique et sont donc à même de fournir une information du même niveau de précision sur le courant moyen du faisceau dans un train d'impulsions.

On peut se servir de la figure 4.42 (Gauche) pour estimer le courant de faisceau traversant les détecteurs diamant. La résolution en charge du détecteur monocristallin nous permet de distinguer les pics correspondant à la multiplicité du nombre de protons dans les paquets, et ce jusqu'à l'intensité moyenne dans le régime stable du train. Le centroïde de la distribution principale, correspondant à l'intensité stable du train, coïncide avec le pic correspondant à 16



FIGURE 4.41 – Intégrale des impulsions mesurée sur le détecteur DDK en fonction de celle mesurée sur le détecteur Element6, impulsion par impulsion, à un courant de faisceau de 200 pA (coupelle Faraday).



FIGURE 4.42 – Distribution des intégrales d'impulsions mesurées sur les détecteurs à un courant de faisceau de 200 pA (coupelle Faraday). Gauche : Détecteur monocristallin Element6. Droite : Détecteur polycristallin DDK.

protons simultanés. On peut alors poser  $\lambda \simeq 16$ . En utilisant l'équation 4.27, on en déduit que l'intensité moyenne dans le train est alors d'environ 78 pA. Cette valeur très inférieure à la valeur donnée par la coupelle Faraday s'explique en partie par la collimation opérée sur le faisceau en amont des détecteurs.

### Test à un courant de faisceau de 2 nA

Les mêmes mesures ont été répétées à une intensité plus élevée. Le résultat obtenu à cette intensité est présent en figure 4.43 (Gauche). Ici, le courant étant lu directement dans une résistance  $50 \Omega$ , on peut directement mesurer la charge des impulsions en femtocoulombs en utilisant l'équation 4.32. On observe dans ce cas qu'à une telle intensité, nous ne sommes plus capables de discerner directement le nombre de protons dans les trains. La distribution la plus intense à droite de la figure correspond à la charge mesurée dans les impulsions au sein du train. L'autre distribution intense, à "faible" charge, correspond aux impulsions détectées dans la traîne de paquets de protons qui arrivent après le train (visible en figure 4.34, "mono E6", au-delà de 11,5 µs). Les détecteurs mettent ainsi en évidence les régimes transitoires du système de hachage du faisceau, qui génèrent des "fuites" de paquets de protons jusqu'à 10 µs après la fin attendue du train d'impulsions.



FIGURE 4.43 – Gauche : Charge mesurée sur le détecteur DDK en fonction de la charge mesurée sur le détecteur Element6, impulsion par impulsion, à un courant de faisceau de 2 nA (coupelle Faraday). Droite : Illustration de la contribution des début et fin de trains d'impulsions dans la distribution totale. La figure de droite illustre la modification de la linéarité de la réponse du détecteur monocristallin entre le début et la fin du train d'impulsions.

L'autre résultat notable observable en figure 4.43 (Gauche) est la partie intermédiaire de charge, correspondant aux montées et descentes de courant de faisceau, respectivement en début et fin de train d'impulsions. On remarque en premier lieu que les détecteurs sont capables de mesurer les variations de courant de faisceau qui s'opèrent par palier dans ces zones de transition. Toutefois on observe également un dédoublement de ces paliers selon deux axes. Si on sélectionne ces paliers selon leur temps d'occurrence dans les train d'impulsions, on peut montrer que ceux distribués sur la droite de plus forte pente correspondent aux paliers dans la montée du train (figure 4.43 Droite). Les paquets distribués sur la droite de moins forte pente correspondent aux paliers de la fin du train. On a donc une évolution de la réponse relative des



FIGURE 4.44 – Gauche : Distribution, impulsion par impulsion, de la charge mesurée sur les deux détecteurs en fonction de leur position en temps dans le train d'impulsions. Droite : Distribution, impulsion par impulsion, du rapport des charges mesurées sur les détecteurs Element6 et DDK, sur la durée du train d'impulsions.

On représente alors la distribution, au cours du temps, de la charge mesurée dans les impulsions pour les deux détecteurs (figure 4.44 (Gauche). On observe immédiatement que si le signal en charge du détecteur polycristallin DDK reste relativement constant dans la phase stable du train, le signal du détecteur monocristallin, lui, croît au fur et à mesure que de nouveaux paquets interagissent dans le détecteur. La figure 4.44 illustre le rapport de la charge E6/DDK pour les deux distributions au cours du temps. Ce rapport augmente au cours du temps, passant de 4 à 5 entre le début et la fin du train. La combinaison de ces informations nous permet de montrer la dérive de la réponse du détecteur monocristallin au cours du temps. Du fait de cette dérive, il n'est pas possible ici de déterminer une valeur fiable du courant de faisceau. Sans connaître l'efficacité de collecte de charges des détecteurs exposés à un tel flux de protons, et compte-tenu de la dérive observée sur la charge mesurée sur le détecteur monocristallin, il demeure ici impossible d'obtenir une valeur fiable de courant de faisceau.

## 4.4.3 Discussion

Les résultats présentés précédemment soulèvent de nombreux points importants concernant le monitorage de faisceaux de protons par les détecteurs diamant. Premièrement, lorsque le nombre de protons contenus dans les paquets est faible, le détecteur monocristallin démontre sa supériorité sur le détecteur polycristallin. Le premier est capable de dénombrer le nombre de protons dans chaque paquet, ce qui n'est pas le cas du second. On peut alors avoir un monitorage précis du faisceau. Dans le cadre du contrôle en ligne de l'hadronthérapie par imagerie gammaprompt ultra-rapide, nous avons besoin de travailler dans un régime de particule unique pour mesurer le temps-vol proton+gamma. Le détecteur monocristallin est non seulement capable de détecter les protons avec une résolution temporelle de 100 ps mais il démontre également une bonne linéarité : il peut également détecter les paquets contenant plus qu'un proton, ce qui est essentiel dans notre approche, et ce malgré l'utilisation d'une électronique large-bande ne favorisant pas la qualité de l'information spectroscopique. Il faut toutefois pouvoir être capable d'intégrer la charge contenue dans le signal de courant en parallèle de la mesure de temps.

À plus haute intensité ( $\sim 200 \text{ pA}$ ), la réponse des deux détecteurs est corrélée l'une à l'autre et ils peuvent tous deux apporter une information sur le courant de faisceau moyen du train qui est essentiellement dominée par la dispersion statistique intrinsèque au courant de faisceau utilisé. La mesure de courant en elle-même est alors très précise. Lorsque l'intensité du faisceau devient importante ( $\sim 2 \text{ nA}$ ), une dérive de la réponse du détecteur monocristallin est mise en évidence. Nous interprétons cette dérive comme étant due à une charge trop importante pour être évacuée dans un temps inférieur à la période du faisceau. La figure 4.45 illustre la comparaison des signaux obtenus sur les deux détecteurs à un courant de faisceau de 2 nA, dans la phase stable du train de paquets de protons.



FIGURE 4.45 – Formes d'impulsions comparées pour les deux détecteurs, pour un contenu moyen de 340 protons par paquet.

En plus de la différence de charge déjà démontrée précédemment, il convient de souligner que la largeur des signaux du détecteur monocristallin est bien plus importante que celle des signaux du détecteur polycristallin. Cette différence de largeur s'explique d'une part par la plus grande épaisseur du détecteur monocristallin (517 µm contre 300) et par sa bien meilleure efficacité de collecte de charges. La largeur du signal à la base est d'environ 20 ns pour le détecteur monocristallin, contre 10 pour le détecteur polycristallin. À une telle intensité de faisceau, nous sommes proches des courants faisceau utilisés en situation clinique, dans un centre de hadronthérapie. D'autre part, selon le type d'accélérateur, les contraintes en termes de temps de réponse et de temps mort peuvent être plus exigentes. Par exemple, sur un cyclotron IBA C230, la fréquence de la RF du faisceau est de 106 MHz, soit une période de 9,4 ns. Dans le cas de nos deux détecteurs, les signaux générés durent trop longtemps pour ne pas générer des empilements, dérives et éventuellement une saturation rapide des détecteurs. Un moyen simple de réduire la durée des signaux serait de réduire l'épaisseur des détecteurs. Cela présenterait également l'avantage de réduire la dynamique de réponse du détecteur, simplifiant ainsi l'électronique de lecture. La

diffusion du faisceau par le moniteur serait également minimisée. La contre-partie essentielle est que, en faisant ce choix, on augmente la capacité du détecteur, ce qui va détériorer sa résolution temporelle. Nous n'avons toutefois pas besoin d'une résolution temporelle au niveau de 100 ps pour étiqueter les paquets d'ions à intensité clinique. Des tests à intensité clinique avec des détecteurs de plus faible épaisseur (150 µm) sont prévus dans un futur proche pour évaluer ce rapport bénéfice-risque. Ce raisonnement est toutefois limité par le fait que la réduction de l'épaisseur ne doit pas augmenter artificiellement la largeur des signaux à cause d'une forte augmentation de la capacité<sup>1</sup>. D'autre part, en réduisant l'épaisseur, la charge générée va également diminuer. Dans le cas des protons de haute énergie, cette diminution peut diminuer nettement l'efficacité des détecteurs. Il est donc envisagé que le *design* soit différent selon qu'on désire étiqueter temporellement des protons uniques, ou qu'on souhaite monitorer un faisceau de protons à intensité clinique.

## 4.5 Conclusions générales du chapitre

Les différents tests menés et présentés dans ce chapitre remplissent un objectif double. En premier lieu, ces tests visaient à évaluer les performances que nous étions capables d'obtenir pour la détection d'ions uniques à haute résolution temporelle, et ce dans l'optique de répondre au cahier des charges du projet CLaRyS-UFT. Le second but de ces tests, concomitant avec le premier, était de guider le choix qui allait être fait du type de détecteurs à utiliser pour la constitution des démonstrateurs d'hodoscope.

Les différents résultats obtenus mettent en évidence le fait que les diamants monocristallins représentent le candidat idéal pour remplir les objectifs d'un étiquetage temporel et spatial d'ions uniques en hadronthérapie. Ils sont capables de produire un signal très rapide et présentent un rapport signal-sur-bruit tout à fait convenable pour détecter efficacement des ions uniques (protons ou ions carbone). De plus, l'expérience d' *Ultra-Fast Prompt-Gamma Timing* réalisée à ARRONAX nous a permis de réaliser la détection de photons gamma-prompts en coïncidence entre un détecteur monocristallin et un scintillateur BaF<sub>2</sub> avec une résolution sur le temps-de-vol du photon gamma-prompt de 94 ps ( $\sigma$ ). Nous avons ainsi pu réaliser la preuve de concept d'une telle technique. La grande homogénéité de la réponse des détecteurs monocristallins sur leur surface permet d'envisager de les utiliser pour la détection spatiale des ions incidents. Dans le cas de la détection d'ions carbone, la résolution temporelle obtenue devient très inférieure à 100 ps (13 ps à 1 $\sigma$ ). Enfin, les tests réalisés à faible intensité montrent que ces détecteurs sont capables de dénombrer le nombre d'ions contenus dans les paquets envoyés par l'accélérateur avec une très bonne linéarité. Ils permettent ainsi d'apporter une information très précise du contenu des paquets et donc de réaliser un monitoring très efficace du faisceau.

Les détecteurs polycristallins produisent un signal très inférieur aux détecteurs monocristallins. Toutefois, ils conservent une excellente efficacité de détection de protons uniques. Les hétérogénéités à leur surface entraînent une variation relativement importante de la rapidité des signaux en fonction de la localisation de l'interaction dans le détecteur. Toutefois, la résolution temporelle mesurée avec des détecteurs polycristallins et des protons uniques de 68 MeV ne

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> donc une réduction de la bande passante du système

permet pas de respecter le cahier des charges du projet. Étant donné que l'énergie déposée par des protons uniques dans le détecteur diminue avec l'énergie des protons incidents, on s'attend donc à ce que le rapport signal-sur-bruit et donc la résolution temporelle des détecteurs soit encore moindre pour des énergies comprises entre 100 et 200 MeV. Enfin, les détecteurs polycristallins ne sont pas capables de dénombrer le nombre de protons contenus dans un paquet d'ions. Leur utilisation à faible intensité semble donc ne pas être le meilleur choix pour l'hodoscope à très haute résolution, dans une utilisation à très basse intensité. À plus haute intensité, leur défaut de collecte de charges devient un avantage comparé aux détecteurs monocristallins qui présentent des dérives qui nous contraignent à des corrections *ad hoc*. Ceci, combiné au fait qu'ils sont disponibles en grande taille, motive le développement d'un démonstrateur de grande surface pour le monitoring des faisceaux à intensité clinique.

Les détecteurs DOI ne présentent pas les capacités requises pour répondre aux exigences du projet CLaRyS-UFT. Malgré une capacité de collecte de charges intermédiaire entre les détecteurs monocristallins et polycristallins, les détecteurs DOI présentent des hétérogénéités de surface qui semblent rédhibitoires pour réaliser l'étiquetage spatial des faisceaux d'ions. De plus, les test menés à ARRONAX montrent que les détecteurs DOI ont une efficacité de détection aux protons uniques trop faible pour être acceptable. La disparité des performances des différents détecteurs que nous avons pu tester nous pousse à choisir de ne pas utiliser des échantillons DOI pour le développement des démonstrateurs. Le développement des diamants sur iridium reste toutefois très intéressant pour espérer obtenir, dans un futur proche, des détecteurs de grande taille avec des propriétés de transport de charges de haute qualité.

5

## Développement de démonstrateurs d'hodoscope faisceau en diamant

## Sommaire

5.1 Rappel du cahier des charges
5.2 Architecture globale de l'hodoscope
5.3 Instrumentation de la partie active en diamant de l'hodoscope 208
5.3.1 Métallisation par pistes des diamants par lithographie las er 208
5.3.2 Réalisation de la mosaïque et assemblage mécanique des diamants $\therefore$ 211
5.4 Électronique de lecture
5.4.1 Électronique discrète
5.4.2 Électronique intégrée en technologie CMOS 130 nm
5.5 Système d'acquisition
5.5.1 Carte d'acquisition
5.5.2 Programme de configuration et d'acquisition de données
5.6 Conclusions générales du chapitre
.1 Description détaillée du convertisseur temps-numérique (TDC)
implémenté dans le FPGA
.2 Description du préamplificateur transimpédance en technologie
CMOS 130 nm
.3 Description détaillée du TDC intégré en technologie CMOS 130 nm230
.4 Récapitulatif des résultats de résolution temporelle et d'efficacité
$\mathbf{obtenus}$

Comme il est mentionné au chapitre 1, la collaboration CLaRyS met au point un système de contrôle en ligne de la hadronthérapie basé sur la détection de gamma-prompts émis le long du parcours des ions. Afin de réaliser une mesure absolue du temps de vol ion + PG, CLaRyS inclut dans son projet le développement d'un hodoscope pour l'étiquetage spatial et temporel du faisceau et disposé en amont du patient, comme présenté en sous-section 1.3.2. Pour rappel, ces informations peuvent être utilisées pour le processus de reconstruction d'image et dans la réduction du bruit de fond causé par la détection de particules secondaires autres que les PG. Un premier hodoscope basé sur un maillage de fibres scintillantes lues par des photomultiplicateurs (PM) a été développé. En raison des limitations du taux de comptage des PM et des oscillations observées sur les ASICs, l'efficacité de détection de l'hodoscope à fibres diminue pour les courants de faisceau élevés. Ces limitations ont conduit au développement d'un hodoscope à base de diamants CVD. Les qualités intrinsèques du diamant présentées au chapitre 2 (rapidité, faible courant de fuite, excellent rapport signal sur bruit, résistance aux radiations, équivalence tissu humain) font de ce semi-conducteur le candidat retenu pour répondre aux exigences du projet CLaRyS-UFT.

Ce chapitre conclut désormais ce travail de thèse avec la réalisation instrumentale du démonstrateur d'hodoscope qui est en cours au LPSC. Les caractérisations en laboratoire (chapitre **3**) et sous faisceaux (chapitre **4**) des détecteurs diamant nous ont conduits en fait à concevoir non pas un mais deux démonstrateurs d'hodoscope. Le premier démonstrateur est équipé d'une mosaïque de quatre diamants monocristallins sCVD de dimension  $4,6 \times 4,6 \times 0,54 \text{ mm}^3$  fournis par Element6 et d'une surface totale légèrement inférieure au centimètre carré. Le second est équipé d'un diamant polycristallin pCVD de dimension  $20 \times 20 \times 0,3 \text{ mm}^3$  provenant du fournisseur Diamond Delaware Knifes (DDK). Dans les deux cas, les signaux générés par les diamants seront lus par la même électronique. Un système d'association carte fille (servant de support au diamant) - carte mère (servant de support à électronique de lecture) permettra de comparer leurs performances respectives dans des conditions expérimentales identiques.

Après un bref rappel du cahier des charges, l'architecture que nous avons adoptée pour l'hodoscope sera présentée. L'instrumentation des échantillons diamant fera l'objet d'une première partie qui traitera de la métallisation par pistes, effectuée par Nanofab à l'Institut Néel, puis le montage mécanique des diamants dans leur support, opéré au LPSC par le service détecteur et instrumentation. Les développements en électronique de lecture seront ensuite évoqués. Deux développements ont été menés en parallèle, l'un en électronique discrète au LPSC pour les premiers tests de validation sous faisceau de l'hodoscope seul (fin 2020 à ARRONAX) puis couplé à la caméra de CLaRyS (1er trimestre 2021 au CAL) et un deuxième en électronique intégrée (développement en cours pour l'étage de préamplification) dans le cadre du projet transverse R&T IN2P3 DIAMASIC (collaboration LPSC et LPC Caen). En effet la conception d'ASIC présente l'intérêt d'une plus grande compacité et en conséquence d'instrumenter un plus grand nombre de voies pour un espace réduit. Ceci permet d'ouvrir une perspective double pour une version finale de l'hodoscope : équiper l'hodoscope d'un plus grand nombre de détecteurs et donc couvrir une plus grande surface et/ou augmenter la segmentation par pistes de chaque détecteur donc en augmenter la résolution spatiale. Enfin je conclurai ma description de ce prototype de démonstrateurs par celle du système d'acquisition qui a été conçu au LPSC pour faire l'interface avec l'acquisition au standard µTCA de CLaRyS qui est présentée en section 5.5. Il est important de mentionner que compte tenu de la pandémie COVID-19 survenue en 2020, ces développements instrumentaux n'ont pas pu être réalisés afin de permettre des tests en faisceau des deux démonstrateurs avant la fin de ce travail de thèse. Seuls des tests en laboratoire de différents éléments qui constituent l'hodoscope ont pu être programmés au LPSC et sont donc présentés dans ce chapitre.

## 5.1 Rappel du cahier des charges

L'hodoscope diamant doit tout d'abord permettre d'atteindre des résolutions temporelles de l'ordre de 100 ps ( $\sigma$ ). Cela signifie des performances supérieures à celles de l'hodoscope à fibres afin de procéder à des mesures en temps très rapides telles que prévues par le projet CLaRyS-UFT (Ultra Fast Timing) dans lequel ce travail de thèse s'inscrit. La résolution temporelle est l'élément clef du cahier des charges et c'est une exigence que les détecteurs diamant sont aptes à satisfaire au vu des caractérisations en laboratoire et sous faisceaux que j'ai rapportées dans les deux chapitres précédents, et qui ont constitué le travail en amont de la conception de ces démonstrateurs. La résistance aux irradiations est également requise pour une utilisation continue en conditions cliniques sans altération des performances du système de vérification. Du fait de leur énergie de déplacement et de leur conductivité thermique élevées, les diamants satisfont ce critère de façon intrinsèque. Ceci a aussi une implication sur l'électronique de lecture. Celle-ci devra être suffisamment déportée de l'axe du faisceau pour que son fonctionnement ne soit pas altéré par le passage des ions dans la surface active du détecteur.

La détermination de la position transverse du passage des ions dans le détecteur est attendue avec une résolution millimétrique (définie par les dimensions des pistes). Ces pistes sont gravées par la méthode de lithographie laser à l'Institut Néel de Grenoble qui, sur la base d'un dessin CAO, permet d'obtenir le degré de précision attendu avec une excellente reproductibilité comme cela sera exposé en section 5.3.1

Enfin, la détection des particules incidentes doit recouvrir une large dynamique : on doit pouvoir détecter de l'ion unique jusqu'aux intensités cliniques avec un taux de comptage à 10 MHz par voie, ce qui, comme on le verra en section 5.4, sont deux critères qui ont guidé les développements en électronique.

## 5.2 Architecture globale de l'hodoscope

L'architecture globale de l'hodoscope dans sa version comportant une électronique discrète est présentée sur le diagramme illustré par la figure 5.1. L'étage d'entrée est constitué de la partie active du détecteur (détecteurs diamant métallisés par pistes) et des préamplificateurs rapides large-bande spécialement développés en version discrète (sous-section 5.4.1) au laboratoire pour répondre au cahier des charges évoqué en section 5.1. Les diamants sont situés sur une carte fille support qui se connecte sur la carte FE (Front-End) où se trouvent les préamplificateurs. Cette disposition permet de facilement remplacer les diamants en changeant la carte fille. On pourra ainsi tester la mosaïque de diamants monocristallins ou le diamant polycristallin de grande surface avec la même électronique. La carte FE est équipée de 40 pré-



FIGURE 5.1 – Schéma de principe de l'hodoscope diamant avec son système d'acquisition.

amplificateurs. Les sorties de la carte FE sont lues par la carte DFC. Cette carte est équipée de 40 discriminateurs à fraction constante (DFC) pour étiqueter temporellement les signaux en sortie des préamplificateurs et de deux autres DFC pour étiqueter temporellement les signaux pouvant provenir de scintillateurs utilisés pour générer un déclenchement. Elle propose également 4 entrées logiques auxiliaires directement routées vers le FPGA. Les sorties de la carte DFC sont connectées à la carte d'acquisition (carte ACQ). Cette carte est équipée d'un FPGA de type CYCLONE 10 et peut communiquer avec l'extérieur par USB, ETHERNET ou par fibre optique, cette dernière permettant l'intégration de l'hodoscope diamant dans le système d'acquisition de CLaRyS basé sur la carte AMC40 µTCA [Fontana, 2018, Caplan, 2019]. L'étiquetage temporel de chaque voie est assuré par 42 TDC directement implémentés dans le FPGA. En plus de la mesure de temps, on mémorise les coordonnées X et Y de la piste ce qui permet de procéder simultanément à l'étiquetage spatial des ions. Les données fournies par le FPGA sont codées sur 32 bits et contiennent l'étiquetage spatial (6 bits) et temporel (26 bits). Dans le cas de la version comportant l'ASIC, une nouvelle carte FE sera développée. Elle supportera à la fois les diamants et l'électronique de lecture car les premiers tests ont montré que pour la version ASIC des préamplificateurs, plus sensible que la version discrète à la capacité totale en entrée du préamplificateur, il fallait minimiser la longueur des pistes sur le circuit imprimé entre le diamant et les préamplificateurs. Les discriminateurs étant intégrés dans l'ASIC, la carte FE sera aussi directement connectée à la carte ACQ.

# 5.3 Instrumentation de la partie active en diamant de l'hodoscope

## 5.3.1 Métallisation par pistes des diamants par lithographie laser

La métallisation par pistes orthogonales en X et Y sur chaque face du diamant a été opérée en salle blanche de la plateforme Nanofab de l'Institut Néel. Un aperçu du dispositif utilisé est illustré en figure 5.2. Dans un premier temps, un film de résine photosensible (photoresist S1818) est déposé sur le substrat que constitue le diamant à métalliser. Ce film photosensible est exposé par lithographie laser (longueur d'onde du laser : 405 nm) suivant le motif des pistes désirées préalablement défini par CAO. L'opération de développement permet de dissoudre le motif ainsi exposé. L'échantillon est ensuite métallisé par dépôt d'une couche d'aluminium de 100 nm d'épaisseur. La résine photoresist S1818 résiduelle ainsi que les parties non désirées sont finalement éliminées par immersion dans un solvant.



FIGURE 5.2 – Dispositif de lithographie laser sur la plateforme Nanofab de l'Institut Néel.

À l'issue de l'ensemble de ces opérations, la métallisation résultante se compose de 4 pistes sur chaque face (figure 5.4) pour un total de 32 pistes pour l'ensemble de la mosaïque de diamants monocristallins de dimensions  $4.6 \times 4.6 \times 0.54 \text{ mm}^3$ . Pour le diamant polycristallin de dimension  $20 \times 20 \times 0.3 \text{ mm}^3$ , 20 pistes sont réalisées par face, entourées par un anneau de garde comme cela a été fait pour les premiers prototypes (sous-section 4.1.1.1). Le choix a été fait de ne pas réaliser d'anneau de garde sur les diamants monocristallins destinés à être assemblés en mosaïque afin de minimiser la zone morte induite au centre du détecteur (figure 5.5 Gauche zone centrale en forme de croix sur assemblage mosaïque diamant). La carte FE comporte 40 pistes.

Comme stipulé en section 5.2, l'intérêt des diamants montés sur carte fille est de pouvoir tester alternativement soit la mosaïque de diamants monocristallins (32 pistes) soit le diamant polycristallin (40 pistes) avec la même électronique. Pour compléter et illustrer cette description du procédé de métallisation, un détail de métallisation préalablement effectué sur un échantillon diamant de 1 cm<sup>2</sup> est présenté sur la figure 5.3. Compte tenu des résultats de tests obtenus à l'ESRF sur la ligne ID21 via la méthode XBIC et présentés en sous-section 4.2.3.2, les pistes sur les démonstrateurs ont une largeur de 1,0125 mm et la distance inter-piste est 50 µm. Il a donc été réduit d'un facteur 2 par rapport au démonstrateur polycristallin présenté en sous-section 4.1.1.1. La figure 5.4 est le schéma CAO de la distribution des pistes sur chacune des faces des quatre diamants monocristallins qui a été fourni à Nanofab pour l'étape de métallisation du présent démonstrateur d'hodoscope.



FIGURE 5.3 – Gauche : Exemple de métallisation par pistes sur un échantillon diamant de 1 cm<sup>2</sup> réalisée à Nanofab, à l'Institut Néel. Droite : Zoom sur un détail de métallisation. On peut clairement distinguer le croisement des pistes en suivant les directions X et Y.



FIGURE 5.4 – Schéma CAO de la répartition des pistes de métallisation sur la surface des détecteurs monocristallins de dimension  $4.6 \times 4.6 \times 0.54 \text{ mm}^3$ .



FIGURE 5.5 – Gauche : Assemblage en mosaïque des 4 diamants monocristallins (non métallisés par pistes sur cette photo pour un premier test de faisabilité mécanique) et insérés dans leur support (carte fille). Droite : vue CAO de l'insertion de la carte fille servant de support des diamants sur la carte mère sur laquelle sera distribué l'étage de préamplification.

# 5.3.2 Réalisation de la mosaïque et assemblage mécanique des diamants

Les quatre diamants monocristallins métallisés par pistes sont tout d'abord mécaniquement fixés ensemble par un ruban adhésif kapton de quelques millimètres d'épaisseur afin que la mosaïque constitue un seul bloc mécanique. Elle est ensuite intégrée et collée dans une carte fille (figure 5.5 Gauche). Le détail de la mise en place de la mosaïque sur le support est illustré par la figure 5.6 qui représente une vue en coupe de la carte fille. Cette dernière est finalement connectée par l'intermédiaire de 4 connecteurs haute vitesse<sup>1</sup> à la carte mère FE (voir figures 5.5 Droite et 5.9) qui supporte l'électronique discrète de l'étage de préamplification. On distingue sur le support PCB de la figure 5.5 Gauche les pistes qui vont permettre le transport des signaux de courant depuis les électrodes jusqu'aux connecteurs. La connexion électrique des pistes est réalisée à l'aide de nappes de fil de *bonding* (100 × 12 µm non visible sur la figure 5.5 Gauche). Cette opération est également réalisée sur la plateforme Nanofab de l'Institut Néel. La définition et le dimensionnement des pistes ainsi que des différentes cartes ont été réalisés par le Service Détecteurs & Instrumentation du LPSC. La conception CAO des cartes a quant à elle, été réalisée au sein du Service Électronique du laboratoire. Enfin la réalisation et le câblage des cartes ont été sous-traités à l'industrie.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> SAMTEC QSE : https://www.samtec.com/products/qse



FIGURE 5.6 – Vue CAO du détail de la mise en place de la mosaïque de diamant sur son support carte fille.

## 5.4 Électronique de lecture

## 5.4.1 Électronique discrète

### 5.4.1.1 Le préamplificateur courant-tension

La conception et le développement du préamplificateur qui est présentée dans cette soussection reprend les éléments d'un article soumis pour publication [Hoarau, 2020]. Le schéma de principe du préamplificateur est illustré par figure 5.7. L'amplificateur discret est composé d'un transistor bipolaire npn à hétérojonction, BFP740, pour le premier étage. Le transistor a été sélectionné pour son niveau de bruit particulièrement faible, c'est-à-dire NF=0.7dB à 1GHz avec un gain de 16 dB (NF : Noise Figure est le rapport du signal à bruit en sortie sur celui en entrée). Il est monté en source commune pour maximiser le gain et minimiser les fréquences parasites et ainsi maximiser la bande passante. Cependant une résistance de contre-réaction assure une stabilité de fonctionnement. La polarisation du transistor est choisie pour optimiser les performances en bruit selon la documentation technique. Un second étage d'amplification est réalisé par un amplificateur BFG420, dont la polarisation est choisie pour opérer un compromis entre la consommation et le gain de telle sorte que, par exemple, pour une consommation de 50 mW il amplifie de 20dB à 1GHz, soit un gain total de 36dB à 1GHz. Aussi, l'amplificateur incorpore un dispositif pour la polarisation en haute tension du détecteur. Il s'agit d'un té de polarisation composé d'un filtre passe-bas en topologie T avec deux résistances de  $10 M\Omega$  en série et une capacité de 1nF en parallèle à la masse. La polarisation est séparée de la voie radiofréquence via une capacité de DC bloc de 1nF.

Un prototype du préamplificateur a tout d'abord été monté sur une carte de test dédiée pour évaluer ses performances en laboratoire (figure 5.8). Les résultats sont présentés dans la table 5.1 et comparés avec ceux obtenus avec d'autres électroniques dédiées à la lecture de détecteurs diamants et référencées dans la littérature.

Le prémplificateur que nous avons développé permet une amplification du signal en sortie du diamant de 43 dB pour une consommation de seulement 75 mW. Si on compare avec les préamplificateurs DBA IV que nous avons utilisés en test (chapitre 3 et 4), on gagne 3 ordres de grandeur sur la consommation pour un gain inférieur d'un facteur 1,16 seulement par rapport au DBA IV. Quant au préamplificateur présenté par les auteurs de [Frais-Kölbl, 2004]



FIGURE 5.7 – Schéma de principe du préamplificateur en électronique discrète.

TABLE 5.1 – Performances du préamplificateur développé au LPSC en comparaison avec l'état<br/>de l'art. (Montée : temps de montée, FWHM : largeur à mi-hauteur du signal,<br/>ENC : Equivalent Noise Charge, SNR : Signal-to-Noise Ratio)

Ref.	Gain	Montée	FWHM	ENC	SNR	Puissance
[Bertuccio, 1995]	31,5dB(a)	$2,8{\rm ns}~({\rm b})$	$\sim 38$ ns (a)	139 e <sup>-</sup>	n/a	$0.7 \mathrm{W}$ (a)
[Moritz, 2001]	$42\mathrm{dB}$	$> 0.5\mathrm{ns}$	n/a	n/a	n/a	$1,44\mathrm{W}$
[Frais-Kölbl, 2004]	60 dB	$350 \mathrm{\ ps}$	$1,38\mathrm{ps}$	$1000 e^{-}$	MIP 6,07 :1	$5,4\mathrm{W}$
[Strehl, 2006]	$50\mathrm{dB}$	n/a	10 ns	n/a	n/a	$1,8\mathrm{W}$
[Fisher-Levine, 2013]	146  mV/fC	$2,12\mathrm{ns}$	$3,75\mathrm{ns}$	$293 e^{-}$	n/a	1 W (a)
LPSC [Hoarau, 2020]	43 dB	$350 \mathrm{\ ps}$	$1,25\mathrm{ns}$	230 e <sup>-</sup> (a)	MIP: 4,3:1	75  mW

(a) Valeurs estimées (b) Extraites de [Fisher-Levine, 2013]



FIGURE 5.8 – Prototype du préamplificateur discret développé au LPSC par le Service Électronique positionné sur sa carte de test.

et référencé dans cette table, il s'agit d'un préamplificateur spécialement conçu pour des tests de détecteur diamant pour des expériences au MedAustron avec des performances optimisées. On peut notamment remarquer que notre prototype et ce préamplificateur ont des temps de montée identiques de 350 ps, ce qui constitue la meilleure valeur figurant dans la table. En revanche, pour ce qui est de la détection de MIP, notre rapport signal-sur-bruit est inférieur d'un facteur 1,4. Enfin les valeurs FWHM de résolution temporelle qui sont mentionnées sont très dépendantes du type de particules utilisé. En ce qui concerne les tests du prototype de préamplificateur qui a été développé au LPSC, ces tests ont été menés sur le banc de test alpha décrit en section 3.3. En conclusion, ces tests ont validé l'utilisation de ce prototype pour l'hodoscope. La carte front-end (carte FE) équipée de 40 préamplificateurs (figure 5.8) ainsi que la carte fille support sont représentées sur la figure 5.9 avant câblage.



FIGURE 5.9 – Carte FE 40 voies et carte fille support avant câblage.

## 5.4.1.2 La carte DFC

Comme nous l'avons vu précédemment l'étiquetage temporel d'impulsions d'amplitudes différentes en utilisant un comparateur à seuil fixe introduit une erreur appelée *walk*. La figure 5.10 ci-dessous illustre ce phénomène. Le discriminateur à fraction constante est un dispositif électronique qui permet, en théorie, de supprimer les erreurs de prise de temps liées au walk. Son principe de fonctionnement est de faire la différence entre une fraction du signal d'entrée et le signal d'entrée retardé. Si on suppose que l'impulsion d'entrée est triangulaire et que la pente de son front avant est -*a* :

- le signal d'entrée est  $E(t) = -a \cdot t$
- une fraction de E(t) est  $F(t) = -f \cdot a \cdot t$
- le signal retardé est  $R(t) = -a(t \Theta)$

La différence entre F(t) et R(t) vaut  $G(t) = a(t - \Theta) - f \cdot a \cdot t$ . La figure 5.11 montre l'allure de cette fonction G pour deux impulsions d'amplitudes différentes



FIGURE 5.10 – Illustration du phénomène de *walk* au passage d'un seuil fixe entre deux signaux de même temps de montée mais avec des amplitudes différentes.



FIGURE 5.11

L'instant de passage à zéro de G est donné par :  $G(t) = 0 \Leftrightarrow T0 = \Theta/(1 - f)$ . Le temps T0 de passage à zéro est donc indépendant de l'amplitude des impulsions. Pour qu'un tel dispositif fonctionne il faut que le retard  $\Theta$  soit inférieur au temps de montée de l'impulsion et que la fraction f soit inférieure à 1. L'implémentation matérielle du DFC est montrée dans la figure 5.12.



FIGURE 5.12 – Implémentation matérielle du principe de la discrimination à fraction constante

Le DFC à proprement parler est constitué des éléments RETARD et FRACTION, d'un additionneur et du comparateur C2. Comme nous l'avons dit, un DFC idéal annule complètement les effets de variations des amplitudes du signal d'entrée. La vitesse de basculement d'un comparateur réel dépend de la différence de tension présente sur ses entrées. La figure 5.13 montre
le retard de basculement du comparateur utilisé sur la carte DFC en fonction de la différence de tension en entrée.

Cette dispersion est propre au comparateur et n'est pas corrigée par le principe du DFC. Pour limiter ces effets, une tension continue appelée également Walk sur la figure 5.12 est ajoutée sur l'entrée fraction du comparateur dans le but de favoriser les petites amplitudes. Le comparateur à seuil fixe C1 permet de sélectionner des impulsions dépassant le Seuil. Le basculement de C2 est mémorisé par une bascule D (DFF, D Flip-Flop). La sortie Q de ce composant logique prend la valeur de D sur un front montant de CK. Le monostable permet de fixer la durée du signal Q de la bascule en remettant la sortie de celle-ci à zéro (entrée RST de la DFF).







La carte DFC est composée de 40 DFC pour le marquage temporel des signaux diamant et de 2 DFC pour des signaux venant de détecteurs à scintillation. Les 42 tensions de seuil ainsi que les 42 tensions de *walk* sont générées sur la carte DFC en utilisant 84 convertisseurs numériques analogiques (DAC). Ces DAC sont configurables par le programme d'acquisition de l'hodoscope via la carte ACQ comme cela sera exposé en section 5.5.

#### 5.4.1.3 Le convertisseur temps-numérique (TDC) implémenté dans le FPGA

L'utilisation d'un FPGA pour implémenter un TDC permet un développement relativement rapide, reconfigurable et très bon marché comparé à un développement ASIC. Bien que les performances atteignables avec un TDC ASIC soient *a priori* meilleures que celles d'un TDC FPGA, il nous a paru intéressant d'explorer cette solution. Ce TDC FPGA basé sur l'utilisation d'une ligne de retards a été initialement développé par l'IP2I pour l'expérience CMS du CERN [Chen, 2019] sur un FPGA Cyclone 5. Le LPSC a adapté ce TDC aux besoins de l'hodoscope diamant et l'a porté sur un FPGA Cyclone 10. Les détails liés à la conception de ce TDC sont présentés en Annexe.

Les tests ont montré que cette résolution en temps est comprise entre 15 et 20 ps RMS, ce qui répond aux exigences du cahier des charges de l'hodoscope.

#### 5.4.2 Électronique intégrée en technologie CMOS 130 nm

#### 5.4.2.1 Le préamplificateur courant-tension

Pour ce développement, nous nous sommes orientés sur la technologie CMOS 130 nm qui a démontré ses capacités de tolérance aux effets des irradiations. Pour lire les détecteurs diamant, nous nous sommes orientés vers la conception d'amplificateurs transimpédance (TIA), permettant de convertir le courant généré par le détecteur en un signal de sortie en tension. Des détails sont apportés en Annexe. Les résultats de simulation avec les éléments parasites (liés au layout : R et C) nous montre un jitter d'environ 100 ps avec une charge en entrée de 3 fC. La figure 5.14 illustre le résultat obtenu à partir de simulations en bruit et transitoires à l'aide des outils de la suite CADENCE.



FIGURE 5.14 – Estimation du niveau de jitter du TIA ASIC.

La figure 5.15 illustre le circuit développé en technologie CMOS 130 nm avec les dimensions suivantes :  $1,275 \ge 1,22 \mod^2$ . Il est constitué de 8 voies de lectures : amplificateur + comparateur. Les sorties des discriminateurs seront ensuite connectées à un convertisseur de type TDC développé par le LPC Caen dans la même technologie TSMC130 (projet transverse R&T IN2P3 DIAMASIC) dont le fonctionnement sera exposé en sous-section 5.4.2.2.

L'ASIC TIA a été réceptionné au LPSC début septembre 2020, les premiers tests sont en cours au moment de la rédaction de ce manuscrit.

#### 5.4.2.2 Le TDC intégré

Ce TDC, développé par le LPC Caen dans le cadre du projet transverse R&T IN2P3 DIA-MASIC, repose comme le TDC FPGA sur l'utilisation d'une ligne de retards (voir détail en Annexe). Ce TDC présente, de plus, une résolution en temps supérieure à celle du TDC FPGA. Elle est en effet de 12 ps pour un temps mort de 10 ns. Ces deux caractéristiques (résolution et temps mort) conviennent parfaitement aux besoins de l'hodoscope diamant. Le LPC Caen va prochainement fournir au LPSC une carte de test du TDC et l'intégration des préamplificateurs transimpédance et des TDC dans un même circuit (DIAMASIC) est prévue pour fin 2021.



FIGURE 5.15 – Layout du circuit intégré du TIA.

### 5.5 Système d'acquisition

#### 5.5.1 Carte d'acquisition

La carte d'acquisition (figure 5.16) s'interface entre la carte DFC, ou la carte FE ASIC, et le système d'acquisition de données proprement dit ( $\mu$ TCA CLaRyS ou local pour une utilisation de l'hodoscope seul). Son articulation autour d'un FPGA CYCLONE 10 lui permet de s'adapter facilement à différents modes de fonctionnement par simple reprogrammation in-situ ce qui permet une grande flexibilité au moment des tests. Cette carte d'acquisition est prévue pour piloter soit :

- la carte DFC sur laquelle 42 DFC sont implémentés. Pour chaque DFC les réglages "Seuil" et "Walk" utilisent une liaison série de type SPI (Serial Peripheral Interface). Une liaison SPI configurant 2 DFC, il y a donc 21 liaisons SPI dans ce mode de fonctionnement. Ces liaisons permettent également d'activer ou de désactiver la sortie de chaque DFC par un bit de validation. La sortie de chaque DFC, représentant la donnée à acquérir, est gérée par le TDC précédemment décrit et embarqué dans le FPGA.
- la carte FE ASIC, pour laquelle la configuration de chaque voie se fait à l'aide d'une seule liaison série de type SPI. L'acquisition des données TDC, inclus dans le ou les ASICs, est faite sur un bus de 16 bits.

Plusieurs types de système d'acquisition de données peuvent être connectés :

— le système μTCA de type CLaRyS [Fontana, 2018, Caplan, 2019] à travers l'interface fibre optique et l'interface Timing, générant une horloge synchronisée à tous les instruments de l'expérience pour une utilisation future de l'hodoscope dans le système de détection complet de l'expérience CLaRyS. L'interface entre l'hodoscope et les autres

- détecteurs de CLaRyS est gérée par une carte AMC40 intégrée au système  $\mu$ TCA, tous deux décrits dans [Caplan, 2019],
- le système local à travers les liaisons USB ou Ethernet au protocole IPBUS pour une utilisation de l'hodoscope seul pour des tests dédiés.



FIGURE 5.16 – Carte d'acquisition de l'hodoscope.

Pour l'hodoscope en version électronique discrète (carte FE + carte DFC) 42 TDC sont implémentés dans le FPGA. Deux TDC sont affectés à des entrées TRIGGER tandis que les autres sont assignées aux 40 voies du détecteur diamant. Le synoptique fonctionnel de la chaîne d'acquisition dans le FPGA est donné ci-dessous :



FIGURE 5.17 – Synoptique fonctionnel de la chaîne d'acquisition dans le FPGA (LUT = Look-Up Table, explicité en section Annexe)

les données de chaque TDC diamant sont stockées dans 40 mémoires dont la profondeur est configurée par le slow control. Cela permet de conserver ces données pendant 1 µs au maximum

et elles sont ensuite transférées à une première mémoire (FIFO TDC). Cette FIFO TDC stocke également les données des deux TDC trigger. Le bloc suivant applique un premier traitement aux données en recherchant les coïncidences et effectuant une suppression de zéros. Ce bloc, dont le fonctionnement est également configuré par le slow control, peut traiter les données suivant trois modes en prenant en compte soit :

- les données TDC diamant seules,
- les données TDC diamant et les données TDC trigger,
- les données TDC diamant et le trigger externe fourni par la fibre optique.

Les données issues de ce traitement sont alors transférées dans la mémoire FIFO ACQ. Le code VHDL permet également la lecture de la LUT (*Look Up Table*, voir Annexe) de chaque TDC ainsi que les valeurs de différents registres indiquant le statut de différents éléments de la carte :

- calibration des TDC terminée,
- verrouillage des PLL générant les différentes horloges,
- statut des régulateurs fournissant les tensions d'alimentation de la carte,
- lecture des identifiants du FPGA.

Ces différents registres sont accessibles, hors acquisition, par le slow control. Le dernier block est chargé de mettre en forme les données pour les transférer par :

- la fibre optique,
- l'IPBUS Ethernet,
- l'USB.

#### 5.5.2 Programme de configuration et d'acquisition de données

Le programme d'acquisition a, pour l'instant, été développé en C++ (interface graphique sous Qt) pour un fonctionnement en USB2. La figure ci-dessous montre l'interface utilisateur de ce programme. Il permet le chargement et la sauvegarde d'un fichier de configuration contenant :

- le seuil de chaque DFC,
- le walk de chaque DFC,
- les voies du détecteur diamant à activer,
- le type de trigger à utiliser (Trigger sur PM0 et Trigger sur PM1),
- les entrées logiques auxiliaires à activer (Test TDC0 à Test TDC3).

La configuration est automatiquement envoyée au FPGA lors du chargement du fichier. De même, toute modification d'une des valeurs des tableaux ou des cases à cocher est automatiquement envoyée au FPGA. Ce programme permet de lancer soit une acquisition longue avec temps mort et donc perte de certains événements, soit une acquisition courte sans perte d'événements. La taille de ces acquisitions sans perte est limitée par la profondeur de la mémoire FIFO d'acquisition embarquée dans le FPGA. Un algorithme permettant de déterminer de

ACQ hodoscope											
	Seuil X (mV)	Seuil Y (mV)		Walk X (mV)	Walk Y (mV)		Enable X	Enable Y	Load USB	Load Config	Save Config
Piste 0	-97.6	-135.1	Piste 0	-23.9	-40.6	Piste 0	P-ON	N-ON	CPLD ID	FPGA ID	POWER STATUS
Piste 1	-119.3	297.3	Piste 1	37.6	49.5	Piste 1	P-ON	N-ON	RESET FPGA	Start ACQ	Start flash ACQ
Piste 2	62.8	219.2	Piste 2	-12.7	-29.5	Piste 2	P-ON	N-ON			
Piste 3	222.1	77.3	Piste 3	-23.9	14.3	Piste 3	P-ON	N-ON	AUTO CAL		
Piste 4	89.0	-250.7	Piste 4	47.4	25.6	Piste 4	P-ON	N-ON	0	NB DECLENCHE	MENTS AUTORISES
Piste 5	251.0	-215.0	Piste 5	31.6	40.8	Piste 5	P-ON	N-ON	0	DUREE ACQUI:	
Piste 6	200.4	-205.4	Piste 6	-0.7	48.5	Piste 6	P-ON	N-ON	Trigger sur PM0		Clear LogBo
Piste 7	285.2	243.7	Piste 7	-24.2	35.6	Piste 7	P-ON	N-ON	Trigger sur PM1		TDC status
Piste 8	180.4	189.3	Piste 8	-43.0	48.0	Piste 8	P-ON	N-ON	Enable test TDC0		Read Lut
Piste 9	-179.9	284.0	Piste 9	-5.2	37.6	Piste 9	P-ON	N-ON	Enable test TDC1		
Piste 10	121.3	-220.4	Piste 10	-49.7	-34.8	Piste 10	P-ON	N-ON	Enable test TDC3		
Piste 11	-266.3	-274.7	Piste 11	-23.5	16.7	Piste 11	P-ON	N-ON			
Piste 12	-158.6	139.9	Piste 12	25.7	23.0	Piste 12	P-ON	N-ON			
Piste 13	-76.9	135.1	Piste 13	5.8	11.3	Piste 13	P-ON	N-ON	Table walks chargée		
Piste 14	-223.8	205.0	Piste 14	23.1	26.1	Piste 14	P-ON	N-ON	Ena change		
Piste 15	139.8	-128.8	Piste 15	15.0	-3.4	Piste 15	P-ON	N-ON	colonne = 0 add = 0		
Piste 16	-68.8	-40.8	Piste 16	43.6	11.4	Piste 16	P-ON	N-ON	param = 65535 et add param = 15 et add+1		
Piste 17	-279.8	-244.8	Piste 17	-33.9	-7.4	Piste 17	P-ON	N-ON	param = 65535 et add+2 param = 15 et add+3		
Piste 18	41.2	-37.2	Piste 18	46.2	42.2	Piste 18	P-ON	N-ON			
Piste 19	292.1	246.6	Piste 19	21.8	-49.7	Piste 19	P-ON	N-ON	Table ena chargée		
PM0   PM1	0.0	0.0	PM0   PM1	-42.9	-22.2	PM0   PM1	N-OFF	N-OFF	chad an and a ca		
									CheckBox chargées		
						Enab	ble all	Disable all			

FIGURE 5.18 – Capture d'écran de l'interface graphique utilisateur du programme d'acquisition.

façon automatique la valeur de chaque seuil et de chaque walk a également été implémenté (AUTO CAL). Le principe de cette auto-calibration est de déterminer le walk et le seuil pour chaque voie qui provoquent un certain nombre de déclenchements sur le bruit (NB DECLEN-CHEMENTS AUTORISES) pendant un temps donné (DUREE ACQUISITION). Finalement ce programme permet de vérifier si la calibration des TDC est terminées (TDC status) et faire l'acquisition de la LUT de chaque TDC (Read LUT). Les données d'acquisition sont sur 16 bits pour les LUT et sur 32 bits pour l'étiquetage spatial et temporel :

- 6 bits pour l'identification de la piste,
- 26 bits pour la valeur TDC.

### 5.6 Conclusions générales du chapitre

Les réalisations instrumentales liées à la conception de l'hodoscope faisceau en technologie diamant ont été présentées. Une électronique de lecture discrète qui compte un étage de préamplification suivi d'un DFC et d'une carte d'acquisition équipée d'un TDC permet le traitement des signaux de sortie des diamants. La résolution de ce TDC implanté sur un FPGA CYCLONE 10 est de 20 ps. Les diamants sont montés sur des cartes filles qui viennent se positionner sur une carte mère disposant de 40 voies d'électronique. Cet agencement va permettre de tester deux configurations : une mosaïque de 4 diamants monocristallins de dimension  $4,6 \times 4,6 \times 0,54$  mm<sup>3</sup> comptant au total 32 pistes ou un diamant polycristallin de dimension  $20 \times 20 \times 0,3$  mm<sup>3</sup> comptant au total 40 pistes. Pour la version ASIC développée en parallèle, seul le fonctionnement du TDC est validé à ce jour. La résolution temporelle est de 12 ps. Les tests de l'étage de préamplification sont en cours au moment de la soumission du manuscrit. À la différence de

l'électronique discrète, il est prévu de monter directement les diamants sur la carte qui comporte l'électronique afin de minimiser la longueur des pistes et donc de réduire les couplages capacitifs qui pourraient nuire aux performances de l'hodoscope.

222

Le retard pris du fait de l'épidémie de COVID 19 qui sévit actuellement ne permet pas des tests en faisceau avant la fin de l'année 2020. Cependant des tests en laboratoire ont permis de démontrer que les performances mesurées sont en accord avec le cahier des charges de l'hodoscope. Il est donc impossible en date de la soumission du manuscrit de pouvoir commenter plus en avant sur les performances effectives qu'atteindront les démonstrateurs.

On peut toutefois souligner que la grande majorité des développements techniques a été réalisée et que les démonstrateurs d'hodoscope diamant seront prochainement disponibles pour des caractérisations sous faisceaux d'ions avec une électronique et une acquisition intégrée. Elles doivent permettre d'obtenir dans les prochains mois un détecteur capable de réaliser un étiquetage en temps réel des ions en hadronthérapie, dans le cadre de la collaboration CLaRyS.

## Conclusions

Au cours de ce travail de thèse, les performances de détecteurs diamant pour l'étiquetage spatial et temporel d'ions à très haute résolution ont été évaluées. Il ressort des différentes caractérisations mises en place un certain nombre de conclusions sur les meilleurs candidats pour la constitution d'un hodoscope de faisceau.

Du point de vue des performances seules, les détecteurs diamant monocristallins représentent a priori le meilleur choix pour le développement d'un hodoscope. Les courants de fuite mesurés en laboratoire sont extrêmement faibles, permettant d'avoir des détecteurs dont le bruit de fond dépend essentiellement de celui induit par l'électronique de lecture. Ceci est particulièrement important dans le cas de mesures temporelles à haute résolution où les détecteurs opèrent à très haute fréquence. Ils présentent également une efficacité de collecte de charges complète qui permet de conserver un signal maximal alors que, du fait du grand gap du diamant, la charge générée par le passage d'un ion est intrinsèquement plus faible que pour les autres détecteurs semi-conducteurs. Leur résolution en énergie mesurée en laboratoire et l'homogénéité de leur réponse en courant sur leur surface les rend parfaitement indiqués pour la conception d'un moniteur de faisceau. Cette même résolution en énergie leur permet de compter le nombre d'ions à l'intérieur d'un paquet d'ions, permettant une mesure absolue de l'intensité du faisceau. Enfin, du fait de leur petite surface, de leur grande épaisseur (dans le cas présent) et de leur rapport signal-sur-bruit intrinsèquement meilleur que celui des autres qualités cristallines, les détecteurs diamant monocristallins démontrent des performances temporelles supérieures aux autres types de détecteurs diamant. Ces différents éléments ont montré que les détecteurs monocristallins permettent d'étiqueter temporellement des ions uniques avec une résolution inférieure à 100 ps  $(\sigma)$ , aussi bien avec des protons que des ions carbone, en adéquation totale avec les objectifs du projet CLaRyS-UFT. La détection ultra-rapide de photons gamma-prompts en coïncidence avec un détecteur diamant monocristallin à 101 ps ( $\sigma$ ) a apporté une preuve expérimentale de la faisabilité du concept introduit dans le projet qui encourage la poursuite des tests avec le démonstrateur.

Selon des considérations purement techniques, la principale limitation associée aux détecteurs monocristallins reste leur petite surface, ce qui nous a poussés à réaliser un démonstrateur basé sur l'assemblage de quatre échantillons individuels. Bien que cet assemblage nous permette de couvrir une surface de presque  $1 \text{ cm}^2$ , elle implique de réaliser un montage mécanique spécifique. De plus, si l'on souhaitait couvrir une surface supérieure, cette mosaïque pourrait difficilement être réalisée sans maintien mécanique interstitiel des échantillons, ce qui introduirait des zones mortes sur la surface de l'hodoscope. Par ailleurs, le cas d'un échantillon de diamant central entouré d'autres diamants pose la question de la collecte et du transport du signal jusqu'à l'électronique de lecture. En l'absence d'échantillons monocristallins disponibles dans de plus grandes tailles, développer un hodoscope de plusieurs cm<sup>2</sup> avec une mosaïque d'échantillons de  $4,6 \times 4,6 \text{ mm}^2$  constitue à l'heure actuelle un défi technique.

Les détecteurs polycristallins ne présentent pas d'aussi bonnes performances. La présence

de défauts structurels importants et la plus grande contamination des échantillons par des pièges de charges en comparaison avec les détecteurs monocristallins a un impact direct sur leurs propriétés de collecte de charges. Les mesures réalisées en laboratoire et sous faisceau de protons démontrent ainsi leur incapacité à produire une réponse spectroscopique avec une résolution satisfaisante, ce qui ne leur permet pas de dénombrer efficacement le contenu en nombre d'ions d'un paquet d'ions. Du fait de leur rapport signal-sur-bruit plus faible que les détecteurs monocristallins, ils démontrent également des performances temporelles plus faibles qui limitent leur utilisation pour l'étiquetage temporel de protons uniques selon les critères définis par CLaRyS-UFT.

Toutefois, du fait du dépôt d'énergie très élevé des ions carbone, la résolution temporelle des détecteurs polycristallins est excellente pour la détection d'ions carbone uniques. La cartographie de la réponse en courant sur leur surface montre également que si des variations locales importantes du signal peuvent être observées, la réponse des détecteurs polycristallins reste globalement homogène. Les mesures temporelles réalisées avec le micro-faisceau de rayons X ont également mis en évidence que pour un dépôt d'énergie correspondant à une valeur intermédiaire entre celui d'un proton unique et celui d'un ion carbone, la réponse du détecteur polycristallin à pistes pouvait, au moins localement, répondre au cahier des charges du projet CLaRyS-UFT. Lors de cette expérience et avec le même détecteur, nous avons pu mettre en évidence le défaut de collecte de charges dans les inter-pistes de 100 µm ce qui a guidé notre décision d'équiper les démonstrateurs de pistes séparées de 50 µm. Nous avons également pu prouver expérimentalement que l'efficacité de détection sans ambiguïté d'un proton unique de 68 MeV était très proche de 100% avec des échantillons polycristallins produits par différents fournisseurs. Dans le cas d'une utilisation à haute intensité, les détecteurs polycristallins semblent montrer un avantage par rapport aux détecteurs monocristallins. Du fait de leurs signaux plus brefs, ils démontrent une dérive du signal dans le temps moindre que les détecteurs monocristallins et sont donc également moins exposés au risque d'empilements de signaux sur des accélérateurs à 100 MHz. De tels empilements seraient d'ailleurs susceptibles de dégrader l'efficacité de détection de l'hodoscope. Enfin, à très haute intensité, le défaut de collecte de charges des détecteurs polycristallins peut même s'avérer être avantageux, apportant de facto une atténuation du signal idéal leur permettant d'être utilisés sur une plus grande gamme dynamique. Pour toutes ces raisons, les détecteurs polycristallins peuvent être utilisés pour le monitoring du faisceau de protons à intensité clinique. Mais plus encore, ils présentent toutes les qualités nécessaires pour leur utilisation comme hodoscope de faisceau au sens du projet CLaRyS-UFT pour la carbonethérapie. De plus, compte-tenu de leur plus grande taille, développer un hodoscope faisceau en diamant polycristallin couvrant toute la surface d'un spot délivré par *Pencil Beam Scanning* (PBS) apparaît comme étant réalisable. Du point de vue de la réponse temporelle d'un tel hodoscope, la plus grande capacité du détecteur causée par sa surface métallisée serait compensée par la segmentation de cette surface en pistes.

Les détecteurs diamant-sur-iridium démontrent, quant à eux, des performances mitigées. En ce qui concerne l'échantillon de l'Université d'Augsburg, il montre une efficacité de collecte de charges qui n'est qu'une fraction de celle d'un détecteur monocristallin. Pour autant il conserve une résolution en énergie très supérieure aux détecteurs polycristallins. Le balayage de sa surface avec le micro-faisceau de rayons X met en évidence de fortes variations de sa réponse en courant et selon des régions bien circonscrites de courant élevé ou faible. Cette propriété constatée est rédhibitoire pour l'étiquetage spatial et temporel d'ions uniques. En effet, la cartographie du détecteur montre que sa réponse dépend du lieu de passage de l'ion dans le détecteur. Utiliser un détecteur DOI pour réaliser un hodoscope faisceau impliquerait donc des procédures de calibration spatiale très fastidieuses et qui seraient par ailleurs non reproductibles d'un échantillon à l'autre. Pour autant, les très bonnes performances temporelles de cet échantillon DOI nous ont mené à l'utiliser en binôme avec un détecteur monocristallin. Ils constituent à eux deux un couple de détecteurs de référence qui nous a permis, au cours des différents tests, d'établir des mesures dont on a pu se servir pour comparer la réponse des détecteurs en fonction des conditions d'irradiation. Les échantillons délivrés par Audiatec démontrent, pour leur part, dans l'ensemble des performances décevantes et une efficacité de détection trop faible pour être acceptable dans le cadre du projet. D'une manière générale, on a pu constater des variations importantes de la réponse des échantillons DOI, d'un échantillon à l'autre. Cette hétérogénéité provient du manque de reproductibilité dont souffrent encore actuellement les méthodes de croissance par hétéroépitaxie sur substrat d'iridium. Pour ces différentes raisons, nous avons donc choisi de ne pas retenir les détecteurs DOI comme candidats acceptables pour le développement des démonstrateurs d'hodoscope.

D'un point de vue plus global, ce travail de thèse a permis d'apporter les premiers éléments de réponse pour la conception d'un hodoscope diamant pour le contrôle en ligne de la hadronthérapie. La caractérisation des échantillons a nécessité le développement de bancs de tests en laboratoire que la collaboration pourra continuer à exploiter pour les futurs développements liés au projet. Les différentes caractérisations sur faisceau d'ions ont permis de montrer la faisabilité d'un étiquetage temporel à 100 ps ( $\sigma$ ) avec des détecteurs diamant. Ils ont par ailleurs largement contribué à apporter la première preuve expérimentale de l'intérêt d'une très haute résolution temporelle pour l'amélioration des systèmes de vérification du parcours des ions basés sur la détection de photons gamma-prompts. Les démonstrateurs qui sont en cours d'assemblage au moment où cette thèse est rédigée devront également être caractérisés avec l'électronique de lecture et le système d'acquisition sur des faisceaux d'ions. Un premier test des démonstrateurs seuls est prévu pour décembre 2020 au cyclotron ARRONAX. En 2021, il est également prévu que l'hodoscope soit intégré au châssis  $\mu$ TCA de la collaboration CLaRyS via la carte AMC40, permettant ainsi le déroulement d'un test au Centre Antoine Lacassagne avec l'ensemble du système de détection gamma-prompt.

Du point de vue des démonstrateurs eux-mêmes, plusieurs caractérisations et optimisations sont encore réalisables. Les études menées durant cette thèse ont été limitées à l'utilisation de faisceaux de protons de 68 MeV et d'ions carbone de 95 MeV  $\cdot u^{-1}$ . En considérant que dans un cas comme dans l'autre l'énergie des ions est proche de la limite inférieure de la gamme d'énergie utilisée en hadronthérapie, le dépôt d'énergie et donc le rapport signal-sur-bruit était maximal (en considérant des faisceaux d'ions uniques). On s'attend donc à ce que les performances ayant été mesurées soient optimales. Pour garantir le respect du cahier des charges du projet CLaRyS-UFT, l'efficacité de détection et la résolution temporelle des démonstrateurs devra être évaluée sur toute la gamme d'énergie des protons et des ions carbone telle qu'elle est définie en hadronthérapie. En ce qui concerne la résolution temporelle, la mesure réalisée en laboratoire avec des électrons de haute énergie et ayant permis d'obtenir une valeur de 170 ps  $(\sigma)$  tend à montrer que l'objectif des 100 ps  $(\sigma)$  est réaliste sur toute la gamme d'énergie. Afin de permettre le bon fonctionnement de la méthode, ces démonstrateurs devront conserver ces performances à haute énergie, là où le dépôt d'énergie est minimal dans les détecteurs. D'autre part, les effets de la dégradation et de la diffusion du faisceau primaire induite par la présence de l'hodoscope faisceau diamant devront être évaluées. Le diamant est un matériau très dense susceptible de causer une diffusion importante du faisceau<sup>1</sup>. Bien qu'elle puisse être limitée en plaçant l'hodoscope au plus près du patient pour limiter la diffusion, celle-ci devra être prise en compte. Une optimisation de l'épaisseur des échantillons pour offrir le meilleur compromis entre performances et diffusion du faisceau est également à considérer. Par ailleurs, l'optimisation de la qualité des contacts déposés sur les détecteurs devra également être étudiée pour déterminer le type de contact optimal pour la constitution de l'hodoscope.

De manière très générale, le développement d'un moniteur de faisceau en diamant peut représenter un intérêt particulier pour d'autres configurations cliniques. En particulier, l'émergence des méthodes d'irradiation FLASH mettent en évidence la nécessité de développer des systèmes de monitoring du faisceau qui soient capables de supporter des débits de dose très élevés sur des temps très courts. Du fait de sa réponse rapide et de sa résistance aux radiations, les détecteurs diamant peuvent représenter une technologie d'intérêt dans ce contexte. Un développement du type de l'hodoscope faisceau en diamant pourrait très bien s'adapter aux irradiations FLASH. Une électronique de lecture dédiée devrait alors être développée pour supporter un courant très élevé. Un système basé sur un volume sensible en diamant synthétique couplé à un convertisseur charge-numérique (QDC) pourrait permettre le monitoring en ligne des faisceaux d'ions à très haut débit de dose. Dans le même esprit, l'hodoscope diamant pourrait permettre d'apporter une solution au monitoring des faisceaux d'ions délivrés par les accélérateurs synchro-cyclotron utilisés en hadronthérapie. À intensité clinique, ces accélérateurs délivrent des impulsions de plusieurs nanosecondes qui contiennent quelques milliers de protons, avec des interruptions relativement brèves (quelques nanosecondes également) entre chaque impulsion. Un moniteur du type de l'hodoscope faisceau diamant de CLaRyS pourrait permettre de détecter individuellement chaque impulsion avec une bonne résistance aux niveaux de radiation causés par les fortes intensités crêtes dans les impulsions délivrées dans le faisceau.

 $<sup>^1</sup>$   $\$  limitée toute fois par la faible masse atomique du carbone

## Annexe

### .1 Description détaillée du convertisseur temps-numérique (TDC) implémenté dans le FPGA

Ce convertisseur temps-numérique a été développé au sein du Service Électronique du LPSC par Laurent Gallin-Martel. La figure .19 montre le principe de fonctionnement simplifié de ce type de TDC. La ligne de retards reçoit en entrée le signal (HIT sur la figure .19) issu du discriminateur DFC pour lequel un étiquetage temporel doit être effectué. L'état de la ligne est mémorisé à chaque front montant de l'horloge CK (horloge interne au TDC) ce qui permet de déterminer la position du signal HIT dans la ligne et donc son retard par rapport au front montant de CK. Le code thermométrique de l'étage de mémorisation est converti en code binaire par le block ENCODEUR fournissant la mesure fine du temps comprise dans une période de CK. Le block COMPTEUR permet d'étendre la dynamique de la mesure en fournissant un temps grossier qui représente le nombre de périodes de CK comptées depuis le début de la mesure. Dans le cas de l'hodoscope diamant le temps fin est codé sur 8 bits et le temps grossier sur 18 bits. Le temps mort de ce TDC est de 10 ns.



FIGURE .19 – Schéma de principe du TDC implémenté dans le FPGA.

Dans le FPGA un élément retard est obtenu en utilisant le retard entre la retenue entrante (Cin) et la retenue sortante (Cout) d'un additionneur. La ligne de retards ainsi obtenue est l'élément le plus critique du TDC. Il est nécessaire que la bascule DFF (D Flip-Flop) de mémorisation soit située dans la même cellule logique que l'additionneur auquel elle est associée et également que les cellules logiques soient placées côte à côte par le logiciel de placement-routage dans le même ordre que celui de la ligne que l'on veut obtenir. La description VHDL de la ligne, différente pour chaque famille de FPGA, permet de respecter ces deux conditions. Pour que ce type de TDC fonctionne il faut, de plus, que le retard total de la ligne soit plus grand que la



période de l'horloge CK. La figure ci-dessous montre la ligne de retards constituée de cellules logiques.

FIGURE .20 – Schéma de principe de la ligne de retards et du dispositif de calibration du TDC.

En absence de signal HIT toutes les sorties DL(x) de la ligne sont à 1 (figure .20). La figure .21 montre l'état des DL(x) lorsqu'un HIT est injecté dans la ligne.



FIGURE .21 – Évolution des sorties de la ligne quand un HIT est injecté

Lorsque la retenue se propage, les sorties DL passent à 0 les unes après les autres. L'encodeur localise la transition de 0 à 1 dans le code thermométrique formé par les DL et convertit ce code en code binaire. Ce type de développement ne respecte pas les 'règles de bonnes pratiques" de conception pour un FPGA. En conséquence, le retard  $\Delta t$  entre chaque Cin et Cout ainsi que le retard entre chaque cellule logique et l'encodeur ne peuvent être déterminés par le logiciel propriétaire de conception et ne sont pas connus a priori. Il est donc nécessaire d'effectuer une calibration du TDC. Un multiplexeur (MUX) permet d'injecter une horloge de calibration CALIB à la place du signal HIT. Cette horloge doit être non corrélée avec l'horloge CK du TDC. La première phase de la calibration consiste à construire l'histogramme des codes de sortie de l'encodeur quand le signal CALIB est injecté. Cet histogramme est construit dans une mémoire RAM dédiée dans le FPGA. Dans la deuxième phase les contenus des bins de l'histogramme sont sommés (intégration de l'histogramme) pour obtenir une Look Up Table (LUT) stockée dans la même mémoire RAM. Cette LUT contient l'étiquetage temporel sur 16 bits pour chaque code de l'encodeur. Le logiciel de configuration et d'acquisition de données permet en plus de lire la LUT de chaque TDC implémenté dans le FPGA. La figure .22 montre la LUT d'un TDC quand 65536 fronts montants de CALIB ont été injectés dans la ligne.



FIGURE .22 – LUT d'un TDC implémenté dans le FPGA.

Visualiser la LUT permet de vérifier que la durée totale de la ligne est assez grande (donc le nombre de cellules logiques) car la valeur 65535 est atteinte. L'aspect relativement linéaire des données de la LUT sur une période de CK montre que le TDC fonctionne correctement. Cette courbe n'est néanmoins pas parfaitement linéaire, ceci est dû au fait que les retards des additionneurs ainsi que les retards entre chaque cellule logique et l'encodeur ne sont pas égaux d'une cellule à l'autre. Compte tenu de ces non-linéarités, conserver un étiquetage temporel sur 16 bits n'est pas nécessaire et seuls les 8 bits de poids fort sont transmis à l'acquisition. Dans ces conditions et pour une horloge CK de fréquence  $f_{CK}$  400 MHz (avec  $T_{CK} = 1/f_{CK}$ ), la valeur du pas de quantification (LSB) du TDC est donné par :

$$LSB = \frac{T_{CK}}{2^8} = \frac{2.5 \,\mathrm{ns}}{256} \approx 10 \,\mathrm{ps} \,.$$
 (.1)

Pour estimer la résolution en temps deux TDC recevant le même signal HIT sont implémentés dans le FPGA. La résolution en temps  $\sigma_{TDC}$  est alors donnée par :

$$\sigma_{TDC} = \frac{STD}{\sqrt{2}} \left( TDC_2 - TDC_1 \right) \,. \tag{.2}$$

Les tests ont montré que cette résolution en temps est comprise entre 15 et 20 ps RMS.

### .2 Description du préamplificateur transimpédance en technologie CMOS 130 nm

Le préamplificateur transimpédance présenté dans cette section a été développé au Service Électronique du LPSC par Fatah Ellah Rarbi. Il existe différents types d'amplificateur TIA comme illustré sur la figure .23 (Gauche) et (Droite).



FIGURE .23 – Schéma du TIA en boucle fermée (Gauche) et en boucle ouverte (Droite).

Dans le montage de la figure .23 (Gauche), le gain de conversion V/I est principalement défini par la résistance R3. Dans ce montage, la principale source de bruit est le transistor d'entrée M0. La branche M0-M1 et R1 correspond à un montage source commune avec M1 qui joue le rôle de cascode permettant d'augmenter l'impédance de sortie du montage et donc le gain de l'amplificateur. La branche M2 et R2 joue le rôle de branche auxiliaire. Cela permet de réduire le courant dans la branche principale pour garantir une dynamique en sortie suffisante. Le courant supplémentaire nécessaire est ainsi fourni par la branche auxiliaire. L'amplificateur TIA de la figure .23 (Droite) est un système en boucle ouverte constitué de trois étages : le premier étage est un montage « super grille commune » composé des transistors M0-M2 et des résistances R1 et R2. Les deux étages suivants sont des amplificateurs « source commune » (M3-R3-R4 d'une part et M4-R5 d'autre part). Ces derniers permettent d'amplifier le signal tout en garantissant une bande passante suffisante pour l'application (500 MHz environ). Dans ce montage, la principale source de bruit est le transistor M0.

Les résultats de simulations menées avec la suite CADENCE avec les éléments parasites (liées au layout : R et C) démontrent un *jitter* d'environ 100 ps avec une charge en entrée de 3 fC.

### .3 Description détaillée du TDC intégré en technologie CMOS 130 nm

Ce convertisseur temps-numérique a été développé au sein du Service Électronique du Laboratoire de Physique Corpusculaire de Caen, dans le cadre du projet R&T transverse IN2P3 DIAMASIC, par Laurent Leterrier et Sébastien Drouet. Son schéma de principe est montré dans la figure .24. Chaque élément retard est constitué de deux inverseurs logiques en série dont il est possible de contrôler le retard par la tension Vc (current starved inverter). Cette tension Vc détermine le courant que l'inverseur peut fournir en sortie et donc le temps qu'il lui faudra, lors d'un changement de niveau logique, pour charger ou décharger le condensateur qui est connecté à sa sortie (capacité d'entrée de l'inverseur suivant + capacité parasite des pistes de routage). Cette ligne fait partie d'une boucle à verrouillage de retard (DLL) qui est un asservissement garantissant que le retard total de la ligne soit égal à une période de l'horloge CK interne du TDC. Dans ce type de TDC l'horloge CK est injectée dans la ligne et le signal HIT est utilisé pour mémoriser l'état de cette dernière et donc la valeur du retard par rapport au dernier front montant de CK. La DLL est constituée de la ligne elle-même, d'un détecteur de phase dont la sortie logique est une image du retard entre ses deux entrées et d'une pompe de charge convertissant le signal logique du détecteur de phase en une tension Vc pour le contrôle du retard des inverseurs de la ligne. Dans ce développement la ligne contient 64 éléments retard ( $NB_{ret}$ ). Un étage d'interpolation, basé sur un double échantillonnage de la ligne, permet de diviser par deux le retard élémentaire. La sortie de l'interpolateur est mémorisée sur les fronts montants du signal HIT et un encodeur est chargé de convertir la sortie de l'étage de mémorisation en code binaire sur 7 bits représentant la mesure fine du temps. Un compteur 16 bits fournit le temps grossier. Ce TDC contient également dans cette version de prototypage une mémoire FIFO (non représentée sur la figure .24) pouvant stocker 2 événements.



FIGURE .24 – Schéma de principe du TDC intégré en technologie CMOS 130 nm.

La résolution temporelle théorique de ce type de TDC est inversement proportionnelle à la valeur de la fréquence de CK ( $f_{CK}$ ). Dans le cas du TDC développé au LPC la gamme de verrouillage de la DLL s'étend de 160 MHz à 240 MHz. La valeur du retard élémentaire après interpolation Rel est donnée a par :

$$R_{el} = \frac{1}{2} \times \frac{1}{NB_{ret} \times f_{ck}} \,. \tag{.3}$$

La valeur du retard élémentaire est de 49 ps pour  $f_{CK} = 160$  MHz et de 33 ps pour  $f_{CK} = 240$  MHz.

La résolution temporelle RMS théorique Res est alors donnée par :

$$Res = \frac{R_{el}}{\sqrt{12}} \,. \tag{.4}$$

La résolution RMS théorique est donc de 14 ps pour  $f_{CK} = 160$  MHz et de 9.5 ps pour  $f_{CK} = 240$  MHz. La figure ci-après montre la résolution en temps mesurée sur ce TDC pour ces deux valeurs de  $f_{CK}$ .



FIGURE .25

Dans ces histogrammes la résolution est exprimée en fraction de LSB du TDC donc en fraction du retard élémentaire Rel. La résolution en temps RMS est donc, pour  $f_{CK} = 160$  MHz de 17 ps (14 ps théorique) et de 12 ps pour  $f_{CK} = 240$  MHz (9.5 ps théorique). Ce TDC présente un temps mort de 10 ns.

# .4 Récapitulatif des résultats de résolution temporelle et d'efficacité obtenus

TABLE .2 – Récapitulatif des mesures de résolution temps-de-vol obtenues dans les différentesconditions expérimentales présentées dans ce document.

Diamant D1 VS D2	Fournisseur	Dimensions (mm <sup>3</sup> )	Capacité calculée (pF)	Particule	Énergie de la particule (MeV)	Dépôt d'énergie par particule/ (MeV)	Signaux somme utilisés?	$\begin{array}{c} \text{Résolution} \\ \text{temps-de-vol} \\ \text{mesurée} \\ (\text{ps } \sigma) \end{array}$
sCVD sCVD	E6	$4,5 \times 4,5 \times 0,517$	0,7	electron de la source <sup>90</sup> Sr	$\sim MIP$	$\sim 0,3$	1	240
	Augsburg E6	$5 \times 5 \times 0,3$	$1,2 \\ 0,7$	proton	proton 68		1	94
DOI sCVD		$4,5 \times 4,5 \times 0,517$		ion carbone	1140	25 44	X	13
	Audiatec E6	$5 \times 5 \times 0,3$ $4,5 \times 4,5 \times 0,517$	$1,2 \\ 0,7$	impulsion de rayons X (sans atténuateur)	$8{,}53\cdot10^{-3}$	$3,4 \\ 3,3$	DOI seulement	58
	E6 E6	$10 \times 10 \times 0.3$ $4.5 \times 4.5 \times 0.517$	$^{6,5}_{0,7}$	5 7		1,0 1,6	1	207
pCVD sCVD	E6 II-VI	$\begin{array}{c} 10 \times 10 \times 0.5 \\ 4.5 \times 4.5 \times 0.517 \end{array}$	$^{6,5}_{0,7}$	proton	68	$1,6 \\ 1,6$	1	212
	E6 DDK	$5 \times 5 \times 0.3$ $4.5 \times 4.5 \times 0.517$	$^{6,5}_{0,7}$			1,0 1,6	1	174
pCVD pCVD	E6 E6	$\begin{array}{c} 20 \times 20 \times 0.5 \\ 10 \times 10 \times 0.3 \end{array}$	20 6,5	ion carbone	1140	44 25	×	66

TABLE .3 – Mesures de résolution sur le temps-de-vol ion+ $\gamma_{prompt}$  obtenues.

Détecteurs	Ions incidents	Énergie des ions	Résolution temps-de-vol ion + $\gamma_{prompt}$ mesurée
			$(ps \sigma)$
sCVD			101
$BaF_2$	proton	$68 { m MeV}$	101
sCVD			141
$LaBr_3(Ce)$			111

TABLE .4 – Mesures de résolution temporelle intrinsèque entre les deux faces de différents détecteurs testés sur la ligne ID21 de l'ESRF.

Détecteur	$\begin{array}{c} \text{Dimensions} \\ (\text{mm}^3) \end{array}$	Métallisation	Particule	Énergie de la particule (keV)	Dépôt d'énergie par impulsion (MeV)	Résolution temporelle mesurée entre les signaux des deux faces (ps $\sigma$ )
DOI Augsburg	$5 \times 5 \times 0.3$	Disque Al	impulsion de rayons X	Q 53	3.3	58
DOI Audiatec	$5 \times 5 \times 0.3$	Disque Al	(sans atténuation)	0,00	0,0	75
pCVD Element6	$10 \times 10 \times 0.3$	Pistes Al				150*

\*avec une dispersion statistique (écart-type) de  $\pm 87$  ps due à la variation de la réponse du détecteur en fonction de la zone irradiée par le micro-faisceau de rayons X.

TABLE .5 – Récapitulatif des mesures d'efficacité de détection de protons de 68 MeV.

Diamant	Fournisseur	$\begin{array}{c} \text{Dimensions} \\ (\text{mm}^3) \end{array}$	Particule	Énergie de la particule (MeV)	Efficacité de détection à 2 MeV (signaux faces)	Efficacité de détection à 2 MeV (signaux somme)	Efficacité de détection de protons uniques
DOI	Audiatec	$10 \times 10 \times 0,3$			face avant : $63\%$ face arrière : $61\%$	89%	non évalué
pCVD	E6	$10 \times 10 \times 0,3$	proton	68	face avant : 83% face arrière : 97%	97%	98%
pCVD	II-VI	$10 \times 10 \times 0{,}5$			non évalué	non évalué $(\text{supposé} \gtrsim 97\%)$	97%
pCVD	DDK	$5 \times 5 \times 0,3$			non évalué	$\begin{array}{c} \text{non \'evalu\'e} \\ (\text{suppos\'e} \gtrsim 97\%) \end{array}$	97%

## Bibliographie

[Adamczewski-Musch, 2017]
 Cité dans les sections 2.5.2, 2.20, et .4
 Adamczewski-Musch J., Arnold O., Behnke C., Belounnas A., Belyaev A., et al. (2017).
 A facility for pion-induced nuclear reaction studies with HADES.
 The European Physical Journal A, 53(9):188.

#### [Agakichiev, 2009]

Agakichiev G., Agodi C., Alvarez-Pol H., Atkin E., Badura E., et al. (2009). The high-acceptance dielectron spectrometer HADES. *The European Physical Journal A*, 41(2):243–277.

#### [Agostinelli, 2003]

Agostinelli S., Allison J., Amako K., Apostolakis J., Araujo H., et al. (2003). GEANT4 - A simulation toolkit. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 506(3):250–303.

#### [Allegrini, 2020]

Allegrini O., Cachemiche J.-P., Caplan C., Barlus B., Chen X., et al. (2020). Characterization of a beam tagging hodoscope for hadrontherapy monitoring. article soumis pour publication.

#### [Allison, 2016]

Allison J., Amako K., Apostolakis J., Arce P., Asai M., et al. (2016).
Recent developments in GEANT4.
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 835:186–225.

#### [Anelli, 2008]

Anelli G., Antchev G., Aspell P., Avati V., Bagliesi M. G., et al. (2008). The TOTEM experiment at the CERN Large Hadron Collider. *Journal of Instrumentation*, 3(08):S08007–S08007.

#### [Anghinolfi, 2004]

Anghinolfi F., Jarron P., Martemiyanov A. N., Usenko E., Wenninger H., et al. (2004). NINO : An ultra-fast and low-power front-end amplifier/discriminator ASIC designed for the multigap resistive plate chamber.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 533(1-2):183-187.

Cité section 2.5.2

Cité section 2.5.3

Cité section 2.5.2

Cité section 1.2.2.1

Cité section 1.3.2.3

Cité section 1.2.2.1

[Antchev, 2017]

Antchev G., Aspell P., Atanassov I., Avati V., Baechler J., et al. (2017). Diamond detectors for the TOTEM timing upgrade. Journal of Instrumentation, 12(3):P03007–P03007.

[Bachmair, 2015]

Bachmair F., Bäni L., Bergonzo P., Caylar B., Forcolin G., et al. (2015). A 3D diamond detector for particle tracking. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 786:97–104.

[Balmer, 2009]

Balmer R. S., Brandon J. R., Clewes S. L., Dhillon H. K., Dodson J. M., et al. (2009). Chemical vapour deposition synthetic diamond : Materials, technology and applications. Journal of Physics Condensed Matter, 21(36):364221.

[Barberet, 2017]

Barberet P., Pomorski M., Muggiolu G., Torfeh E., Claverie G., et al. (2017). Cell micro-irradiation with mev protons counted by an ultra-thin diamond membrane. Applied Physics Letters, 111(24):243701.

[Bauer, 1996]

Bauer C., Baumann I., Colledani C., Conway J., Delpierre P., et al. (1996). Recent results from the rd42 diamond detector collaboration. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 383(1):64 - 74. Development and Application of Semiconductor Tracking Detectors.

[Beliuskina, 2017]

Beliuskina O., Strekalovsky A. O., Aleksandrov A. A., Aleksandrova I. A., Devaraja H. M., et al. (2017).

Pulse-height defect in single-crystal CVD diamond detectors. European Physical Journal A, 53(2).

[Bentele, 2016]

Bentele B., Cumalat J., Schaeffer D., Wagner S., Riley G., et al. (2016).

Rate dependence, polarization, and light sensitivity of neutron-irradiated scCVD diamond sensors.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 838:74 – 81.

[Berdermann, 2019]

Cité dans les sections 2.2.3.3, 2.7, 3.3.1.1, 3.4.2, et 3.4.3

Cité dans les sections 2.5.2, 2.21, 3.5.2.5, et .4

Cité dans les sections 2.18, 2.4.2, et .4

Cité dans les sections 2.4.1, 2.17, et .4

Cité section 2.2.2

Cité section 3.5

Cité section 2.3.2.5

Cité section 2.3.2.3

Berdermann E., Afanaciev K., Ciobanu M., Fischer M., Gsell S., et al. (2019). Progress in detector properties of heteroepitaxial diamond grown by chemical vapor deposition on Ir/YSZ/Si(001) wafers. *Diamond and Related Materials*, 97:107420.

#### [Berdermann, 2009]

Berdermann E., Ciobanu M., Herrmann N., Hildenbrand K. D., Kiš M., et al. (2009). Diamond start detectors. 2009 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record (NSS/MIC), pages 407–411.

#### [Berdermann, 2010]

Berdermann E., Pomorski M., de Boer W., Ciobanu M., Dunst S., et al. (2010). Diamond detectors for hadron physics research. Diamond and Related Materials, 19(5-6):358-367.

#### [Bergonzo, 2007]

Bergonzo P., Tromson D., Descamps C., Hamrita H., Mer C., et al. (2007). Improving diamond detectors : A device case. Diamond and Related Materials, 16(4-7 SPEC. ISS.):1038–1043.

[Berretti, 2017a]

Cité dans les sections 2.21, 2.5.2, et .4

Cité dans les sections 2.21, 2.5.2, et .4

Berretti M. (2017a).

The diamond time of flight detector of the TOTEM experiment. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 845:29–32.

[Berretti, 2017b]

Berretti M., Bossini E., Bozzo M., Georgiev V., Isidori T., et al. (2017b). Timing performance of a double layer diamond detector. Journal of Instrumentation, 12(03):P03026–P03026.

#### [Berretti, 2015]

#### Cité section 3.5.2.3

Cité section 5.1

Berretti M., Bossini E., and Minafra N. (2015). Timing performance of diamond detectors with Charge Sensitive Amplifier readout. Technical Report September, CERN.

#### [Bertuccio, 1995]

Bertuccio G. and Pullia A. (1995).

An hemt input charge preamplifier for nanoseconds signal processing time. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 42(2):66-72.

#### [Bethe, 1930]

Cité dans les sections 1.1.1 et 2.3.1.2

Bethe H. (1930). Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie.

Cité section 2.5.2

Cité section 2.5.2

Cité section 2.3.2.3

Cité section 1.2.1.3

Annalen der Physik, 397(3):325-400.

[Bisogni, 2016]

Bisogni M. G., Attili A., Battistoni G., Belcari N., Camarlinghi N., et al. (2016). INSIDE in-beam positron emission tomography system for particle range monitoring in hadrontherapy.

Journal of Medical Imaging, 4(1):1 - 12.

[Bloch, 1933]

Bloch F. (1933).

Zur Bremsung rasch bewegter Teilchen beim Durchgang durch Materie. Annalen der Physik, 408(3):285–320.

[Bossini, 2020a]

Bossini E. (2020a).

The CMS Precision Proton Spectrometer timing system : performance in Run 2, future upgrades and sensor radiation hardness studies. Journal of Instrumentation, 15(05):C05054-C05054.

[Bossini, 2020b]

Cité dans les sections 2.5.2, 2.20, 2.21, 2.5.2, et .4

Bossini E. and Minafra N. (2020b). Diamond Detectors for Timing Measurements in High Energy Physics. *Frontiers in Physics*, 8:248.

[Breeding, 2009]

Breeding C. M. and Shigley J. E. (2009).
The Type Classification System of Diamonds and Its Importance in Gemology.
Gems & Gemology, 45(2):96–111.

[Breton, 2014]

Breton D., Delagnes E., Maalmi J., and Rusquart P. (2014). The WaveCatcher Family of SCA-Based 12-Bit 3.2-GS/s Fast Digitizers. RT2014 - 19th Real-Time Conference. Poster.

[Brun, 1997]

Brun R. and Rademakers F. (1997).
ROOT - An object oriented data analysis framework.
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 389(1-2):81-86.

Cité section 2.5.2

Cité dans les sections 1.1.1 et 2.3.1.2

Cité dans les sections 2.2 et .4

Cité section 3.1

Cité section 3.5.2.3

Bucciolini M., De Angelis C., and Talamonti C. (2014). 8.15 - Diamond Detectors for Dosimetry. In Brahme A., editor, Comprehensive Biomedical Physics, pages 229 – 248. Elsevier, Oxford.

[Canali, 1979]

Cité dans les sections 3.3.1.1 et 3.3.1.4 Canali C., Gatti E., Kozlov S. F., Manfredi P. F., Manfredotti C., et al. (1979). Electrical properties and performances of natural diamond nuclear radiation detectors. Nuclear Instruments and Methods, 160(1):73–77.

[Canali, 1975]

Canali C., Majni G., Minder R., and Ottaviani G. (1975).

Electron and hole drift velocity measurements in silicon and their empirical relation to electric field and temperature.

*IEEE Transactions on Electron Devices*, 22(11):1045–1047.

[Caplan, 2019]

Caplan C., Allegrini O., Cachemiche J., Carlus B., Chenand D. Dauvergne X., et al. (2019).

A µTCA Back-End Firmware for Data Acquisition and Slow Control of the CLaRyS Compton Camera.

2019 IEEE Nuclear Science Symposium and Medical Imaging Conference (NSS/MIC), pages 1 - 4.

[Caughey, 1967]

Caughey D. M. and Thomas R. E. (1967). Carrier Mobilities in Silicon Empirically Related to Doping and Field. *Proceedings of the IEEE*, 55(12):2192–2193.

[Caylar, 2013]

Caylar B., Pomorski M., and Bergonzo P. (2013). Laser-processed three dimensional graphitic electrodes for diamond radiation detectors. Applied Physics Letters, 103(4):043504.

[Cazzaniga, 2014]

Cazzaniga C., Sundén E. A., Binda F., Croci G., Ericsson G., et al. (2014). Single crystal diamond detector measurements of deuterium-deuterium and deuteriumtritium neutrons in joint european torus fusion plasmas. *Review of Scientific Instruments*, 85(4):043506.

[Cesaroni, 2019]

Cesaroni S., Marinelli M., Milani E., Prestopino G., Verona C., et al. (2019).  $\Delta E$ -E single crystal diamond based telescope.

Cité section 3.3.1.4

Cité section 2.4.2

Cité section 2.3.1.4

Cité section 2.4.1

Cité section 3.3.1.4

Cité dans les sections 5.2 et 5.5.1

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 947:162744.

[Chen, 2017]

Chen X., Carlus B., Caplan C., Caponetto L., Cachemiche J., et al. (2017). A data acquisition system for a beam-tagging hodoscope used in hadrontherapy monitoring. 2017 IEEE Nuclear Science Symposium and Medical Imaging Conference (NSS/MIC), pages 1-4.

[Chen, 2019]

Chen X., Lin-Ma X., Combaret C., Mirabito L., Lu G.-N., et al. (2019). Improved Tapped-Delay-Line Time-to-Digital Converter with Time-over-Threshold measurement for a new generation of Resistive Plate Chamber detectors. Proceedings of Topical Workshop on Electronics for Particle Physics — PoS(TWEPP2018), 343:141.

[Chernykh, 2020]

Chernykh S. V., Chernykh A. V., Tarelkin S. A., Kondakov M. N., Shcherbachev K. D., et al. (2020).

High-Pressure High-Temperature Single-Crystal Diamond Type IIa Characterization for Particle Detectors.

physica status solidi (a), 217(8):1900888.

[Ciobanu, 2011]

Cité dans les sections 2.5.2, 2.5.2, 3.5.2.5, 4.3.1.2, et 4.3.1.2

Ciobanu M., Berdermann E., Herrmann N., Hildenbrand K. D., Kiš M., et al. (2011). In-beam diamond start detectors.

IEEE Transactions on Nuclear Science, 58(4 PART 2):2073–2083.

[Ciobanu, 2008]

Cité section 2.5.3

Cité section 4.1.1

Cité section 1.2.2.1

Ciobanu M., Herrmann N., Hildenbrand K. D., Kiš M., and Schüttauf A. (2008). PADI, a fast preamplifier - Discriminator for time-of-flight measurements. IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record, pages 2018–2024.

#### [Cotte, 2017]

Cotte M., Pouyet E., Salomé M., Rivard C., De Nolf W., et al. (2017). The ID21 x-ray and infrared microscopy beamline at the ESRF : status and recent applications to artistic materials. J. Anal. At. Spectrom., 32:477–493.

[Dal Bello, 2020]

Dal Bello R., Magalhaes Martins P., Brons S., Hermann G., Kihm T., et al. (2020). Prompt gamma spectroscopy for absolute range verification of 12C ions at synchrotron-based

Cité section 1.3.2.2

Cité section 5.4.1.3

Cité section 2.2.1

facilities.

Physics in Medicine & Biology, 65(9):095010.

#### [Dauvergne, 2020]

Dauvergne D., Allegrini O., Caplan C., Chen X., Curtoni S., et al. (2020).On the role of single particle irradiation and fast timing for efficient online-control in particle therapy.Frontiers in Physics, 8:434.

[De Boer, 2007]

De Boer W., Bol J., Furgeri A., Müller S., Sander C., et al. (2007). Radiation hardness of diamond and silicon sensors compared. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 204(9):3004–3010.

#### [De Feudis, 2018]

De Feudis M. (2018). *Diamonds : synthesis and contacting for detector applications*. Theses, Université Sorbonne Paris Cité; Università del Salento (Italie).

#### [Dendooven, 2015]

Dendooven P., Buitenhuis H. J. T., Diblen F., Heeres P. N., Biegun A. K., et al. (2015). Short-lived positron emitters in beam-on PET imaging during proton therapy. *Physics in Medicine and Biology*, 60(23):8923–8947.

#### [Diffenderfer, 2020]

Diffenderfer E. S., Verginadis I. I., Kim M. M., Shoniyozov K., Velalopoulou A., et al. (2020).

Design, implementation, and in-vivo validation of a novel proton flash radiation therapy system.

International Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics, 106(2):440–448.

#### [Dobrzhinetskaya, 2012]

Dobrzhinetskaya L. F. (2012). Microdiamonds — frontier of ultrahigh-pressure metamorphism : A review. Gondwana Research, 21(1):207 – 223. Tectonic evolution of Tibet and surrounding regions.

#### [Dorfer, 2019]

Dorfer C., Hits D., Kasmi L., Kramberger G., Lucchini M., et al. (2019). Three-dimensional charge transport mapping by two-photon absorption edge transientcurrent technique in synthetic single-crystalline diamond. *Applied Physics Letters*, 114(20):203504.

[Durante, 2019]

Cité section 1.4

Cité section 2.3.3

Cité section 1.2.1.4

Cité section 1.1.3.3

Cité section 3.3.1.1

Cité dans les sections 2.3 et .4

Cité section 2.3.1.4

Durante M., Golubev A., Park W.-Y., and Trautmann C. (2019). Applied nuclear physics at the new high-energy particle accelerator facilities. *Physics Reports*, 800:1 – 37.

[Durante, 2016]

Durante M. and Paganetti H. (2016). Nuclear physics in particle therapy : a review. Reports on progress in physics. Physical Society (Great Britain), 79(9):096702.

[Eaton-Magaña, 2012]

Eaton-Magaña S. and D'Haenens-Johansson U. F. (2012). Recent Advances in CVD Synthetic Diamond Quality. Gems & Gemology, 48(2):124–127.

[Eling, 2019]

Eling L., Bouchet A., Nemoz C., Djonov V., Balosso J., et al. (2019). Ultra high dose rate synchrotron microbeam radiation therapy. preclinical evidence in view of a clinical transfer. *Radiotherapy and Oncology*, 139:56–61.

[Enghardt, 2004]

Cité dans les sections 1.14, 1.2.1.3, et .4

Enghardt W., Crespo P., Fiedler F., Hinz R., Parodi K., et al. (2004).

Charged hadron tumour therapy monitoring by means of PET.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 525(1):284 - 288. Proceedings of the International Conference on Imaging Techniques in Subatomic Physics, Astrophysics, Medicine, Biology and Industry.

[Evans, 2009]

Evans D. A., Roberts O. R., Williams G. T., Vearey-Roberts A. R., Bain F., et al. (2009). Diamond-metal contacts : Interface barriers and real-time characterization. *Journal of Physics Condensed Matter*, 21(36).

[Favaudon, 2014]

Favaudon V., Caplier L., Monceau V., Pouzoulet F., Sayarath M., et al. (2014). Ultrahigh dose-rate flash irradiation increases the differential response between normal and tumor tissue in mice.

Science Translational Medicine, 6(245):245ra93–245ra93.

[Ferrero, 2017]

Ferrero V. (2017). The INSIDE project : in-beam PET scanner system features and characterization.

Cité section 1.1.1

Cité section 1.1.3.3

Cité dans les sections 2.4 et .4

Cité section 2.3.3

Cité section 1.2.1.3

Cité section 1.1.3.3

Journal of Instrumentation, 12(03):C03051–C03051.

#### [Fisher-Levine, 2013]

Fisher-Levine M., Velthuis J., Cussans D., and Nash S. (2013). A fast analogue front end for a diamond radiation spectrometer. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 60(5):3990–3994.

Fontana, 2018 Cité dans les sections 1.3, 5.2, et 5.5.1 Fontana M. (2018). Tests and characterization of gamma cameras for medical applications. Theses, Université de Lyon.

[Frais-Kölbl, 2007]

Frais-Kölbl H., Griesmayer E., Schreiner T., Georg D., and Pernegger H. (2007). Medical beam monitor—pre-clinical evaluation and future applications. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 581(1):103 – 106. VCI 2007.

[Frais-Kölbl, H and Griesmayer, E and Kagan, H and Pernegger, H, 2004] Cité section 2.5.3 Frais-Kölbl, H and Griesmayer, E and Kagan, H and Pernegger, H (2004). Design and test of a high-speed beam monitor. Vienna Conference of Instrumentation.

[Frais-Kölbl, 2004]

Cité dans les sections 2.5.3, 2.7, 5.4.1.1, et 5.1 Frais-Kölbl H., Griesmayer E., Kagan H., and Pernegger H. (2004). A fast low-noise charged-particle CVD diamond detector. IEEE Transactions on Nuclear Science, 51(6 III):3833–3837.

Friedrich, 2012

Cité dans les sections 1.7 et .4 Friedrich T., Scholz U., ElsäSser T., Durante M., and Scholz M. (2012). Systematic analysis of RBE and related quantities using a database of cell survival experiments with ion beam irradiation.

Journal of Radiation Research, 54(3):494–514.

#### [Gallin-Martel, 2016]

Gallin-Martel M. L., Bes A., Boukhémiri A., Bosson G., Collot J., et al. (2016). Large area polycrystalline diamond detectors for online hadron therapy beam tagging applications.

2016 IEEE Nuclear Science Symposium, Medical Imaging Conference and Room-Temperature Semiconductor Detector Workshop (NSS/MIC/RTSD), pages 1–5.

[Gallin-Martel, 2019]

Gallin-Martel M.-L. and Curtoni S. (2019).

Diamond detectors characterization for 235U fission fragments detection at LOHENGRIN.

Cité dans les sections 2.5.3, 2.22, 2.5.3, et .4

Cité section 5.1

Cité section 4.3.5

Cité section 2.3.2.5

Présentation au 8th ADAMAS Workshop at GSI Darmstadt.

[Golnik, 2014] Cité dans les sections 1.2.2.3, 1.18, 1.19, et .4 Golnik C., Hueso-González F., Müller A., Dendooven P., Enghardt W., et al. (2014). Range assessment in particle therapy based on prompt  $\gamma$ -ray timing measurements. Physics in Medicine and Biology, 59(18):5399–5422.

#### [Grilj, 2013]

Grilj V., Skukan N., Pomorski M., Kada W., Iwamoto N., et al. (2013). An ultra-thin diamond membrane as a transmission particle detector and vacuum window for external microbeams.

Applied Physics Letters, 103(24):243106.

[Guerrero, 2006]

Guerrero M., Tromson D., Descamps C., and Bergonzo P. (2006).

Recent improvements on the use of cvd diamond ionisation chambers for radiotherapy applications.

Diamond and Related Materials, 15(4):811 – 814. Diamond 2005.

#### [Guthoff, 2013]

Guthoff M., Afanaciev K., Dabrowski A., De Boer W., Lange W., et al. (2013). Radiation damage in the diamond based beam condition monitors of the CMS experiment at the Large Hadron Collider (LHC) at CERN.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 730:168–173.

 $[{\rm Guthoff},\,2014]$ 

Guthoff M., de Boer W., and Müller S. (2014).

Simulation of beam induced lattice defects of diamond detectors using FLUKA. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 735:223 – 228.

[Hoarau, 2020]

Hoarau C., Bosson G., Bouly J.-L., Curtoni S., Dauvergne D., et al. (2020). RF pulse amplifier for CVD diamond particle detectors. article soumis pour publication.

[Holmes, 2019]

Cité dans les sections 2.3.2.3 et 3.3.1.3

Cité dans les sections 5.4.1.1 et 5.1

Holmes J. M., Dutta M., Koeck F. A., Benipal M. K., Hathwar R., et al. (2019). Neutralizing the polarization effect of diamond diode detectors using periodic forward bias pulses.

Diamond and Related Materials, 94:162–165.

Cité section 2.3.2.3

Cité section 2.4.1

Cité section 2.3.1.4

005.

Cité dans les sections 2.3.2.3 et 3.3.1.3

[Hueso-González, 2015] Cité dans les sections 1.2.2.3 et 1.4.1 Hueso-González F., Enghardt W., Fiedler F., Golnik C., Janssens G., et al. (2015). First test of the prompt gamma ray timing method with heterogeneous targets at a clinical proton therapy facility.

Physics in Medicine and Biology, 60(16):6247–6272.

#### [Hueso-González, 2018]

Hueso-González F., Rabe M., Ruggieri T. A., Bortfeld T., and Verburg J. M. (2018). A full-scale clinical prototype for proton range verification using prompt gamma-ray spectroscopy.

Physics in Medicine and Biology, 63(18):185019.

#### [ichiro Sato, 2017]

ichiro Sato S., Makino T., Ohshima T., Kamiya T., Kada W., et al. (2017). Transient current induced in thin film diamonds by swift heavy ions. *Diamond and Related Materials*, 75:161 – 168. Special Issue "27th International Conference on Diamond and Carbon Materials – DCM 2016".

#### [Iltis, 2018]

Iltis A., Snoussi H., Magalhaes L. R. d., Hmissi M., Zafiarifety C. T., et al. (2018). Temporal Imaging CeBr3 Compton Camera : A New Concept for Nuclear Decommissioning and Nuclear Waste Management. *EPJ Web of Conferences*, 170:06003.

#### [Isberg, 2002]

Isberg J., Hammersberg J., Johansson E., Wikström T., Twitchen D. J., et al. (2002). High carrier mobility in single-crystal plasma-deposited diamond. *Science*, 297(5587):1670–1672.

#### [Jahn, 2018]

Jahn D., Träger M., Kis M., Brabetz C., Schumacher D., et al. (2018). Chemical-vapor deposited ultra-fast diamond detectors for temporal measurements of ion bunches. *Review of Scientific Instruments*, 89(9):093304.

#### [Kanxheri, 2017]

Kanxheri K., Servoli L., Oh A., Sanchez F. M., Forcolin G., et al. (2017). Evaluation of a 3D diamond detector for medical radiation dosimetry. *Journal of Instrumentation*, 12(01):P01003–P01003.

#### [Kanxheri, 2018]

Kanxheri K., Solestizi L. A., Biasini M., Caprai M., Dipilato A., et al. (2018). Investigation of 3D diamond detector dosimetric characteristics.

Cité section 2.4.1

Cité section 2.4.2

Cité section 2.4.2

#### 245

Cité section 1.2.2.3

Cité dans les sections 2.15 et .4

Cité section 2.1.1

Cité section 1.4.2

Cité dans les sections 2.3.2.3, 2.15, et .4

Cité dans les sections 2.2.2, 2.4, et .4

Kassel F., Guthoff M., Dabrowski A., and de Boer W. (2016).

Severe signal loss in diamond beam loss monitors in high particle rate environments by charge trapping in radiation-induced defects.

physica status solidi (a), 213(10):2641–2649.

Journal of Instrumentation, 13(06):P06006–P06006.

[Kasu, 2016]

Kasu M. (2016).

Diamond epitaxy : Basics and applications.

Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials, 62(2):317 – 328. Special Issue : Recent Progress on Fundamentals and Applications of Crystal Growth; Proceedings of the 16th International Summer School on Crystal Growth (ISSCG-16).

[Kavrigin, 2015]

Kavrigin P., Finocchiaro P., Griesmayer E., Jericha E., Pappalardo A., et al. (2015).

Pulse-shape analysis for gamma background rejection in thermal neutron radiation using cvd diamond detectors.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 795:88 – 91.

#### [Kim, 2013]

Kim S. M., Seo H., Park J. H., Kim C. H., Lee C. S., et al. (2013). Resolution recovery reconstruction for a compton camera. *Physics in Medicine and Biology*, 58(9):2823–2840.

#### [Kleeven, 2013]

Kleeven W., Abs M., Forton E., Henrotin S., Jongen Y., et al. (2013). The IBA superconducting synchrocyclotron project S2C2. *Proceedings of Cyclotrons2013*, pages 115–119.

#### [Knoll, 2010]

Cité dans les sections 2.3.1 et 3.5.2.3

Knoll G. F. (2010). Radiation detection and measurement. John Wiley.

[Knopf, 2013]

Cité dans les sections 1.11, 1.12, 1.2, et .4

Knopf A. C. and Lomax A. (2013).In vivo proton range verification : A review.*Physics in Medicine and Biology*, 58(15):131–160.

 $\underline{246}$ 

[Kassel, 2016]

Cité section 2.3.1.4

Cité section 1.1.3.2

Cité dans les sections 1.17 et .4

Kok A., Anelli G., DaVia C., Hasi J., Jarron P., et al. (2006). 3D detectors—state of the art.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 560(1):127 - 130. Proceedings of the 13th International Workshop on Vertex Detectors.

#### [Kozlovsky, 2002]

Kozlovsky B., Murphy R. J., and Ramaty R. (2002). Nuclear deexcitation gamma-ray lines from accelerated particle interactions. *The Astrophysical Journal Supplement Series*, 141(2):523–541.

 $[\mathrm{Kraan},\,2015]$ 

Cité dans les sections 1.2, 1.2, et .4

Kraan A. C. (2015).

Range verification methods in particle therapy : Underlying physics and Monte Carlo modelling.

Frontiers in Oncology, 5(JUN):150.

[Krimmer, 2017]

Cité section 1.2.2.3

Cité section 1.2.2.1

Krimmer J., Angellier G., Balleyguier L., Dauvergne D., Freud N., et al. (2017). A cost-effective monitoring technique in particle therapy via uncollimated prompt gamma peak integration.

Applied Physics Letters, 110(15).

[Krimmer, 2015a]

Krimmer J., Chevallier M., Constanzo J., Dauvergne D., Rydt M. D., et al. (2015a). Collimated prompt gamma TOF measurements with multi-slit multi-detector configurations.

Journal of Instrumentation, 10(01):P01011–P01011.

ters, Detectors and Associated Equipment, 878:58–73.

[Krimmer, 2018] Cité dans les sections 1.2, 1.2.2.1, 1.15, 1.16, 1.3.2.1, .4, et .4
 Krimmer J., Dauvergne D., Létang J. M., and Testa (2018).
 Prompt-gamma monitoring in hadrontherapy : A review.
 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrome-

#### $[\mathrm{Krimmer},\,2015\mathrm{b}]$

Krimmer J., Ley J.-L., Abellan C., Cachemiche J.-P., Caponetto L., et al. (2015b). Development of a Compton camera for medical applications based on silicon strip and scintillation detectors.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 787:98–101.

247

Cité section 1.2.2.2

Cité section 1.2.2.2

[Kuznetsova, 2006] Cité dans les sections 3.18 et .4 Kuznetsova E. (2006). Design Studies and Sensor Tests for the Beam Calorimeter of the ILC Detector. PhD thesis, Humboldt U., Berlin.

#### [Lacoste, 2002]

Lacoste A., Lagarde T., chu S. B., Arnal Y., and Pelletier J. (2002). Multi-dipolar plasmas for uniform processing : physics, design and performance. Plasma Sources Science and Technology, 11(4):407–412.

#### [Lagomarsino, 2013]

Lagomarsino S., Bellini M., Corsi C., Gorelli F., Parrini G., et al. (2013). Three-dimensional diamond detectors : Charge collection efficiency of graphitic electrodes. Applied Physics Letters, 103(23).

#### [Landau, 1944]

Landau L. (1944). On the energy loss of fast particles by ionization. J. Phys. (USSR), 8 :201–205.

#### [Leo, 1994]

Leo W. R. (1994). Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments. Springer Berlin Heidelberg.

#### [Ley, 2015]

Ley J.-L. (2015). Development of a time-of-flight Compton camera prototype for online control of ion therapy and medical imaging. Theses, Université Claude Bernard - Lyon I.

#### [Livingstone, 2016]

Livingstone J., Stevenson A. W., Butler D. J., Häusermann D., and Adam J.-f. (2016). Characterization of a synthetic single crystal diamond detector for dosimetry in spatially fractionated synchrotron x-ray fields. Medical Physics, 43(7):4283–4293.

#### [Llosá, 2013]

Llosá G., Cabello J., Callier S., Gillam J., Lacasta C., et al. (2013).

First compton telescope prototype based on continuous labr3-sipm detectors. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 718:130 – 133. Proceedings of the 12th Pisa Meeting on Advanced Detectors.

#### [Lohstroh, 2007]

Lohstroh A., Sellin P. J., Wang S. G., Davies A. W., and Parkin J. M. (2007). Mapping of polarization and detrapping effects in synthetic single crystal chemical vapor

Cité section 3.1

Cité section 2.3.1.3

Cité dans les sections 2.3.1 et 3.5.2.3

Cité dans les sections 1.4.2, 1.24, et .4

Cité dans les sections 2.18, 2.4.2, et .4

Cité section 1.2.2.2

Cité section 4.1.4.3

Cité section 2.5.4

deposited diamond by ion beam induced charge imaging. Journal of Applied Physics, 101(6).

#### [Marcatili, 2020]

Marcatili S., Collot J., Curtoni S., Dauvergne D., Hostachy J.-Y., et al. (2020). Ultra-fast prompt gamma detection in single proton counting regime for range monitoring in particle therapy.

*Physics in Medicine and Biology.* Accepted manuscript.

#### [Marsolat, 2014]

Marsolat F. (2014). Développement d'un dosimètre diamant pour une mesure de la dose absorbée dans les mini-faisceaux utilisés en radiothérapie stéréotaxique. Theses, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.

#### [Mazal, 2020]

Mazal A., Prezado Y., Ares C., de Marzi L., Patriarca A., et al. (2020). Flash and minibeams in radiation therapy : the effect of microstructures on time and space and their potential application to protontherapy. The British Journal of Radiology, 93(1107):20190807.

[Meroli, 2011]

Meroli S., Passeri D., and Servoli L. (2011). Energy loss measurement for charged particles in very thin silicon layers. Journal of Instrumentation, 6(06):P06013–P06013.

#### [Min, 2006]

Min C. H., Kim C. H., Youn M. Y., and Kim J. W. (2006). Prompt gamma measurements for locating the dose falloff region in the proton therapy. Applied Physics Letters, 89(18).

#### [Montay-Gruel, 2018]

Montay-Gruel P., Bouchet A., Jaccard M., Patin D., Serduc R., et al. (2018). X-rays can trigger the flash effect : Ultra-high dose-rate synchrotron light source prevents normal brain injury after whole brain irradiation in mice. Radiotherapy and Oncology, 129(3):582 - 588.

Moritz, 2001

Cité dans les sections 2.5.3, 4.3.1.1, et 5.1 Moritz P., Berdermann E., Blasche K., Stelzer H., and Voss B. (2001). Broadband electronics for CVD-diamond detectors. Diamond and Related Materials, 10(9-10):1765–1769.

[Morozzi, 2019]

#### Cité section 1.2.2.1

Cité dans les sections 2.10 et .4

Cité section 1.1.3.3

Cité section 2.5.4

Cité dans les sections 1.4.1 et 4.3.3

Cité dans les sections 1.1.3.3 et 1.1.3.3

Cité section 2.4.2

Morozzi A., Passeri D., Vecchi S., Servoli L., and Sciortino S. (2019).

Combined TCAD and Geant4 simulations of diamond detectors for timing applications.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 936:436 – 438. Frontier Detectors for Frontier Physics : 14th Pisa Meeting on Advanced Detectors.

### $[{\rm Morozzi},\,2020]$

Morozzi A., Sciortino S., Anderlini L., Servoli L., Kanxheri K., et al. (2020). 3D Diamond Tracking Detectors : numerical analysis for Timing applications with TCAD tools.

 $Journal \ of \ Instrumentation, \ 15(01): C01048-C01048.$ 

### $[\mathrm{Morse},\,2007]$

Morse J., Salomé M., Berdermann E., Pomorski M., Grant J., et al. (2007). Single crystal cvd diamond detectors : Position and temporal response measurements using a synchrotron microbeam probe. *MRS Proceedings*, 1039:1039–P06–02.

[Muraro, 2017]

Muraro S., Battistoni G., Belcari N., Bisogni M., Camarlinghi N., et al. (2017). Proton therapy treatment monitoring with the DoPET system : activity range, positron emitters evaluation and comparison with monte carlo predictions. *Journal of Instrumentation*, 12(12):C12026–C12026.

[Naaranoja, 2019]

Naaranoja T., Golovleva M., Martikainen L., Berretti M., and Österberg K. (2019). Space charge polarization in irradiated single crystal cvd diamond. Diamond and Related Materials, 96:167 – 175.

[Nakhostin, 2013]

Nakhostin M. (2013).

Charged particle response of transmission diamond detectors. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 703:199 – 203.

[Nakhostin, 2017]

Nakhostin M. (2017). Signal processing for radiation detectors. wiley.

[Nemanich, 2014]

Nemanich R. J., Carlisle J. A., Hirata A., and Haenen K. (2014). CVD diamond—Research, applications, and challenges. Cité section 2.4.2

Cité section 4.1.1

Cité section 2.3.2.3

Cité dans les sections 2.3.2.1, 2.13, et .4

Cité section 1.2.1.3

Cité section 3.5.2.3

Cité section 2.2.2

[Newhauser, 2015]

MRS Bulletin, 39(6):490–494. Cité section 1.1.1 Newhauser W. D. and Zhang R. (2015). The physics of proton therapy. *Physics in Medicine and Biology*, 60(8):R155–R209. Cité section 1.2.1.3 Nishio T., Miyatake A., Ogino T., Nakagawa K., Saijo N., et al. (2010). The development and clinical use of a beam on-line pet system mounted on a rotating gantry port in proton therapy. International Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics, 76(1):277–286.

#### [Oh, 2013]

[Nishio, 2010]

Oh A., Caylar B., Pomorski M., and Wengler T. (2013). A novel detector with graphitic electrodes in CVD diamond. Diamond and Related Materials, 38:9–13.

#### [Ohtsuka, 1996]

Ohtsuka K., Suzuki K., Sawabe A., and Inuzuka T. (1996). Epitaxial growth of diamond on iridium. Japanese Journal of Applied Physics, 35(Part 2, No. 8B):L1072–L1074.

#### [Ozoemelam, 2019]

Ozoemelam I., van der Graaf E., Brandenburg S., and Dendooven P. (2019). The production of positron emitters with millisecond half-life during helium beam radiotherapy.

Physics in Medicine & Biology, 64(23):235012.

#### [Paganetti, 2012]

Paganetti H. (2012). Range uncertainties in proton therapy and the role of Monte Carlo simulations. Physics in Medicine and Biology, 57(11):R99—-117.

#### [Panaino, 2019]

Panaino C. M. V., Mackay R. I., Kirkby K. J., and Taylor M. J. (2019). A New Method to Reconstruct in 3D the Emission Position of the Prompt Gamma Rays following Proton Beam Irradiation. Scientific Reports, 9(1):18820.

#### [Park, 2019]

Park J. H., Kim S. H., Ku Y., Kim C. H., Lee H. R., et al. (2019). Multi-slit prompt-gamma camera for locating of distal dose falloff in proton therapy.

#### Cité section 1.2.1.4

Cité dans les sections 1.3 et .4

Cité section 1.2.2.1

Cité section 1.2.2.2

Cité section 2.2.3.3

Cité section 2.4.2
[Pernegger, 2004]

Nuclear Engineering and Technology, 51(5):1406–1416.

[Parodi, 2012]

Parodi K. (2012). PET monitoring of hadrontherapy. Nuclear Medicine Review, 15(C):37–42.

[Parodi, 2018]

Parodi K. and Polf J. C. (2018). In vivo range verification in particle therapy. *Medical Physics*, 45(11):e1036–e1050.

[Patera, 2020]

Patera V. and Sarti A. (2020).

Recent advances in detector technologies for particle therapy beam monitoring and dosimetry.

*IEEE Transactions on Radiation and Plasma Medical Sciences*, 4(2):133–146.

### [Pausch, 2020]

Pausch G., Berthold J., Enghardt W., Römer K., Straessner A., et al. (2020). Detection systems for range monitoring in proton therapy : Needs and challenges. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 954:161227. Symposium on Radiation Measurements and Applications XVII.

[Pausch, 2016]

Pausch G., Petzoldt J., Berthel M., Enghardt W., Fiedler F., et al. (2016). Scintillator-Based High-Throughput Fast Timing Spectroscopy for Real-Time Range Verification in Particle Therapy. IEEE Transactions on Nuclear Science, 63(2):664–672.

[Perali, 2014]

Perali I., Celani A., Bombelli L., Fiorini C., Camera F., et al. (2014). Prompt gamma imaging of proton pencil beams at clinical dose rate. Physics in Medicine and Biology, 59(19):5849–5871.

[Pernegger, 2006] Cité dans les sections 2.5.3, 2.22, et .4 Pernegger H. (2006). High mobility diamonds and particle detectors. Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science, 203(13):3299–3314.

Cité section 2.5.3

Cité dans les sections 1.13 et .4

Cité section 2.5.3

Cité section 1.2

Cité section 1.2

Cité section 1.2.2.2

Cité section 1.2.2.3

252

Pernegger H., Frais-Kölbl H., Griesmayer E., and Kagan H. (2004).
Design and test of a high-speed single-particle beam monitor.
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 535(1-2):108–114.

#### [Pernegger, 2005]

Cité dans les sections 2.3.2.2, 3.3.1.1, 3.7, et .4

Pernegger H., Roe S., Weilhammer P., Eremin V., Frais-Kölbl H., et al. (2005). Charge-carrier properties in synthetic single-crystal diamond measured with the transientcurrent technique.

Journal of Applied Physics, 97(7).

#### [Petzoldt, 2016]

Cité dans les sections 1.2.2.3 et 1.4.1

Cité dans les sections 1.10 et .4

Petzoldt J., Roemer K. E., Enghardt W., Fiedler F., Golnik C., et al. (2016).

Characterization of the microbunch time structure of proton pencil beams at a clinical treatment facility.

Physics in Medicine and Biology, 61(6):2432–2456.

#### [Peucelle, 2015]

Peucelle C., Nauraye C., Patriarca A., Hierso E., Fournier-Bidoz N., et al. (2015). Proton minibeam radiation therapy : Experimental dosimetry evaluation. *Medical Physics*, 42(12):7108–7113.

#### [Pietraszko, 2010a]

Pietraszko J., Fabbietti L., Koenig W., and Weber M. (2010a).

Diamonds as timing detectors for minimum-ionizing particles : The HADES proton-beam monitor and START signal detectors for time of flight measurements. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrome-

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 618(1-3):121–123.

#### [Pietraszko, 2010b]

Pietraszko J., Fabbietti L., Koenig W., and Weber M. (2010b).

Diamonds as timing detectors for minimum-ionizing particles : The HADES proton-beam monitor and START signal detectors for time of flight measurements.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 618(1-3):121-123.

#### [Pietraszko, 2014]

Pietraszko J., Galatyuk T., Grilj V., Koenig W., Spataro S., et al. (2014).

Radiation damage in single crystal CVD diamond material investigated with a high current relativistic 197Au beam.

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 763:1-5.

Cité section 2.5.2

Cité section 3.5.2.5

Cité section 2.5.2

[Pinto, 2014] Cité section 1.3.1.1 Pinto M., Dauvergne D., Freud N., Krimmer J., Letang J. M., et al. (2014). Design optimisation of a TOF-based collimated camera prototype for online hadrontherapy monitoring.

Physics in Medicine and Biology, 59(24):7653–7674.

#### [Poirier, 2019]

Poirier F., Dr C., Goiziou X., Koumeir C., Letaeron A., et al. (2019). The pulsing chopper-based system of the ARRONAX C70XP cyclotron. IPAC 2019 - 10th International Particle Accelerator Conference, pages 1948 – 1950.

[Poirier, 2011]

Poirier F., Girault S., Auduc S., Huet C., Mace E., et al. (2011). The C70 ARRONAX and beam lines status. IPAC 2011 - 2nd International Particle Accelerator Conference, pages 2661–2663.

#### [Poirier, 2016]

Poirier F., Girault S., Harel F. B., Etienne J. B., Goiziou X., et al. (2016). Studies and Upgrades on the C70 Cyclotron Arronax. Proceedings of Cyclotrons 2016, pages 235–237.

[Pomorski, 2008]

Cité dans les sections 2.1, 2.1, 2.5.2, 3.5, 4.1.1, .4, et .4 Pomorski M. (2008). Electronic Properties of Single Crystal CVD Diamond and its Suitability for Particle Detection in Hadron Physics Experiments. PhD thesis, Johann Wolfgang Goethe — Universität in Frankfurt am Main.

[Pomorski, 2006] Cité dans les sections 2.5.1, 2.19, 3.3.1.1, 3.4.1.3, et .4 Pomorski M., Berdermann E., Caragheorgheopol A., Ciobanu M., Kiš M., et al. (2006). Development of single-crystal CVD-diamond detectors for spectroscopy and timing. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 203(12):3152–3160.

[Pomorski, 2013]

Cité dans les sections 2.4.1, 2.4.1, et 3.4.2

Pomorski M., Caylar B., and Bergonzo P. (2013). Super-thin single crystal diamond membrane radiation detectors. Applied Physics Letters, 103(11):112106.

[Pomorski, 2015]

Cité section 3.3.1.1

Pomorski M., Delfaure C., Vaissiere N., Bensalah H., Barjon J., et al. (2015). Characterization of the charge-carrier transport properties of IIa-Tech SC diamond for radiation detection applications.

*Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 212(11):2553–2558.

Cité section 4.4.1

Cité section 4.2.1

Cité section 4.2.1

[Prezado, 2019] Cité section 1.1.3.3 Prezado Y., Jouvion G., Guardiola C., Gonzalez W., Juchaux M., et al. (2019). Tumor control in rg2 glioma-bearing rats : A comparison between proton minibeam therapy and standard proton therapy. International Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics, 104(2):266–271.

[Radović, 2020]

Radović I. B. (2020). Ruđer Bošković Institute Accelerator Facility. Nuclear Physics News, 30(2):4-9.

[Ramo, 1939]

Ramo S. (1939). Currents Induced by Electron Motion. Proceedings of the IRE, 27(9):584–585.

[Rebai, 2016]

Rebai M., Fazzi A., Cazzaniga C., Croci G., Tardocchi M., et al. (2016). Time-stability of a Single-crystal Diamond Detector for fast neutron beam diagnostic under alpha and neutron irradiation. Diamond and Related Materials, 61:1–6.

[Rebisz, 2006]

Rebisz M., Martemiyanov A., Berdermann E., Pomorski M., Marczewska B., et al. (2006). Synthetic diamonds for heavy-ion therapy dosimetry. Diamond and Related Materials, 15(4):822 - 826.

[Rebisz, 2007]

Rebisz M., Voss B., Heinz A., Usenko E., and Pomorski M. (2007). CVD diamond dosimeters for heavy ion beams. Diamond and Related Materials, 16(4-7 SPEC. ISS.):1070–1073.

[Rebisz-Pomorska, 2010]

Rebisz-Pomorska M., Ciobanu M., Kis M., Pomorski M., and Voss B. (2010). Diamond detectors for the monitoring of carbon-ion therapy beams. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 620(2-3):534–539.

#### [Reichmann, 2020]

Reichmann M., Alexopoulos A., Artuso M., Bachmair F., Bäni L., et al. (2020). New test beam results of 3D and pad detectors constructed with poly-crystalline cvd diamond.

#### 255

Cité section 2.4.1

Cité dans les sections 2.3.2.3 et 3.3.1.3

Cité dans les sections 2.3.2.1, 2.3.2.1, et 3.3.1.1

Cité section 2.5.3

Cité section 2.5.3

Cité section 2.4.2

Cité section 2.5.3

Cité section 2.5.3

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 958:162675. Proceedings of the Vienna Conference on Instrumentation 2019.

#### [Richard, 2012]

256

Richard M.-H. (2012). Design study of a Compton camera for prompts-gamma imaging during ion beam therapy. Theses, Université Claude Bernard - Lyon I.

 $[{\rm Richter},\,2016]$ 

Richter C., Pausch G., Barczyk S., Priegnitz M., Keitz I., et al. (2016). First clinical application of a prompt gamma based in vivo proton range verification system. *Radiotherapy and Oncology*, 118(2):232–237.

[Richter, 2012]

Richter D. (2012). Treatment planning for tumors with residual motion in scanned ion beam therapy. PhD thesis, Technische Universität, Darmstadt.

[Roellinghoff, 2014]

Roellinghoff F., Benilov A., Dauvergne D., Dedes G., Freud N., et al. (2014).

Real-time proton beam range monitoring by means of prompt-gamma detection with a collimated camera.

Physics in Medicine and Biology, 59(5):1327–1338.

 $[\mathrm{Rost},\,2019]$ 

Rost A., Adamczewski-Musch J., Galatyuk T., Linev S., Pietraszko J., et al. (2019). Beam Quality Monitoring System in the HADES Experiment at GSI Using CVD Diamond Material.

Proc. 7th International Beam Instrumentation Conference (IBIC'18), Shanghai, China, 09-13 September 2018, (7):300–302.

### [Rydygier, 2018]

Rydygier M., Jastrzab M., Krzempek D., Nowak T., Grzanka L., et al. (2018). Radiotherapy proton beam profilometry with scCVD diamond detector in single particle mode.

 $Radiation\ Protection\ Dosimetry,\ 180(1-4){:}282{-}285.$ 

### [Sacchi, 2020]

Sacchi R., Ganjeh Z. A., Arcidiacono R., Attili A., Cartiglia N., et al. (2020). Test of innovative silicon detectors for the monitoring of a therapeutic proton beam. *Journal of Physics : Conference Series*, 1662:012002.

Bibliographie

Cité section 1.3.1.1

Cité section 1.2.2.2

*Cité section 2.5.3* 18)

Cité section 1.2.2.2

Cité dans les sections 1.6 et .4

Cité dans les sections 2.20 et .4

Sadrozinski H. F.-W., Seiden A., and Cartiglia N. (2017). 4D tracking with ultra-fast silicon detectors. Reports on Progress in Physics, 81(2):026101.

#### [Salomé, 2013]

Salomé M., Cotte M., Baker R., Barrett R., Benseny-Cases N., et al. (2013). The ID21 scanning x-ray microscope at ESRF. Journal of Physics : Conference Series, 425(18):182004.

#### [Sato, 2013]

Sato Y., Shimaoka T., Kaneko J. H., Murakami H., Miyazaki D., et al. (2013). Pulse height reduction effects of single-crystal CVD diamond detector for low-energy heavy ions.

Europhysics Letters, 104(2):22003.

#### [Schardt, 2010]

Schardt D., Elsässer T., and Schulz-Ertner D. (2010). Heavy-ion tumor therapy : Physical and radiobiological benefits. Rev. Mod. Phys., 82:383-425.

#### [Schreck, 1999]

Schreck M., Roll H., and Stritzker B. (1999).

Diamond/Ir/SrTiO3 : A material combination for improved heteroepitaxial diamond films. Applied Physics Letters, 74(5):650-652.

#### [Schwander, 2011]

Schwander M. and Partes K. (2011). A review of diamond synthesis by CVD processes. Diamond and Related Materials, 20(9):1287 – 1301.

Shimaoka, 2016

Cité dans les sections 2.5.1, 2.19, 3.4.1.2, 3.4.1.3, et .4 Shimaoka T., Kaneko J. H., Sato Y., Tsubota M., Shimmyo H., et al. (2016). Fano factor evaluation of diamond detectors for alpha particles. Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science, 213(10):2629–2633.

[Shockley, 1938]

Shockley W. (1938). Currents to conductors induced by a moving point charge. Journal of Applied Physics, 9(10):635-636.

#### [Skukan, 2016]

Skukan N., Grilj V., Sudić I., Pomorski M., Kada W., et al. (2016). Charge multiplication effect in thin diamond films.

## Cité section 2.2.3.3

Cité section 2.2.2

Cité section 2.4.1

Cité dans les sections 2.3.2.1 et 3.3.1.1

Cité section 4.1.1

Cité dans les sections 2.16 et .4

Cité dans les sections 1.1.1, 1.8, 1.9, et .4

Applied Physics Letters, 109(4):043502. [Skukan, 2019] Cité dans les sections 2.4.1 et 3.4.1.2 Skukan N., Sudić I., Pomorski M., Kada W., and Jakšić M. (2019). Enhanced radiation hardness and signal recovery in thin diamond detectors. AIP Advances, 9(2):025027. [Smeets, 2016] Cité section 1.2.2.2 Smeets J., Roellinghoff F., Janssens G., Perali I., Celani A., et al. (2016). Experimental comparison of knife-edge and multi-parallel slit collimators for prompt gamma imaging of proton pencil beams. Frontiers in Oncology, 6:156. [Spieler, 1982] Cité section 4.3.1.2

Spieler H. (1982). Fast timing methods for semiconductor detectors. IEEE Transactions on Nuclear Science, 29(3):1142–1158.

[Spieler, 2005]

Spieler H. (2005). Semiconductor Detector Systems. volume 9780198527. Oxford.

[Strehl, 2006]

Strehl P. (2006). Beam Intensity Measurements, pages 11–70. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg.

[Suit, 2010] Cité dans les sections 1.3, 1.4, et .4 Suit H., DeLaney T., Goldberg S., Paganetti H., Clasie B., et al. (2010). Proton vs carbon ion beams in the definitive radiation treatment of cancer patients. Radiotherapy and Oncology, 95(1):3-22.

[Sze, 2006] Sze S. M. (2006). *Physics of Semiconductor Devices.* John Wiley & Sons, Ltd.

[Tallaire, 2013]

Cité section 2.2.3.1

Tallaire A., Achard J., Silva F., Brinza O., and Gicquel A. (2013). Growth of large size diamond single crystals by plasma assisted chemical vapour deposition : Recent achievements and remaining challenges. Comptes Rendus Physique, 14(2):169 – 184. Crystal growth / Croissance cristalline.

Cité section 4.3.1.2

Cité section 5.1

Cité dans les sections 2.1 et .4

#### [Testa, 2008]

Testa E., Bajard M., Chevallier M., Dauvergne D., Le Foulher F., et al. (2008). Monitoring the Bragg peak location of 73 MeVu carbon ions by means of prompt  $\gamma$  -ray measurements.

Applied Physics Letters, 93(9).

#### [Thirolf, 2014]

Thirolf P., Lang, C., Aldawood, S., v.d. Kolff, H.G., Maier, L., et al. (2014). Development of a Compton camera for online range monitoring of laser-accelerated proton beams via prompt-gamma detection. EPJ Web of Conferences, 66:11036.

#### [Tobias, 1958]

Tobias C. A., Lawrence J. H., Born J. L., McCombs R. K., Roberts J. E., et al. (1958). Pituitary irradiation with high-energy proton beams a preliminary report. Cancer Research, 18(2):121–134.

#### [Tranchant, 2008]

Tranchant N. (2008). Synthèse et caractérisation de diamants monocristallins pour applications de détecteur de rayonnements. PhD thesis, INSA Rennes.

#### [Vaissière, 2014]

Vaissière N. V. (2014). Synthesis of high quality diamond film for the dosimeter realization in the radiotherapy domain. Theses, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan.

[Valentin, 2015] Cité dans les sections 2.3.2.3, 3.3.1.1, et 3.3.1.3 Valentin A., Tardieu A., Mille V., Tallaire A., Achard J., et al. (2015). Polarization effect on time-of-flight measurements performed on a CVD diamond single crystal. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 212(11):2636–2640.

# [Van de Walle, 2016]

Van de Walle J., Henrotin S., Paradis Y., and Tkint Y. C. (2016). A Diamond Detector Test Bench to Assess the S2C2 Beam Characteristics. Proceedings of Cyclotrons 2016, pages 102–104.

[Vavilov, 1957]

Vavilov P. (1957). Ionization losses of high-energy heavy particles. Sov. Phys. JETP, 5:749–751.

[Verburg, 2014]

Cité section 1.2.2.2

Cité section 1.1.3.1

Cité dans les sections 2.14 et .4

Cité dans les sections 2.5 et .4

Cité section 2.5.3

Cité section 2.3.1.3

Cité section 1.2.2.1

Verburg J. M. and Seco J. (2014).

Proton range verification through prompt gamma-ray spectroscopy. Physics in Medicine and Biology, 59(23):7089–7106.

[Verburg, 2012]

Verburg J. M., Shih H. A., and Seco J. (2012). Simulation of prompt gamma-ray emission during proton radiotherapy. Physics in Medicine and Biology, 57(17):5459–5472.

[Vignati, 2020]

Vignati A., Donetti M., Fausti F., Ferrero M., Giordanengo S., et al. (2020). Thin low-gain avalanche detectors for particle therapy applications. Journal of Physics : Conference Series, 1662:012035.

[Vignati, 2017]

Vignati A., Monaco V., Attili A., Cartiglia N., Donetti M., et al. (2017). Innovative thin silicon detectors for monitoring of therapeutic proton beams : preliminary beam tests. Journal of Instrumentation, 12(12):C12056–C12056.

[Vozenin, 2019]

Vozenin M.-C., De Fornel P., Petersson K., Favaudon V., Jaccard M., et al. (2019). The advantage of flash radiotherapy confirmed in mini-pig and cat-cancer patients. Clinical Cancer Research, 25(1):35–42.

[Weber, 2009]

Weber U. and Kraft G. (2009). Comparison of carbon ions versus protons. The Cancer Journal, 15(4).

|Weiss, 2014|

Cité dans les sections 2.3.1.4, 3.6, et .4

Cité dans les sections 1.1, 1.3, et .4

Weiss C. (2014). A CVD diamond detector for (n, a) cross-section measurements. PhD thesis, Technische Universität Wien.

[Weiss, 2016a]

Weiss C., Frais- Kölbl H., Griesmayer E., and Kavrigin P. (2016a). Selective data analysis for diamond detectors in neutron fields. Proceedings of the International Conference on Nuclear Data for Science and Technology 2016, 03004:1-48.

[Weiss, 2016b]

Weiss C., Frais-Kölbl H., Griesmayer E., and Kavrigin P. (2016b). Ionization signals from diamond detectors in fast-neutron fields.

Cité dans les sections 1.2.2.1 et 1.2.2.3

Cité section 2.5.3

Cité section 2.5.3

Cité section 1.1.3.3

Cité section 3.3.1.1

Cité section 2.3.1.4

260

The European Physical Journal A, 52(9):8–13.

[Werner, 2019]

Werner T., Berthold J., Hueso-González F., Koegler T., Petzoldt J., et al. (2019). Processing of prompt gamma-ray timing data for proton range measurements at a clinical beam delivery.

Physics in Medicine and Biology, 64(10):105023.

[Wilson, 1946]

Wilson R. R. (1946). Radiological use of fast protons. Radiology, 47(5):487-491.

#### [Xie, 2017]

Xie Y., Bentefour E. H., Janssens G., Smeets J., Vander Stappen F., et al. (2017). Prompt gamma imaging for in-vivo range verification of pencil beam scanning proton therapy.

International Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics, 99(1):210–218.

#### [Yamaya, 2017]

Yamaya T. (2017).

OpenPET : a novel open-type PET system for 3d dose verification in particle therapy. Journal of Physics : Conference Series, 777:012023.

[Zahradnik, 2020]

Zahradnik I. A., Barberet P., Tromson D., De Marzi L., and Pomorski M. T. (2020). A diamond guard ring microdosimeter for ion beam therapy. *Review of Scientific Instruments*, 91(5):054102.

#### [Zahradnik, 2018]

Zahradnik I. A., Pomorski M. T., De Marzi L., Tromson D., Barberet P., et al. (2018). scCVD Diamond Membrane based Microdosimeter for Hadron Therapy. Physica Status Solidi (A), 215(22):1800383.

[Ziegler, 2010]

Ziegler J. F., Ziegler M. D., and Biersack J. P. (2010). SRIM - The stopping and range of ions in matter (2010). Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 268(11-12):1818–1823.

Cité dans les sections 1.2.2.3 et 1.4.1

Cité section 2.3.1.2

Cité section 1.2.2.2

Cité section 1.1.3.1

Cité section 1.2.1.3

Cité dans les sections 2.4.1 et 3.4.1.2

Cité dans les sections 2.4.1 et 2.4.1

# Acronymes et anglicismes

### Acronymes

Dans le présent manuscrit, les acronymes utilisés sont définis lors de leur première apparition. À toutes fins utiles, cette section liste et définit tous les acronymes utilisés.

- $-\mu TCA$  Micro Telecommunications Computing Architecture : spécification informatique embarquée standard développée pour les cartes mezzanines avancées;
- ADC Analog-to-Digital Converter : convertisseur analogique-numérique;
- ARRONAX Accélérateur pour la Recherche en Radiochimie et Oncologie à Nantes-Atlantique : cyclotron de production de radionuléides médicaux et de recherche, situé à Saint-Herblain, en France;
- **ASIC** Application Specific Integrated Circuit : littéralement "circuit intégré spécifique à une application";
- CAL Centre Antoine Lacassagne : centre de protonthérapie de Nice, en France ;
- *CBM* Conduction Band Minimum : minimum de la bande de conduction d'un matériau semi-conducteur ;
- CCD Charge Collection Distance : distance de collecte de charges;
- CCE Charge Collection Efficiency : efficacité de collecte de charges ;
- CERN Centre Européen pour la Recherche Nucléaire;
- CLaRyS Contrôle en Ligne de la hAdronthérapie par détection de RaYonnements Secondaires : collaboration française de quatre laboratoires de recherche développant des techniques expérimentales de vérification du parcours des ions en hadronthérapie;
- CLaRyS-UFT CLaRyS Ultra-Fast Timing : projet de recherche de la collaboration CLaRyS ayant pour objectif de mettre en évidence l'apport de mesures à très haute résolution temporelle pour la vérification du parcours des ions en hadronthérapie;
- **CNAO** Centro Nazionale Adroterapia Ongologica Centre national de hadronthréapie oncologique de Pavia, en Italie;
- CT Computed Tomography : tomodensitométrie X;
- CVD Chemical Vapor Deposition : dépôt chimique en phase vapeur ;
- **DFC** Discrimination à Fraction Constante : système de discrimination d'impulsion minimisant l'effet de walk;
- **DOI** Diamond On Iridium : diamant synthétique crû sur un substrat d'iridium ;
- *eBIC* electron Beam Induced Current : méthode de caractérisation de cristaux basée sur le courant induit par un faisceau pulsé d'électrons ;
- *EBR Efficacité Biologique Relative* : rapport entre les doses nécessaires dans un traitement considéré et un traitement de référence pour obtenir la même survie cellulaire;
- *EM Electro-Magnétique* : qualifie les boîtiers fournissant une isolation et un blindage électro-magnétique aux détecteurs;
- **ESRF** European Synchrotron Radiation Facility : Installation Européenne de Rayonnement Synchrotron, situé à Grenoble, en France;

- *FDG fluorodésoxyglucose* : sucre modifié contenant du fluor 18 radioactif utilisé comme radiotraceur en tomographie par émission de positon;
- FWHM Full Width at Half Maximum : littéralement "Pleine Largeur à Mi-Hauteur", largeur d'une fonction gaussienne à la moitié de son amplitude. Désigne également la durée d'une impulsion à la moitié de son amplitude;
- **GANIL** Grand Accélérateur National d'Ions Lourds : centre de recherche en physique nucléaire basée autour d'un accélérateur d'ions lourds, situé à Caen, en France;
- **GSI** Gesellschaft für Schwerionenforschung : Centre de recherche sur les ions lourds de Darmstadt, en Allemagne;
- **HADES** High Acceptance Di-Electron Spectrometer : expérience de physique hadronique menée au GSI, à Darmstadt en Allemagne;
- HPHT High-Pressure High-Temperature : procédé de croissance de diamants dit "Haute Pression Haute Temperature" ;
- HT Haute Tension : tension de polarisation appliquée à un détecteur de particules ;
- IMPT Intensity-Modulated Proton Therapy : protonthérapie par modulation d'intensité;
- **IVI** Interaction Vertex Imaging : imagerie des vertex d'interaction, méthode de vérification du parcours des ions basée sur l'imagerie de particules secondaires chargées;
- LGAD Low-Gain Avalanche Detector : détecteur à avalanche de gain faible ;
- LHC Large Hadron Collider : plus grand accélérateur de particules du monde, situé au CERN, à Meyrin en Suisse;
- *LPSC Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie* : laboratoire d'accueil de ce travail de thèse, situé à Grenoble, en France;
- MCP Micro-Channel Plate : galette à micro-canaux;
- MCS Multiple Coulomb Scattering : diffusion coulombienne multiple;
- MIP Minimum Ionizing Particle : particule au minimum d'ionisation;
- **MPV** Most Probable Value : valeur correspondant au mode d'une distribution de Landau-Vavilov ;
- NIM Nuclear Instrumentation Module : littéralement "Module d'Instrumentation Nucléaire", standard définissant les spécifications mécaniques et électriques de modules d'instrumentation utilisés en physique des particules et physique nucléaire;
- **NIST** National Institute of Standards and Technology : institut national américain de métrologie;
- OAR Organe à risque;
- **OER** Oxygen Enhancement Ratio : outil de comparaison de l'efficacité biologique d'un même traitement en fonction de la concentration en oxygène dans les cellules;
- PBS Pencil Beam Scanning : voir Pencil beam scanning dans la section Acronymes;
- *pCT* proton Computed Tomography : tomodensitométrie par faisceau de protons ;
- pCVD polycrystalline CVD: diamant polycristallin synthétique produit par dépôt chimique en phase vapeur;
- **PG** Prompt-Gamma : photon gamma-prompt;
- PGI Prompt-Gamma Imaging : imagerie par détection de photons gamma-prompts;
- PGPI Prompt-Gamma Peak Integral : méthode de détection de photons gamma-prompts basée sur la mesure de l'intégrale de la distribution temporelle des photons gammaprompts;

- **PGS** Prompt-Gamma Spectroscopy : détection de photons gamma-prompts basée sur la spectroscopie des raies gamma-prompts;
- *PGT Prompt-Gamma Timing* : méthode de détection de photons gamma-prompts à très haute résolution temporelle;
- **PIPS** Passively Implanted Planar Silicon : littéralement "Silicium Planaire Passivement Implanté", détecteur silicium de très bonne résolution en énergie;
- **PM** Photo-Multiplicateur : système de détection et d'amplification de photons optiques, généralement produits par un matériau scintillateur ;
- **PMMA** Polymethyl methacrylate;
- *RF* Radio-Fréquence : qualifie la radio-fréquence d'une cavité accélératrice ;
- **RMS** Root Mean Square : moyenne quadratique, en statistiques;
- *sCVD single-crystal CVD* : diamant monocristallin synthétique produit par dépôt chimique en phase vapeur;
- **SOBP** Spread-Out Bragg Peak : pic de Bragg étalé;
- **SRIM** Stopping and Ranges of Ions in Matter : programme de simulation Monte-Carlo du parcours des ions dans la matière;
- TCT Transient Current Technique : littéralement "technique des courants transitoires", méthode expérimentale utilisée dans la caractérisation des propriétés de transport de charges dans les semi-conducteurs;
- **TEL** Transfert d'Energie Linéique;
- **TEP** Tomographie par Emission de Positons;
- **TIA** Trans-Impedance Amplifier : préamplificateur à transimpédance ;
- **TOF** Time-Of-Flight : temps-de-vol d'une particule entre deux instants ;
- **TOTEM** TOTal Elastic and diffractive cross section Measurement : expérience de physique des particules menée au LHC, au CERN;
- UFSD Ultra-Fast Silicon Detector : détecteur silicium ultra rapide;
- UH Unité Hounsfield : unité de quantification des images produites en tomodensitométrie à rayons X;
- **VBM** Valence Band Maximum : maximum de la bande de valence, dans un matériau semi-conducteur;
- **XBIC** X-ray Beam Induced Current : méthode de caractérisation de cristaux basée sur le courant induit par un faisceau micrométrique pulsé de rayons X monochromatique;

## Anglicismes

Dans le présent manuscrit, l'utilisation de termes anglais ou d'anglicismes a volontairement été réduite au maximum. Toutefois, les figures reproduites à partir de la littérature ou issues des logiciels utilisés comportent généralement des termes anglais. À toutes fins utiles, cette section liste et propose une traduction de tous les anglicismes ou termes anglais utilisés.

- **4-bunch** mode de remplissage de l'anneau de stockage de l'ESRF ;
- Aliasing phénomène de recouvrement spectral observé lorsque l'échantillonnage d'un signal analogique ne respecte pas les conditions de Shannon-Nyquist (théorème de Shannon);

- *Auto-range* système de définition automatique du calibre de mesure d'un instrument ;
- **Bonding** fils de liaison de diamètre micrométrique permettant la connexion entre un détecteur et son électronique;
- Bremsstrahlung rayonnement de freinage;
- **Build-up** construction progressive de la dose sur les premiers millimètres de profondeur, due à la mise en mouvement d'un flux d'électrons secondaires;
- Bump bonding connexion d'une électronique à même le pixel d'un détecteur;
- **Design** dessin et conception d'un détecteur, appareil ou autres ;
- **Double-strand break** cassure double-brin de la molécule d'ADN;
- *Fall-off* chute distale du profil de dose à la fin du pic de Bragg observée en hadronthérapie;
- Ghost hits littéralement "coups fantômes", qualifie le déclenchement simultané de multiples voies orthogonales sur un détecteur à pistes, entraînant une indétermination du lieu de l'interaction dans le détecteur;
- *Knife-edge* littéralement "en bord de couteau", qualifie des caméras gamma équipée d'un système de collimation mécanique dont la forme reprend cette idée;
- Leading-Edge Timing discrimination temporelle à seuil fixe;
- *Jitter* en électronique, effet de gigue correspondant à une dispersion de l'instant de discrimination d'un signal, pouvant être dû à un glissement de phase ou à une dispersion temporelle intrinsèque;
- *Lift-off* méthode de dépôt de couche mince par lithographie UV permettant des dépôts géométriquement complexes, à l'aide d'un matériau sacrifiel (photo-résine);
- Offset décalage du niveau de la ligne de base d'un signal par rapport à un niveau de référence (souvent 0);
- *Overkilling* Surdosage non nécessaire à l'échelle cellulaire n'apportant aucun bénéfice thérapeutique supplémentaire;
- *Passive scattering* système de mise en forme d'un pic de Bragg étalé par diffusion passive d'un faisceau d'ions;
- *Pencil-beam scanning* système de mise en forme d'un pic de Bragg étalé par balayage tri-dimensionnel du volume tumoral à l'aide d'un faisceau étroit de particules;
- **Priming** aussi appelé pompage, saturation intentionnelle des pièges de charges dans un détecteur semi-conducteur pour stabiliser sa réponse dans le temps;
- *Pulse-Height Defect* défaut de réponse systématique d'un détecteur semi-conducteur soumis à un rayonnement causant une densité d'ionisation exceptionnellement importante dans le détecteur;
- *Range* parcours projeté des ions dans la matière;
- **Range shifter** système passif de dégradation d'un faisceau d'ions permettant la modification du parcours des ions;
- *Scanner* tomodensitomètre à rayons X;
- *Shutter* système d'obstruction d'un faisceau de particules;
- Single-strand break cassure simple-brin de la molécule d'ADN;
- *Straggling* dispersion latérale ou longitudinale d'un faisceau d'ions causée par ses interactions avec la matière;
- *Trigger* système ou méthode de déclenchement d'une acquisition de données;

- *Ultra-Fast Prompt Gamma Timing* technique expérimentale de détection de photons gamma-prompts par mesures de temps-de-vol à très haute résolution temporelle;
- *Walk* effet de dispersion sur la mesure de temps lié à la fluctuation de l'amplitude du signal;
- **Wash-out** effet de dispersion biologique diluant le signal en tomographie par émission de positon;

# Table des figures

1.1	Comparaison des rendements de dose déposée en profondeur de faisceaux de photons produits en sortie d'un acclérérateur linéaire de 18 MV, de protons de 135 MeV et d'ions carbone de $254 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$ et $300 \text{ MeV} \cdot u^{-1}$ . Extrait de [Weber, 2000]	10
1.2	Évolution de la profondeur du pic de Bragg en fonction de l'énergie initiale (en	19
	MeV) des protons dans une cuve à eau. Extrait de [Kraan, 2015].	20
1.3	Gauche : [Weber, 2009] Évolution de la dispersion transverse de faisceaux pri- maires en sortie de la ligne de faisceau du GSI Darmstadt, en fonction de la nature et de l'énergie de l'ion considéré, et en conditions de traitement. La dis- persion mesurée dès la sortie de la ligne (interface <i>nozzle</i> /air) est causée par la présence d'un moniteur de faisceau interceptif. Droite : [Suit_2010] Profils	
	2D de dose de faisceaux de protons et d'ions carbone à des énergies permettant d'obtenir le pic de Bragg à la même position. Les profils mettent en évidence la	
	queue générée par la fragmentation des ions carbone et des atomes cibles et le transport des fragments au-delà du pic de Bragg (avec une fraction de 99% de	
	la dose au pic de Bragg).	21
1.4	Illustration de la mise en oeuvre du pic de Bragg étalé réalisé avec des faisceaux	
	de protons d'énergie décroissante, d'après [Suit, 2010]	22
1.5	Plans de traitement comparés de mêmes sites tumoraux avec des faisceaux de photons et de protons (CNS = <i>Central Nervous System</i> ou système nerveux central, $H\&N = Head \ \ \ \ \ Neck$ ou tête et cou, LUNG = poumon). Adapté de	
1.6	[Durante, 2019]	23
	directe de l'ADN par une particule chargee de naut TEL. Adapte de [Richter,	<b>9</b> 4
1.7	Compilation des mesures d'efficacité biologique relative pour une survie cellulaire de $10\%$ ( $RBE_{10}$ ) en fonction de l'ion utilisé et de son transfert d'énergie linéique ( $TEL$ ). Reproduit depuis [Durante, 2010] et extrait de la base de depuées PIDE	24
	(https://www.gsi.de/bio_pide) [Friedrich 2012]	26
1.8	Schéma de principe de réalisation d'un pic de Bragg étalé par diffusion pas- sive L'intensité transverse du faisceau est représentée au dessus du schéma aux	20
	différentes étapes de la mise en forme du faisceau. Extrait de [Schardt, 2010].	29
1.9	Schéma de principe de production d'un pic de Bragg étalé basé sur un système	
	de balayage de type <i>Pencil Beam</i> . Extrait de [Schardt, 2010]	30
1.10	Groupe de 5 mini-faisceaux de 700 µm de protons de 100 MeV, espacés de 3,5 mm	20
	et images avec des films radiochromiques dans de l'eau. Extrait de l'eucelle, 2015].	32

Illustration de l'impact des incertitudes sur le dépôt de dose comparé entre ra- diothérapie conventionnelle et hadronthérapie, mettant en évidence la nécessité	
de connaître avec la meilleure précision possible la position du pic de Bragg. Extrait de [Knopf, 2013]	33
Représentation de différentes approches cliniques pour tenir compte des incerti- tudes sur le parcours des jons Extrait de [Knopf 2013]	36
Profils d'émission $\beta^+$ mesurés le long du parcours de protons de 110 MeV (A) et d'ions carbone de 212,12 MeV · u <sup>-1</sup> (B) impactant une cible de polyméthacrylate	
de methyle. Adapte de [Parodi, 2012]	37
Adapté de [Enghardt, 2004]	38
est appliqué aux données. Adapté de [Krimmer, 2018]	40
Extrait de [Krimmer, 2018]	42
de [Kim, 2013]	44
à cette valeur, la haute statistique acquise permet de le mettre en évidence. Les courbes superposées aux histogrammes correspondent aux distributions prédites par la simulation. Extrait de [Golnik, 2014]	46
de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) d'épaisseur variable. Les différentes distributions correspondent aux mesures de différence de temps entre le détecteur gamma et la phase du signal RF et les courbes correspondent aux distributions données par la simulation. Extrait de [Golnik, 2014]	46
	Illustration de l'impact des incertitudes sur le dépôt de dose comparé entre ra- diothérapie conventionnelle et hadronthérapie, mettant en évidence la nécessité de connaître avec la meilleure précision possible la position du pie de Bragg. Extrait de [Knopf, 2013]

1.20	a) Mono-bloc BGO segmenté et entouré de matériau réfléchissant avant son cou- plage aux photomultiplicateurs. b) Principe de couplage du bloc BGO au photo- multiplicateurs. c) Photo d'un bloc BGO après couplage. d) Photo du châssis en PMMA permettant de contenir jusqu'à 35 blocs BGO simultanément. e) Photo du collimateur multi-fentes. f) Schéma de principe de l'absorbeur BGO en confi- guration caméra multi-collimatée, avec le collimateur multi-fentes positionné de-	
	vant	50
1.21	Photographie d'un plan diffuseur monté sur sa carte de traitement et d'acquisi- tion, et intérnée deux le geigen de referi discurrent	50
1.22	schéma de principe de l'apport de l'étiquetage spatial et temporel fourni par un hodoscope faisceau dans le cas de l'imagerie Compton des photons gamma- prompts. Les deux points rouges à l'intersection du cône Compton et de la posi- tion des ions donnée par l'hodoscope sont les deux solutions possibles du vertex d'émission du photon gamma-prompt, dans le cas d'une absorption totale et pour une résolution spatiale/énergétique parfaite	52
1.23	<ul> <li>a) Photo de l'hodoscope à fibres scintillantes de grande taille, monté sur son support mécanique et couplé à ses photo-multiplicateurs par des fibres optiques.</li> <li>b) Photo du modèle de l'hodoscope de petite taille, avec sa carte d'acquisition.</li> </ul>	52
1.24	c) Photo-multiplicateurs Hammamatsu H8500	53 56
2.1	Gauche : [Sze, 2006] structure cristalline du diamant. Droite : [Pomorski, 2008] diagramme de bandes d'énergies calculées du diamant, mettant en évidence les	
2.2	gaps direct et indirect	60
2.3	de [Breeding, 2009]	03
2.4	<ul> <li>synthétiques. D'après [Dobrzhmetskaya, 2012].</li> <li>Gauche : schéma de principe d'un réacteur pour le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-ondes de diamants synthétiques [Eaton-Magaña, 2012]. Droite : schéma de principe du procédé d'épitaxie de diamant par dépôt</li> </ul>	65
2.5	chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-onde [Kasu, 2016] Section d'un diamant polycristallin crû sur un substrat de silicium, observé par microscopie électronique à balayage. Le cliché permet d'observer clairement la structure colonnaire des cristaux. Sur la figure, le substrat de silicium se trouve	66
	en bas et le diamant croît vers le haut. Extrait de [Vaissière, 2014].	68

2.6	Coefficient d'atténuation des photons dans le diamant en fonction de leur éner-	
	gie et des phénomènes physiques impliqués. Données extraites du l'application	
	XCOM du NIST.	70
2.7	Gauche : pouvoir d'arrêt des protons dans le diamant en fonction de leur énergie.	
	Droite : pouvoir d'arrêt des ions carbone dans le diamant en fonction de leur	
	énergie. Les gammes d'énergie des deux ions en hadronthérapie sont mises en	
	évidence. Données obtenues via le programme SRIM.	72
2.8	Gauche : dépôt d'énergie des protons dans le diamant en fonction de leur éner-	
	gie, pour des diamants de différentes épaisseurs. Droite : dépôt d'énergie des	
	ions carbone dans le diamant en fonction de leur énergie, pour des diamants de	
	différentes épaisseurs. Données obtenues par simulation Monte-Carlo avec le pro-	
	gramme SRIM. Les bandes de couleur représentent la pleine largeur à mi-hauteur	
	des distributions de dépôt d'énergie (pour chaque couple épaisseur-énergie)	73
29	Pouvoir d'arrêt massique des électrons dans le carbone. Données extraites de	10
2.0	l'application ESTAB du NIST	74
2 10	Dépôt d'énergie généré par le passage de protons de 12 GeV dans des détecteurs	• •
2.10	silicium d'épaisseur variable. Le dépôt d'épargie suit la distribution de Landau	
	Evtrait de [Maroli, 2011]	75
9 1 1	Schéme de concept d'une chembre d'ionisation solide basée sur du diament sur	10
2.11	thétique	77
9 19	Induction d'un signal de courant dans un détectour diamant, au passage d'une	
2.12	particula chargée traversante (a) Une particule jonise uniformément le milieu	
	particule chargee traversante. $(a)$ One particule formse uniformement le inneu le long de sa trajectoire et les charges libres se mettent à dériver sous l'effet du	
	le long de sa trajectorie et les charges nores se mettent à deriver sous renet du champ électrique $(\mathbf{h})$ La dérive des deux porteurs de charge induit un courant de	
	champ electrique. ( $\boldsymbol{o}$ ) La derive des deux porteurs de charge induit un courant de môme signe sur l'électrode considérée. ( $\boldsymbol{a}$ ) Le courant induit total sur l'électrode	
	est la somme des courants des deux portours de charges	70
9 1 2	Courant induit sur un détoctour diamant de 400 um polarisé à $1 \text{ V}$ , um <sup>-1</sup> suite	19
2.10	à l'interaction de particules o de 100 MeV. Adapté de [Nakhostin, 2013]	81
914	a rinteraction de particules $\alpha$ de 100 MeV. Adapte de [Nakhostin, 2015]	01
2.14	(2) et de génération (3) de charges dans le diamant. Droite : [Tranchant, 2008]	
	(2) et de generation (3) de charges dans le diamant. Droite : [Hanchant, 2000]	ຈາ
9.15	Effet de polarisation généré dans les détacteurs diament par des particules im	02
2.10	plantáca (Caucha d'après lichiro Sata 2017) ou traversantes (Droite d'après	
	[Kaggel 2016])	ຈາ
9.16	Spectres mesurés de différents ions avent tous une énergie de 3 MeV à l'entrée	62
2.10	d'un détecteur diament monocrigtallin, d'après [Sato 2012]	Q /
9 17	Penrécentation de la membrane diamant (b) utilisée à la plateforme AIFIPA	04
2.11	pour los irradiations collulairos (a). Adapté de [Barbarat, 2017]	85
9 1 9	Caucha : [Bachmair 2015] photographic du promier détectour diament 2D mone	00
2.10	cristallin produit par la collaboration RD42. Droite : illustration de l'agencement	
	géométrique des colonnes graphitiques, minimisant le temps déviue des charges	
	dens le détectour. Adapté de l'acompreire 2012	00
	dans le délecteur. Adapte de [Lagomarsino, 2015]	80

- 2.19 Gauche et Milieu : [Pomorski, 2006] Résolution en énergie comparées d'une jonction PIN en silicium (Gauche) et d'un détecteur diamant monocristallin (Milieu).
  Droite : Résolution en énergie obtenue par les auteurs de [Shimaoka, 2016] avec un échantillon monocristallin.
- 2.20 Gauche : [Adamczewski-Musch, 2017] prototype du détecteur START de HADES basé sur deux couches de diamant en mosaïque (5 + 4 détecteurs en quinconce). Milieu : [Rost, 2019] métallisation par pistes orthogonales sur un prototype monocristallin. Droite : [Bossini, 2020b] prototype métallisé par pistes, monté avec le premier étage d'amplification sur le support de test de la collaboration HADES. 89
- 2.22 Gauche : [Pernegger, 2006] signal en sortie du détecteur testé sur l'accélérateur IBA C235, à une énergie de 200 MeV et une intensité faisceau de  $2,1 \cdot 10^9$ protons/cm<sup>2</sup>/s. Droite : [Frais-Kölbl, 2007] design d'un moniteur faisceau pour l'hadronthérapie, fait de deux diamants polycristallins métallisés par pistes. . . . 92
- 2.23 Schéma de concept de l'hodoscope faisceau à pistes en diamant CVD. (a) : Métallisation par pistes de diamants de grande surface (gauche) ou d'assemblage en mosaïque de diamants de plus petite taille (droite). (b) Couplage des pistes à une électronique large bande pour la détection d'ions à très haute résolution temporelle.
- 3.2 Schémas CAO et photo du boîtier en aluminium permettant de contenir jusqu'à deux détecteurs diamant pour les caractérisation sous faisceaux de particules.
  L'ouverture dans le boîtier est recouverte d'un film de PET aluminisé d'une épaisseur de 12 µm assurant obscurité et blindage électromagnétique.
  102

87

3.5	Mesures de courants de fuite obtenus pour divers échantillons diamants de diffé- rentes qualités cristallines. Haut : Deux échantillons monocristallins Element6.	
	Milieu : Deux échantillons polycristallins un Element6 de grande taille et un	
	DDK de petite taille Bas : Deux échantillons DOL un produit à l'Université	
	d'Augsburg l'autre produit par Audiatec	106
3.6	Gauche : Courbe de dépôt d'énergie de particules $\alpha$ de 5.486 MeV dans le dia-	100
0.0	mant obtanue par simulation SBIM Draite : Forme des impulsions de courant	
	sinéries par les porteurs de charge après interaction de particules et de 5.486 MeV	
	generees par les porteurs de charge après interaction de particules $\alpha$ de 5,400 MeV	
	dans un diamant de 500 $\mu$ m, sous l'enet d'un champ electrique de 1 V · $\mu$ m . La forme de ducite est extreite de [Weige 2014] p 51	100
27	Simon chamée en méreure d'une chame d'ance position. Couche dérine de	109
3.7	Signaux observes en presence d'une charge d'espace positive. Gauche : derive des	
	trous (polarisation negative dans ce cas). Droite : derive des electrons (polari-	
	sation positive ici). Dans les deux cas, les differents signaux correspondent à la	
	meme excitation primaire generee par des particules $\alpha$ d'une source de <sup>214</sup> Am	
	dans un diamant monocristallin de 470 µm, avec des tensions de polarisation	
	croissantes. Extrait de [Pernegger, 2005].	111
3.8	Montage experimental developpe pour l'evaluation des proprietes electroniques	110
	et du transport des porteurs de charges dans les détecteurs diamant	112
3.9	Capture de l'interface graphique du programme de pilotage de la source de ten-	
	sion, developpe sous LabVIEW. Ce programme est principalement utilise pour	
	automatiser des inversions periodiques de la polarisation, afin de lutter contre la	110
9.10	degradation du niveau de signal observee au cours du temps.	113
3.10	Gauche : Evolution du taux de comptage mesure sur un detecteur polycristallin	
	de 4 cm <sup>-</sup> expose à la source de rayonnement alpha et soumis à une inversion	
	periodique de sa tension de polarisation, avec deux structures temporenes dine-	
	rentes (OP : durée à la tension d'operation, RB : durée à la tension d'inversion).	
	Droite : Canai ADC moyen mesure sur l'ensemble des evenements de chaque pe-	
	riode a la tension d'operation en fonction du temps. Dans les deux cas, le champ	11/
0.11	de polarisation est de $+0.6 \text{ v} \cdot \mu\text{m}^{-2}$ et le champ d'inversion de $-0.6 \text{ v} \cdot \mu\text{m}^{-2}$ .	114
3.11	Gauche : Signal moyen de derive de trous observes dans un detecteur monocris-	
	tallin Elemento de 540 µm d'epaisseur, pour des valeurs croissantes de champ (la 20 $\ge$ 250 V). Ducita e Simuel marcun de dénire d'électrone a com la	
	electrique (de 50 à 550 V). Droite : Signal moyen de derive d'electrons pour le $m^2 m^2$ d'étacteur (de 20 à 450 V).	110
9 1 9	meme detecteur (de 30 à 450 V).	110
0.12	de 540 um d'époisseur en fonction de l'intensité du champ électrique de polori	
	de 540 µm d'épaisseur en fonction de l'intensité du champ électrique de polari-	
	sation. Droite : vitesse de derive des electrons en fonction du champ electrique	117
9 1 9	pour le meme detecteur.	11(
0.10	abarges et la résolution en énergie de détecteurs dismont	110
21/	Caucha : signal produit par un détoctour monogristallin Flomonté numéricé en	119
0.14	sortio du préamplificatour de charges suite à l'interaction d'une particule à de	
	source de $^{241}$ Am Droite : gignel produit par un détectour monocristellie Ele	
	la source de Am. Droite : signal produit par un detecteur monocristalim Ele-	

ment6 numérisé en sortie du module d'amplification et de mise en forme. . . . 120

3.15	Gauche : Réponse de la chaîne d'électronique à des injections de charges crois-	
	santes. Droite : Courbe de calibration typiquement obtenue pour l'évaluation de	
	la charge mesurée sur le banc de spectroscopie $\alpha$ .	120
3.16	Réponse spectroscopique de détecteurs diamant de diverses qualités cristallines	
	à l'interaction de particules $\alpha$ émises par une source <sup>241</sup> Am. Le signal induit par	
	la dérive des électrons est mesuré ici, dans chaque cas. Chaque histogramme est	
	normalisé par son mode de sorte à faciliter une comparaison visuelle.	122
3.17	Pouvoir d'arrêt des électrons dans le carbone. Issu du programme ESTAR du	
0.1.	National Institute of Standards and Technologies (NIST). Source : https://	
	physics_nist_gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR_html	124
3.18	Spectres d'émission $\beta$ superposés produits par les désintégrations de <sup>90</sup> Sr ( $Q_{\theta} =$	
0.10	$0.546 \text{ MeV}$ et <sup>90</sup> Y ( $Q_{e} = 2.282 \text{ MeV}$ ) générés par simulation Monte-Carlo Geant4	
	Adapté de [Kuznetsova 2006] p. 82	125
3 19	Montage expérimental utilisé pour l'évaluation de l'efficacité de collecte de charges	120
0.10	des détecteurs diamant en utilisant des particules traversantes	126
3 20	Estimation de la charge collectée à une tension de polarisation donnée à partir	120
0.20	de la distribution de charges mesurée suite à l'interaction d'électrons de haute	
	énergie dans le détecteur diamant	127
3.21	Efficacité de collecte de charges mesurée sur un diamant monocristallin Element6	
0.21	avec des électrons de haute énergie en fonction du champ électrique appliqué sur	
	le détecteur	128
3.22	Montage expérimental développé pour la mesure de la résolution temporelle de	120
	détecteurs diamant monocristallins pour la détection de particules au minimum	
	d'ionisation.	130
3.23	Signal brut (rouge) produit par un détecteur monocristallin Element6 lu sur une	
	face et signal somme correspondant (bleu), suite à l'interaction d'un proton de	
	68 MeV dans un détecteur monocristallin de 517 um.	131
3.24	Principe de fonctionnement d'une discrimination à fraction constante. Si le signal	
	franchit un seuil fixe, il est dupliqué. La copie du signal est inversée, atténuée	
	d'un facteur correspondant à la fraction constante et est retardée d'un temps	
	inférieur au temps de montée du signal d'origine. Le signal d'origine et sa copie	
	sont ensuite sommés. Il en résulte un signal bi-polaire dont le passage à zéro	
	signe l'instant de l'impulsion. Source : https://commons.wikimedia.org/wiki/	
	File:CFD_Diagram1.jpg	133
3.25	Différence entre une discrimination à seuil fixe ( <b>gauche</b> ) et à fraction constante	
	et/ou seuil normalisé (droite). Lorsque deux impulsions ont le même temps de	
	montée mais des amplitudes différentes, un seuil fixe mesure deux instants diffé-	
	rents (walk). Un seuil normalisé minimise cet effet. Source : https://commons.	
	wikimedia.org/wiki/File:Constant_fraction_1.svg	134
3.26	Sélection graphique des événements correspondant à la détection d'électrons de	
	haute énergie, basée sur l'intégrale des signaux somme, pour l'estimation de la ré-	
	solution temporelle des détecteurs. Le contour noir illustre la coupure graphique	
	réalisée sur les données pour la détermination de la résolution temporelle. Les	
	unités sont arbitraires.	135

3.27	Différence de temps mesurée entre les signaux somme des détecteurs monocristal- lins pour la détection d'électrons uniques de haute énergie. La mesure de l'instant d'occurrence des impulsions est réalisée avec un algorithme de seuil normalisé à 20%. La résolution sur le temps-de-vol est donnée par la dispersion mesurée sur
	les données
4.1	Géométrie de la métallisation par pistes réalisée sur les trois échantillons de grande taille. Gauche : géométrie utilisée pour l'échantillon polycristallin et le diamant DOI-1. Droite : géométrie utilisée pour le diamant DOI-2
4.2	Haut-Gauche : Diamant métallisé par pistes et relié à son électronique par des fils de <i>bonding</i> . Haut-Droit : Préamplificateurs de courant discrets montés sur la carte. Bas-Gauche : Vue frontale du détecteur dans son boîtier, le panneau avant ayant été retiré pour l'illustration. Bas-Droit : Vue extérieure du détecteur, les 16 voies de lecture et la fenêtre de Mylar sont ici visibles. Deux arrivées de gaz
4.3	sont utilisées pour refroidir l'électronique par circulation d'air
4.4	Courbes de calibration en flux de photons des diodes PIN Si Iodet (gauche) et
4.5	Idet (droite)
1.0	mesuré en sortie du détecteur diamant par le picoampèremètre
4.0	Distribution du courant induit mesure (droite) sur la cartographie de la reponse en courant (gauche), sur sa surface, d'un détecteur monocristallin Element6 de
4 7	$4,5 \times 4,5 \times 0,518 \text{ mm}^3$
4. <i>1</i> 4.8	Cartographie de la réponse d'un detecteur polycristalini Elemento de $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ , sur une sous-section de $1 \times 1 \text{ mm}^2$ de sa surface
	en courant (gauche), sur sa surface, du détecteur à pistes polycristallin Element6 de $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$
4.9	Zoom sur une zone d'intérêt de surface $\simeq 2 \times 2 \text{ mm}^2$ de la cartographie XBIC du détecteur à pistes polygristallin Element6. Le contraste de l'image est volon
	tairement modifié pour faire apparaître les inter-pistes
4.10	Distribution du courant induit mesuré (droite) sur la cartographie de la réponse en courant (gauche), sur sa surface, du détecteur DOI produit à l'Université
	d'Augsburg de $4, 5 \times 4, 5 \times 0,518 \text{ mm}^3$
4.11	Cartographie de la réponse en courant induit par la méthode XBIC des deux dé- tecteurs à pistes DOI-1 (gauche) et DOI-2 (droite). Haut : Réponse du détecteur
	à une polarisation de $+300$ V. Milieu : réponse du détecteur à une polarisation
1.10	de -300V. Bas : Cartographie du coefficient de transmission des rayons X 154
4.12	Photographie des deux faces metallisees par pistes du detecteur DOI-1, telles
4.13	Distribution du courant induit mesuré sur la cartographie des détecteurs DOI-1
	(gauche) et DOI-2 (droite), pour une tension de polarisation de -300V 155
4.14	Montage expérimental pour la détermination de l'efficacité de détection de pro- tons uniques de 68 MeV, tel qu'utilisé à ARRONAX en août 2018

4.15	Exemple de l'analyse réalisée sur un signal produit par le détecteur polycristallin Element6. Tant que le seuil reste au niveau du bruit de fond, une coïncidence
	fortuite est comptée. Lorsque le seuil dépasse le bruit de fond, seule la coïncidence
	vraie est comptée. N.B. Les largeurs des fenêtres sont ici exagérément grandes à
	titre illustratif.
4.16	Différence de temps mesurée entre les signaux des détecteurs de référence en
1.10	fonction de l'amplitude du signal généré par le détecteur monocristallin. La cadre
	rouge correspond à la coupure réalisée sur l'ensemble des événements pour la
	définition de $N_{L,M}$ Gauche : L'histogramme met en évidence la dispersion sur
	l'énergie des protons lors de leur interaction dans le détecteur monocristallin
	<b>Droite</b> : Même figure mais mettant en évidence la distribution effective des
	événements (avec un seuil à 30 événements/cellule)
4 17	Dispositif expérimental utilisé à ABBONAX en août 2019 pour la détermination
т. I (	de l'efficacité de détection de protons uniques de détecteurs diamant polycristallins 161
4 18	Efficacité de détection à deux protons simultanés obtenue avec deux détecteurs
1.10	de grande surface (E6 : polycristallin Element6) <b>Haut</b> : Efficacité évaluée sur
	chaque voie de lecture des deux détecteurs <b>Bas</b> : Efficacité évaluée sur les signaux
	somme des deux détecteurs 164
4 19	Efficacité de détection de proton unique de 68 MeV mesurée à ABBONAX avec
1.10	divers détecteurs polycristallins.
4.20	Exemples d'interaction de protons générant des signaux sur une seule piste, im-
1.20	pliquant une indétermination de la position de l'interaction.
4.21	Mesure de l'efficacité de détection des paquets de photons de 8.5 keV à l'ESRF.
	évaluée sur différents croisements de pistes du détecteur polycristallin segmenté.
	Les zones cerclées mettent en évidence le défaut de partage de charges entre deux
	pistes voisines lorsque que leur inter-piste commun est irradié par le faisceau 168
4.22	Dispositif expérimental général pour la détermination de la résolution temps-de-
	vol mesurée entre deux détecteurs diamant
4.23	Dispositif expérimental de Prompt-Gamma Timing tel qu'utilisé à ARRONAX.
	La mesure de la résolution sur le temps-de-vol proton + $\gamma_{prompt}$ se fait en détec-
	tant les photons gamma prompts émis directement par les détecteurs diamant
	au passage des protons et détectés par les scintillateurs rapides
4.24	Dispositif expérimental utilisé à l'ESRF pour la caractérisation du détecteur
	polycristallin à pistes avec un micro-faisceau pulsé de rayons X à 8,5 keV 173
4.25	Résolution temps-de-vol mesurée entre le détecteur DOI Augsburg et le mono-
	cristallin Element6, obtenue avec des protons uniques de 68 MeV
4.26	Résolution temps-de-vol mesurée entre divers détecteurs polycristallins et le mo-
	nocristallin Element6. Résolutions obtenues avec des protons uniques de 68 MeV. 177
4.27	Résolution temps-de-vol mesurée entre le détecteur à pistes polycristallin d'Ele-
	ment 6 et le détecteur DOI d'Augsburg, avec des protons uniques de 68 MeV 178
4.28	Résolution temps-de-vol obtenue avec des ions carbone uniques de 95 MeV/u.
	Vert : Résolution mesurée entre le détecteur DOI Augsburg et le monocristallin
	Element6 (respectivement $5 \times 5 \times 0.3 \text{ mm}^3$ et $4, 5 \times 4, 5 \times 0.5 \text{ mm}^3$ ). Bleu :
	Résolution mesurée entre deux détecteurs polycristallins Element6 de grande
	taille (respectivement $20 \times 20 \times 0.5 \text{ mm}^3$ et $10 \times 10 \times 0.3 \text{ mm}^3$ )

4.29	Résolution temps-de-vol mesurée entre des échantillons DOI et un détecteur mo-	
	nocristallin sur la ligne ID21 de l'ESRF. Gauche : Résultats comparés avec les	
	couples monocritallin-RF, monocristallin-DOI, et DOI-RF. Droite : Comparai-	
	son des <i>jitters</i> mesurés mesurés sur la différence de temps entre les deux faces	
	deux deux échantillons DOI, un produit par Audiatec (rouge) et l'autre produit	
	par à l'Université d'Augsburg (rouge). Pour les deux échantillons, les mêmes	
	préamplificateurs ont été utilisés.	180
4.30	Résolution sur la mesure du temps-de-vol proton-PG, obtenue entre le détecteur	
	monocristallin Element6 et un scintillateur $BaF_2$	182
4.31	Haut : Résolution temporelle intrinsèque mesurée en différents points de la sur-	
	face du détecteur à pistes, le long de la piste Y3. Bas : Résolution temporelle	
	intrinsèque mesurée en chaque position du faisceau en fonction de l'amplitude	
	moyenne du signal observé. La corrélation est mise en évidence par un ajustement	
	par une fonction inverse.	183
4.32	Exemples des distributions de différence de temps mesurées entre les signaux	
	des pistes orthogonales X3 et Y3 en deux points différents. Gauche : Position 8.	
	Droite : Position 14.	184
4.33	Montage expérimental utilisé pour évaluer les capacités de comptage et de mo-	
	nitoring des détecteurs DDK et Element6.	188
4.34	Illustration des traces typiquement acquises sur les deux détecteurs dans les diffé-	
	rentes configurations (électronique et faisceau). Les traces rouges représentent les	
	signaux du détecteur monocristallin Element6 et les traces bleues celles du détec-	
	teur polycristallin DDK. Chaque ligne de haut en bas : basse intensité continue,	
	basse intensité pulsée, intensité 200 pA à la coupelle Faraday (avant collimation),	
	intensité 2nA à la coupelle Faraday (lecture dans résistance 50 ohm)	189
4.35	Méthode utilisée pour la correction de ligne de base à très basse intensité.	
	Gauche : Trace typique pour le détecteur monocristallin à basse intensité. Droite :	
	Projection des valeurs des échantillons dans un histogramme et ajustement par	
	une gaussienne. Les paramètres $\mu$ et $\sigma$ ainsi obtenus sont considérés respecti-	
	vement comme des estimateurs du décalage et du niveau de bruit de fond. Les	
	échantillons dont la valeur est supérieure à $5\mathrm{mV}$ sont contenus dans les impulsions.	191
4.36	Illustration des impulsions détectées sur le détecteur monocristallin Element6, à	
	très basse intensité	192
4.37	Détection des impulsions et estimation de ligne de base à haute intensité. Gauche :	
	Extrait d'une trace de train d'impulsions détectées par le détecteur monocristal-	
	lin Element6. Les points rouges marquent l'amplitude mesurée. Les points jaunes	
	et verts marquent respectivement le début et la fin de l'impulsion, tels qu'établis	
	par l'algorithme développé ici. L'estimation de la ligne de base, par interpolation	
	linéaire, est représentée en pointillés bleus. Droite : Extrait de la dérivée de la	
	trace, pour les mêmes impulsions. Les barres horizontales bleue et rouge illus-	
	trent les deux seuils utilisés pour la détection des impulsions, respectivement à	
	3 et 5 $\sigma$ du bruit de fond.	194
4.38	Évolution du courant de faisceau lors de l'acquisition en mode continu, tel que	
	mesuré sur le détecteur monocristallin. Le cadre rouge illustre la partie stable	
	du courant de faisceau sur laquelle l'analyse de la charge mesurée a été réalisée.	195

4.39	Gauche : Distribution de l'intégrale mesurée des impulsions détectées sur le	
	détecteur monocristallin Element6 à très basse intensité. <b>Droite</b> : Linéarité de	
	la réponse du détecteur en fonction du nombre de protons détectés	195
4.40	Évolution du courant de faisceau lors du passage en mode pulsé. Le nombre	
	correspond au nombre d'impulsions détectées dans une fenêtre temporelle de	
	$20\mu s.$ Mesure réalisée sur le détecteur monocristallin. La mise en évidence de la	
	dérive du courant de faisceau et le passage en phase de stabilité illustrent les	
	capacités des détecteurs diamant pour le monitorage des faisceaux de protons.	197
4.41	Intégrale des impulsions mesurée sur le détecteur DDK en fonction de celle mesu-	
	rée sur le détecteur Element6, impulsion par impulsion, à un courant de faisceau	
	de 200 pA (coupelle Faraday).	199
4.42	Distribution des intégrales d'impulsions mesurées sur les détecteurs à un courant	
	de faisceau de 200 pA (coupelle Faraday). Gauche : Détecteur monocristallin	
	Element6. <b>Droite</b> : Détecteur polycristallin DDK	199
4.43	Gauche : Charge mesurée sur le détecteur DDK en fonction de la charge mesurée	
	sur le détecteur Element6, impulsion par impulsion, à un courant de faisceau de	
	2 nA (coupelle Faraday). <b>Droite</b> : Illustration de la contribution des début et	
	fin de trains d'impulsions dans la distribution totale. La figure de droite illustre	
	la modification de la linéarité de la réponse du détecteur monocristallin entre le	
	début et la fin du train d'impulsions.	200
4.44	Gauche : Distribution, impulsion par impulsion, de la charge mesurée sur les	
	deux détecteurs en fonction de leur position en temps dans le train d'impulsions.	
	<b>Droite</b> : Distribution, impulsion par impulsion, du rapport des charges mesurées	
	sur les détecteurs Element6 et DDK, sur la durée du train d'impulsions	201
4.45	Formes d'impulsions comparées pour les deux détecteurs, pour un contenu moyen	
	de 340 protons par paquet	202
5.1	Schéma de principe de l'hodoscope diamant avec son système d'acquisition.	208
5.2	Dispositif de lithographie laser sur la plateforme Nanofab de l'Institut Néel.	209
5.3	Gauche : Exemple de métallisation par pistes sur un échantillon diamant de 1 cm <sup>2</sup>	
	réalisée à Nanofab, à l'Institut Néel. Droite : Zoom sur un détail de métallisation.	
	On peut clairement distinguer le croisement des pistes en suivant les directions	
	X et Y	210
5.4	Schéma CAO de la répartition des pistes de métallisation sur la surface des	
	détecteurs monocristallins de dimension $4,6 \times 4,6 \times 0,54 \text{ mm}^3$ .	210
5.5	Gauche : Assemblage en mosaïque des 4 diamants monocristallins (non métallisés	
	par pistes sur cette photo pour un premier test de faisabilité mécanique) et insérés	
	dans leur support (carte fille). Droite : vue CAO de l'insertion de la carte fille	
	servant de support des diamants sur la carte mère sur laquelle sera distribué	
	l'étage de préamplification.	211
5.6	Vue CAO du détail de la mise en place de la mosaïque de diamant sur son support	
	carte fille.	212
5.7	Schéma de principe du préamplificateur en électronique discrète.	213
5.8	Prototype du préamplificateur discret développé au LPSC par le Service Élec-	
	tronique positionné sur sa carte de test	213

5.9	Carte FE 40 voies et carte fille support avant câblage
5.10	Illustration du phénomène de <i>walk</i> au passage d'un seuil fixe entre deux signaux
	de même temps de montée mais avec des amplitudes différentes
5.11	
5.12	Implémentation matérielle du principe de la discrimination à fraction constante . 215
5.13	
5.14	Estimation du niveau de jitter du TIA ASIC
5.15	Layout du circuit intégré du TIA
5.16	Carte d'acquisition de l'hodoscope
5.17	Synoptique fonctionnel de la chaîne d'acquisition dans le FPGA (LUT = Look-
	Up Table, explicité en section Annexe)
5.18	Capture d'écran de l'interface graphique utilisateur du programme d'acquisition. 221
.19	Schéma de principe du TDC implémenté dans le FPGA
.20	Schéma de principe de la ligne de retards et du dispositif de calibration du TDC. 228
.21	Évolution des sorties de la ligne quand un HIT est injecté
.22	LUT d'un TDC implémenté dans le FPGA
.23	Schéma du TIA en boucle fermée (Gauche) et en boucle ouverte (Droite) 230
.24	Schéma de principe du TDC intégré en technologie CMOS 130 nm
.25	

# Liste des tableaux

1.1	Nombre de centres de hadronthérapie dans le monde, d'après le recensement de Juillet 2020 du Particle Therapy Co-Operative Group (PTCOG). Les valeurs entre parenthèses correspondent aux centres n'ayant commencé à traiter des	
	patients que depuis 2010. Données récupérées sur le site web du PTCOG (https://www.ptcog.ch/).	27
1.2	Structures temporelles typiques de différents accélérateurs cliniques. Il est à noter que certains synchrotrons présentent des intensités plus élevées. Reproduit depuis	20
1.3	Contributions estimées de différents facteurs intervenant dans la planification et le déroulement du traitement aux incertitudes sur le parcours des ions, pour une planification de traitement réalisée avec ou sans algorithmes basés sur des méthodes Monte-Carlo. Valeurs données à $1,5 \sigma$ . Extrait de [Paganetti, 2012].	35
2.1	Comparaison des propriétés physiques mises en jeu dans la détection de parti- cules de différents matériaux semi-conducteurs à 300 K. Données extraites de [Po- morski, 2008]	62
3.1	Caractéristiques des préamplificateurs de courant discrets utilisés pour la carac-	
3.2	térisation des détecteurs diamant. Caractéristiques des systèmes de numérisation de signaux analogiques des dé- tecteurs diamant utilisés pour les tests de caractérisation. À noter que dans le cas de l'oscilloscope LeCroy, la fréquence d'échantillonnage peut être doublée en	101
3.3	sacrifiant deux canaux	102
3.4	électrique avoisinant les $1 \text{ V} \cdot \mu \text{m}^{-1}$ . Énergies et intensités des principales raies $\alpha$ de la source <sup>241</sup> Am. Données ex- traites de l'application LARA du Laboratoire National Henri Becquerel. Source :	107
3.5	Mesure de la mobilité et de la vitesse de saturation des porteurs de charges dans un détecteur monocristallin Element6 par la méthode TCT.	108 117
4.1	Liste des diamants testés avec la méthode XBIC lors de la campagne de tests sur la ligne ID21 de l'ESRF.	143
4.2	Efficacité de détection de protons (avec un seuil à 2 MeV) mesurée à ARRONAX on 2018, selon la définition présentée on équation 4 15. E6 : polycristallin Element	 6163
4.3	Efficacité de détection de protons uniques de 68 MeV mesurée à ARRONAX en 2019 sur différents cristaux polycristallins, selon la définition présentée en	0100
4.4	équation 4.15	165 173

5.1	Performances du préamplificateur développé au LPSC en comparaison avec l'état	
	de l'art. (Montée : temps de montée, FWHM : largeur à mi-hauteur du signal,	
	ENC : Equivalent Noise Charge, SNR : Signal-to-Noise Ratio)	213
.2	Récapitulatif des mesures de résolution temps-de-vol obtenues dans les différentes	
	conditions expérimentales présentées dans ce document	233
.3	Mesures de résolution sur le temps-de-vol ion $+\gamma_{prompt}$ obtenues	233
.4	Mesures de résolution temporelle intrinsèque entre les deux faces de différents	
	détecteurs testés sur la ligne ID21 de l'ESRF.	233
.5	Récapitulatif des mesures d'efficacité de détection de protons de 68 MeV	234